

分光光度法测定聚维酮碘中的碘

张振南^① 戴歌心^a 孙哲 王学宝

(温州医学院分析测试中心 浙江省温州市茶山高教园区中心北路 3 号 325035)

^a(温州医学院附属第一医院 浙江省温州市 325000)

摘要 建立分光光度法测定聚维酮碘溶液中碘含量的方法。在酸性条件下,利用过氧化氢溶液将聚维酮碘溶液中结合碘转化为游离碘,用二氯甲烷萃取碘,采用分光光度法进行含量测定,碘的二氯甲烷溶液在 504nm 处有最大吸收,有效碘浓度在 0.0001—0.002mol·L⁻¹ 范围内线性关系良好($r=0.9995$),平均回收率($n=9$)为 99.48%。该方法操作简便,结果准确,重现性好,可用于聚维酮碘溶液的质量控制。

关键词 分光光度法;聚维酮碘;碘

中图分类号:O657.32

文献标识码:B

文章编号:1004-8138(2010)04-1667-04

1 引言

聚维酮碘是聚乙烯吡咯烷酮(PVP)与碘的复合物,抗菌谱广,杀菌力强,无刺激性和致敏性,毒性低等优点。聚维酮碘溶液已被越来越广泛地应用于皮肤、黏膜消毒及治疗化脓性皮肤炎症,以及手术器械等的杀菌、消毒工作效果良好。《中国药典》对聚维酮碘的含量测定方法为电位滴定法^[1],此方法准确度高,但是借助电位滴定仪操作过程麻烦以及计算复杂。而美国药典,英国药典均采用加入亚硫酸氢钠把游离碘还原为碘化物后,加入过量硝酸银,用硫氰酸铵回滴定测定总碘的含量的方法。而聚维酮碘溶液中有 80%—90% 的结合碘可解聚成游离碘,因此本试验采用在酸性条件下,用过氧化氢可将结合的无机碘氧化为游离碘,采用萃取方法提取,用分光光度法进行测定,从而测得准确有效碘含量。试验表明此方法简便、准确、重现性好。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

TU-1901 紫外分光光度计(北京普析通用仪器有限公司);AL204 型电子分析天平(上海梅特勒-托利多仪器有限公司);碘化钾(AR,上海吉象化工试剂有限公司);聚维酮碘溶液(浙江普洛康裕制药有限公司);二氯甲烷(AR,广东汕头市西陇化工厂);硫酸(AR,衢州巨化试剂有限公司);30%过氧化氢(AR,浙江中星化工试剂)。实验用水为蒸馏水。

2.2 试验方法

2.2.1 对照品溶液的制备

准确称取 105℃干燥 4h 的碘化钾 1.6644g,加水溶解并稀释至 100mL,作为对照品储备液

① 联系人,电话:(0577)86689985;手机:(0)13587655937;E-mail:nan nang@163.com

作者简介:张振南(1982—),女,温州市人,助理实验师,在读硕士,研究方向为药物分析。

收稿日期:2010-01-13;接受日期:2010-06-23

($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), 备用。准确量取对照品储备液 10mL, 加水稀释至 100mL, 作为对照品溶液 ($0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)。临用时稀释得各种浓度的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备

取本品 1.0mL, 用水稀释至 100mL, 作为供试品溶液。

2.2.3 测定方法

分别取稀释的碘化钾对照品溶液、供试品溶液 5mL 至分液漏斗中, 加入 $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硫酸溶液 5mL, 放冷, 加入过氧化氢溶液 (30%) 1mL, 振摇, 放置 5min。准确加入二氯甲烷 10mL, 振摇, 静置约 20min, 待分层后取二氯甲烷层, 以空白二氯甲烷作为空白调零, 分光光度法测得吸光度。

2.2.4 检测波长的确定

取碘化钾对照品溶液 ($0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), 供试品溶液, 依法操作, 分取二氯甲烷层溶液, 于 400—600nm 波长范围内扫描, 对照品溶液和供试品溶液在 504nm 处有最大吸收。

3 结果

3.1 线性关系试验

准确量取碘化钾对照品溶液 ($0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$) 10.0, 5.0, 2.5, 1.0, 0.5mL, 加水稀释至 50mL, 依法操作, 在 504nm 波长处测定吸光度。以吸光度 (A) 对浓度 (C) 线性回归, 得方程: $A = 0.04759C - 0.01464$ ($r = 0.9995$) 结果表明: 碘浓度在 $0.0001 - 0.002\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 范围内线性关系良好。

3.2 精密度试验

取浓度为 $0.0025\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的碘化钾对照品溶液依法操作, 取二氯甲烷液, 在 504nm 波长处测定吸光度, 重复 5 次, RSD 为 0.24%, 表明本方法精密度良好。

3.3 重复性试验

取供试品 5 份, 依法操作, 分取二氯甲烷液, 在 504nm 波长处测定吸光度, 计算有效碘的含量, RSD 为 0.33%, 表明本方法重复性良好。

3.4 稳定性试验

取供试品的二氯甲烷萃取液, 于 0, 1, 2, 4, 8h 测定吸光度, 计算有效碘的含量, RSD 为 0.68%, 表明样品溶液在 8h 内稳定。

3.5 加样回收率试验

准确量取碘化钾对照品溶液 1.0、2.0、3.0mL 各 3 份, 置于 100mL 容量瓶中, 再分别加入已知含量的聚维酮碘溶液中 1.0mL (含有效碘 6.2480mg), 加水稀释至刻度, 摇匀, 依法操作, 测定吸光度, 计算含量, 得到方法的平均回收率 ($n = 9$) 为 99.48%, RSD 为 0.52%, 见表 1。

表 1 回收率试验结果 (%)

样品量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
6.2480	1.2734	7.4830	99.49	
6.2480	1.2734	7.4370	98.87	
6.2480	1.2734	7.5340	100.16	
6.2480	2.5468	8.6750	98.64	
6.2480	2.5468	8.7120	99.06	99.48
6.2480	2.5468	8.7650	99.66	
6.2480	3.8202	10.0240	99.56	
6.2480	3.8202	10.0530	99.85	
6.2480	3.8202	10.0750	100.07	

3.6 含量测定

取3批聚维酮碘溶液,批号分别为20090915、20090921、20091009,按上述含量测定方法测定,结果见表2。

表2 供试品有效碘含量测定结果

($n=3$)

样品编号	批号	有效碘含量($\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$)
1	20090915	6.5150
2	20090921	6.2480
3	20091009	6.6380

4 结论

(1) 聚维酮碘溶液有80%—90%的结合碘可解聚成游离碘,但仍有部分处于非游离状态,因此要用萃取法测定准确的有效碘,必须把结合的碘全部转换为游离碘。本试验采用在酸性条件下,用过氧化氢(30%)溶液可将结合碘氧化为游离碘^[2],再采取萃取法可将聚维酮碘中所有的碘全部提取,再进行分光光度法检测。

(2) 聚维酮碘溶液稀释后,游离碘稳定性变差,但此试验通过氧化过程可以将结合的碘转化游离碘进行测定,测定过程中不受溶液稀释影响,因此本试验可仅用微量聚维酮碘溶液稀释后仍能准确测定有效碘含量。

(3) 本试验过程中曾直接用碘液做对照品,但碘易升华以致碘液浓度稳定性差,且碘液在配制过程中需加入碘化钾才能溶解,用本试验将无机碘氧化成有机碘的方法测定,则会提高对照溶液有效碘的含量。而碘化钾溶液易于配制,且较稳定,且在酸性条件下通过过氧化氢溶液氧化,能全部转化为有机碘,有效碘含量准确。因此本试验采用碘化钾溶液作为对照品溶液。

(4) 本试验中采用萃取法,再用分光光度法检测,仅要求萃取时二氯甲烷溶液精确,分光光度检测时只需要适量萃取液,操作比较简便。本试验过程中曾用氯仿提取聚维酮碘中的游离碘,后发现二氯甲烷提取效果相似,且二氯甲烷有机溶液毒性较低。因此本试验用分光光度法进行碘含量测定,简便,准确,安全性较高。

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 二部[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005. 823.

[2] 韩枫, 王中彦, 闫永波等. 紫外分光光度法测定卵磷脂络合碘片中碘的含量[J]. 药物分析杂志, 2009, 29(2): 308—309.

Determination of Iodine in Povidone Iodine Solution by Spectrophotometry

ZHANG Zhen-Nan^a DAI Ge-Xin^b SUN Zhe^a WANG Xue-Bao^a

(Center of Wenzhou Medical College, Wenzhou 325035, P. R. China)

^a(The First Affiliated Hospital of Wenzhou Medical College, Wenzhou 325000, P. R. China)

Abstract Method for the determination of iodine from povidone iodine solution was developed by the spectrophotometry. The bound iodine in Povidone iodine solution was changed to free iodine by H_2O_2 in the acidic environment. Then the iodine was solved by CH_2Cl_2 and the content was determined

by spectrophotometry. The solution of iodine solved in CH_2Cl_2 had max absorbance at 504nm wavelength. The linear range of iodine was 0.0001—0.002mol · L⁻¹ ($r = 0.9995$), the average recovery ($n = 9$) was 99.48%. The method is convenient, accurate, reproducible and suitable for the quality control of Povidone iodine solution.

Key words Spectrophotometry; Povidone Iodine; Iodine

本期论文发表周期一览表

(出版日期: 2010年7月25日)

论文作者	论文接受日期	论文发表周期	论文作者	论文接受日期	论文发表周期
章苏宁等	2009-11-29	7个月又27天	宋娟娟等	2009-10-25	8个月整
刘 峥等	2009-12-29	6个月又26天	周阳亮等	2010-07-01	24天
于晓敏等	200-04-20	3个月又5天	赵玉英等	2009-10-25	8个月整
张钢月等	2009-12-12	7个月又13天	田中俊	2009-11-03	8个月又22天
李丹妮等	2009-12-01	7个月又24天	曹大海	2009-10-09	9个月又16天
蔡力锋等	2009-12-04	7个月又21天	杨军红等	2009-10-27	8个月又28天
蔡力锋等	2009-11-26	7个月又29天	李 璞等	2009-10-30	8个月又25天
姚 遥等	2009-10-17	9个月又8天	梁晓峰等	2009-11-26	7个月又29天
尚永辉等	2009-11-28	7个月又27天	张教贵等	2009-11-18	8个月又7天
王小燕等	2009-10-28	8个月又27天	郭豫梅	2009-11-17	8个月又8天
孙晓东等	2010-02-01	5个月又24天	李 宝等	2009-11-16	8个月又9天
时有明等	2010-03-05	4个月又20天	杭义萍等	2009-11-16	8个月又9天
何优选等	2010-03-10	4个月又15天	蒋璐璐等	2009-11-14	8个月又11天
吴天良等	2010-03-10	4个月又15天	陈 媛等	2009-11-14	8个月又11天
朱永春等	2010-03-22	4个月又3天	徐 玲等	2009-09-22	10个月又3天
李 洪等	2010-03-10	4个月又15天	胡宗智等	2009-11-10	8个月又15天
陈 清等	2010-03-05	4个月又20天	刘 源等	2009-11-10	8个月又15天
葛成相	2010-03-25	4个月整	宋世林等	2009-11-10	8个月又15天
牛 勇等	2010-03-16	4个月又9天	薛 华等	2010-03-10	4个月又15天
李 娜	2010-04-08	3个月又17天	苗家兵等	2009-10-17	9个月又8天
尔西丁·买买提等	2010-04-20	3个月又5天	赵 峰等	2010-06-30	1个月又25天
刘婷婷等	2010-04-19	3个月又6天	贺云彪等	2009-12-12	7个月又13天
刘一吗等	2010-04-20	3个月又5天	曹成东等	2009-12-13	7个月又12天
李邦军	2010-04-08	3个月又17天	王文波等	2009-12-14	7个月又11天
刘玲玲等	2010-04-12	3个月又13天	陈 虹等	2009-12-15	7个月又10天
李远刚等	2009-11-16	8个月又9天	郭爱武等	2009-12-15	7个月又10天
姜小莹等	2009-11-16	8个月又9天	董迈青等	2010-07-07	18天
董顺福等	2009-11-16	8个月又9天	宋 霞等	2009-12-29	6个月又26天
郑 欣等	2009-11-16	8个月又9天	梁爱仙等	2009-12-29	6个月又26天
王 东等	2009-11-16	8个月又9天	王程辉等	2010-07-01	24天
李东星等	2009-11-16	8个月又9天	张瑜娟等	2010-06-20	1个月又5天
赵西梅等	2009-11-17	8个月又8天	李吉锋等	2010-01-06	6个月又19天
郑培超等	2009-11-26	7个月又29天	王贵平等	2010-01-06	6个月又19天
牛宏亮等	2009-11-27	7个月又28天	姚腾豪等	2010-01-06	6个月又19天
于加平等	2009-11-29	7个月又26天	韩玲军等	2010-07-01	24天
张 丹等	2009-11-29	7个月又26天	陈厦平等	2010-07-02	23天
申柯娅	2009-11-30	7个月又25天	赵 超等	2010-01-09	6个月又16天
周瑞金等	2009-12-01	7个月又24天	胡桂莲等	2010-01-11	7个月又14天
魏振宏等	2009-12-01	7个月又24天	岳志劲等	2010-06-18	1个月又7天
黄兰芳等	2009-12-01	7个月又24天	张兴旺等	2010-01-12	7个月又13天
王淑君等	2009-12-01	7个月又24天	李 伟等	2010-03-15	4个月又10天
汤长青等	2009-12-01	7个月又24天	叶晓萍等	2010-03-10	4个月又15天
宋 海等	2009-12-01	7个月又24天	高银浩等	2010-04-20	3个月又5天
李洪亮等	2009-12-01	7个月又24天	张 瑜等	2010-04-25	3个月整
王玉芳等	2009-12-02	7个月又23天	邹惠静等	2010-04-20	3个月又5天
朱芳坤等	2009-12-03	7个月又22天	陈雪羽等	2010-04-20	3个月又5天
谭广辉等	2009-12-08	7个月又17天	张艳丽等	2010-01-16	6个月又9天
陈华国等	2009-12-12	7个月又13天	朱永琴等	2010-01-09	6个月又16天
魏振宏等	2009-12-12	7个月又13天	陈 南	2010-05-24	2个月又1天
鲍 震	2009-12-12	7个月又13天	黎香荣等	2010-06-02	1个月又23天
王 勇	2009-10-26	8个月又29天	赵一阳等	2010-06-03	1个月又22天
严赞开等	2009-11-26	7个月又29天	张振南等	2010-06-23	1个月又2天