

V_c片剂二氮杂菲—铁(Ⅲ)分光光度法的测定

李 芸 (杭州市第一人民医院, 杭州 310006)

何 华 李晓阳 江 莹* (中国药科大学, 南京 210009)

摘要 以1,10-二氮杂菲-铁(Ⅲ)为显色剂,用标准曲线法在510 nm处检测吸收度,直接测定了V_c片剂的含量,赋形剂无干扰。该法简便,快速,结果准确可靠。

关键词 维生素C 二氮杂菲 分光光度法

V_c参与体内多种代谢过程,能减低毛细血管脆性,用于治疗坏血病并用于各种传染病的辅助治疗。

目前,V_c含量测定大多利用其还原性^[1],中国药典90版载入碘量法^[2],该法所用基准物As₂O₃有毒,操作费时,报导近期不断在探索V_c测定的新的方法^[3-6]片剂中。赋形剂、及其它还原剂等均在510 nm处对测定均无干扰,溶液的pH也无需调节。方法简便、灵敏、快速。

实验部分

本文采用1,10-二氮杂菲-铁(Ⅲ)为显色剂,将维生素

C氧化成脱氢抗坏血酸(HC—CH₂OH)的同时,产生



稳定的紫红色络合物。

1 仪器与试剂

V_c标准品:中国药科大学制剂室提供,含量

不低于99.8%。配制成20 mg/L贮备液。

显色剂配制:称取0.2 g 1,10-二氮杂菲,加入1 mol/L HCl 2 ml和0.16 g 硫酸铁铵,用蒸馏水溶解并稀释至100 ml。

其它试剂均为分析纯。V_c片剂:市售。

UV-2100型分光光度计(岛津),752型分光光度计(上分厂)。

2 实验条件选择

2.1 测定波长选择:取贮备液3 ml置25 ml容量瓶中,加显色剂1 ml混合,静置1—2 min,用蒸馏水稀释至刻度,以1 ml显色剂的25 ml蒸馏水稀释液为空白,扫描,显色络合物在510 nm处有最大吸收。

2.2 pH考察:分别取贮备液3 ml分置于25 ml容量瓶中,按前法配成稀释液,分别调pH值1、2、3、4、5、6、7、8,测定它们的吸收度,结果见表1。

表1 pH与吸收度的关系

pH	1	2	3	4	5	6	7	8
吸收度	0.186	0.202	0.200	0.200	0.198	0.202	0.204	0.182

* 南京大学生物系讲师

由表 1 知, 显色反应最佳 pH 值在 2~7 范围内。

2.3 稳定性考察: 取贮备液 4 ml 于 25 ml 容量瓶中

表 2 时间与吸收度的关系

t (h)	0	0.5	1	1.5	2	2.5	3	3.5	4
A	0.328	0.328	0.330	0.331	0.335	0.339	0.343	0.349	0.352

由表 2 可见, 在显色后 2 小时内吸收度基本无变化。

3 样品含量测定

3.1 标准曲线

分别精密移取 1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 ml 贮备液于 25 ml 容量瓶中, 按前法配成显色溶液, 在 510 nm 处分别测定其吸收度, 结果见表 3。

表 3 标准溶液含量与吸收度的关系

V _C 量(μg)	20.36	40.72	61.08	81.44	101.80	122.16
A	0.084	0.168	0.246	0.328	0.410	0.496

回归方程 $A = 4.02 \times 10^{-3}C + 1.87 \times 10^{-3}$
 $r = 0.9999$

表 4 回收率实验结果

标准加入量的 A (标准)	0.081	0.170	0.250	0.327	0.404
回收测得值 A (混合)	0.163	0.253	0.339	0.416	0.492
样品值 A (样品)			0.084		
回收率	97.5%	99.4%	102.0%	101.5%	101.0%
平均回收率			100.3%		
变异系数			1.6%		

3.3 样品含量测定

吸取样品稀释液 20 ml 于 100 ml 容量瓶中, 按前法配成显色液, 测定其吸收度, 结果见表 5。

表 5 样品含量测定结果

样品编号	1	2	3	4
吸光度	0.422	0.425	0.424	0.422
V _O 量(μg)	104.9	105.6	105.4	104.9
标示量	104.9%	105.6%	105.4%	104.9%
平均标示量		105.2%		
变异系数		0.34%		

按前法配成稀释液, 在以下时间测定吸收度, 结果见表 2。

由此可见, V_O 在 20.6~120.6 μg 范围内呈线性。

3.2 回收率实验

(1) 精密称取 20 片药片, 碾成粉末。精密称取相当于平均片重的粉末, 用 50 ml 蒸馏水, 搅拌 2~3 分钟使溶解, 用水稀释至 100 ml, 用滤纸过滤, 先弃去几毫升初滤液, 收集续滤液。精密吸取续滤液 2 ml 于 100 ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度。吸取稀释液 1 ml 于 25 ml 容量瓶中, 按前法配成显色液, 测定其吸收值。精密移取标准贮备液 1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 ml 分置于 25 ml 容量瓶中, 各加入样品稀释液 1 ml, 按前法配成显色液, 在 510 nm 处分别测定吸收值。按标准加入法计算其回收率, 结果见表 4。

4 讨论

该方法在 pH 2~7 范围内获得最大的颜色强度, 超时这个范围吸收度值将下降。由于样品显色溶液的 pH 值为 5~6, 故溶液的 pH 无需调节。
抗坏血酸结构与糖类相似, 结构中的二烯醇基使它性质活泼, 易氧化为去氢抗坏血酸。为避免其氧化导致部分原用于维生素 C 的 Fe³⁺ 不能转变为 Fe²⁺, 进而不能形成非咯啉络合物, 标准品及样品溶液不宜久置, 样品在过滤时尽可能快, 以缩短其接触空气的时间, 所用的蒸馏水先煮沸, 冷却后再使用。

该法准确、简便、快速、灵敏度高,可作为生产质控中推广运用参考。

参 考 文 献

- 1 安登魁编.《药物分析》.北京:人民卫生出版社, 1984. 178.
- 2 中国药典,二部,1990, P643
- 3 方洪壮等.抗坏血酸的差示分光光度测定法.中国医药工业杂志,1993, 1:30

- 4 沈友昌等.中国药学通报,1988, 12:740
- 5 庞贴慧等.抗坏血酸和过氧化氢的 $\text{Fe}(\text{III})$ -邻二氮菲分光光度测定法.药物分析杂志,1984, 6: 350
- 6 倪青云等.薄层扫描测定复合维生素配剂中维生素A、 B_2 、C和烟酰胺的含量.南京药学院学报, 1985, 2:27

收稿日期:1993—03—09