

用甲醇水浴提取至无色为止(约70min),将提取液转移至50ml量瓶中放冷,若有沉淀可刮取捣碎,以少量甲醇洗涤,合并洗液至量瓶中,最后用甲醇稀释至刻度混匀,放置过夜。取上清液5ml于25ml量瓶中,加无水乙醇至刻度摇匀,放置4h,离心沉淀,上清液备用。

### 3. 样品测定

精取样品液5ml2份,分别置于25ml量瓶中,一份用蒸馏水稀释至刻度做对照液,另一份按标准曲线项下的操作,测定吸收度,样

品液加显色剂后的吸收度与对照液吸收度的差值,代入标准曲线方程式,计算样品总黄酮的含量。

### 4. 加样回收率

精取样品液5ml,分别加入标准液0.0ml,0.5ml,1.0ml,1.5ml,2.0ml,2.5ml,按标准曲线项下方法操作,测定吸收度。同时测定样品对照液吸收度,分别计算样品对照液及样品加标准品测得量,并以此求出回收率(见表)

回收率测定结果

样品液含量 ( $\mu\text{g}$ )	加入标准液含量 ( $\mu\text{g}$ )	测得总含量 ( $\mu\text{g}$ )	回收量 ( $\mu\text{g}$ )	回收率 (%)
43.62	5.4	49.1067	5.4867	101.604
43.62	10.8	54.5026	10.8826	100.76
43.62	16.2	60.2707	16.6507	102.78
43.62	21.6	64.9223	21.3023	98.62
43.62	27.0	70.5044	26.8844	99.57
平均回收率	100.67%(CV=1.63%)			

### 参 考 文 献

[1] 沙世炎,《中草药有效成份分析法》,(上册)人民卫生出版社,1985.232

## 紫外光谱法测定碘化钾及其制剂的含量

解放军150中心医院(河南洛阳 471031) 牛桂田 许新冬 赵力健

碘化钾溶液是临床常用的治疗药品。其含量测定方法《中国人民解放军药品制剂规范》1985版采用银量法,测定结果误差大,终点不易掌握。我们经试验,用紫外分光光度法测定其含量获得成功。测定方法简便,结果准确,回收率好,介绍如下:

### 一、仪器与试剂

751G可见紫外分光光度计(上海分析器厂);碘化钾(分析纯、郑州市化学试剂三厂

批号910125);硫代硫酸钠(分析纯,天津市人民化工厂批号690925)

### 二、实验方法与结果

1. 测定波长的选择 称取碘化钾10g,硫代硫酸钠0.02g,以蒸馏水溶解并稀释至100ml,取上述溶液适量,以蒸馏水稀释至含碘化钾约5—7 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ,用1cm厚石英比色杯,以蒸馏水作空白,在200—300nm波长范围,测定其吸收光谱, $\lambda_{\text{max}}$ 为225 $\pm$ 1nm。

2. 浓度与吸收度的关系 精密称定碘化钾 100 g, 硫代硫酸钠 0.2 g, 加蒸馏水溶解并稀释 1000 ml, 摇匀, 取 10 ml 以蒸馏水稀释至 250 ml, 摇匀, 取稀释液 2 ml 蒸馏水稀

释至 50 ml, 摇匀, 取稀释液 5, 7, 9, 11, 13, 15 ml, 分别稀释至 50 ml, 摇匀, 照分光光度法, 在  $225 \pm 1$  nm 波长处, 用 1 cm 厚石英比色杯, 测定其吸收度, 结果见表 1。

表 1 碘化钾溶液不同浓度的 A 值

	C $\mu\text{g/ml}$					
	3.20	4.48	5.76	7.04	8.32	9.60
A*(255nm)	0.255	0.357	0.460	0.558	0.659	0.759
CV(%)	0.39	0.28	0.154	0.12	0.11	0.09

※为三次测定结果的均值

结果表明: 碘化钾在浓度 3—9  $\mu\text{g/ml}$  范围内, 线性关系良好, 符合郎比定律, 计算回归方程为  $A = 0.00457 + 0.079 C$   $r = 0.999$

3. 稳定性试验 配制后的碘化钾溶液, 以蒸馏水稀释成 6  $\mu\text{g/ml}$ , 室温下, 于 0.5、1、

2、3、4、5 h 分别测定其吸收度, A 值无变化。

4. 回收率试验 精密称取碘化钾, 硫代硫酸钠 0.2 g 5 份, 配制成 10% 的溶液, 摇匀后分别稀释至 6  $\mu\text{g/ml}$  浓度, 用紫外分光光度法及银量法分别测定其回收率, 结果见表 2。

表 2 碘化钾回收率\*测定结果

投入量(g)	UV法		银量法	
	测得量(g)	回收率(%)	测得量(g)	回收率(%)
9.998	10.08	100.8	9.818	98.20
10.01	10.03	100.5	10.15	100.1
9.955	10.02	100.6	9.852	98.87
10.01	10.03	100.7	10.02	100.1
9.932	10.02	100.3	9.780	97.88
$\bar{x} \pm s$		100.6 $\pm$ 0.09		99.03 $\pm$ 1.0

\*为三次测定结果平均值

5. 样品的测定 取 10% 碘化钾溶液 10 ml, 蒸馏水稀释至 250 ml, 摇匀, 取稀释液 2 ml, 蒸馏水稀释至 50 ml, 摇匀, 取稀释液 2 ml, 再以蒸馏水稀释至 50 ml, 以 1 cm 厚石英比色杯, 225  $\pm$  1 nm 波长处测定 A 值, 计

$$\text{算 } C\% = \frac{A - 0.004}{0.079} \times 15625$$

### 三、小结

用紫外分光光度法测定碘化钾及其制剂的含量尚未见过报道, 其方法简便, 结果准确, 重现性好, 易推广应用。