

紫外分光光度法测定维生素 B₄ 片含量

周海燕 朱晓玲¹ 蔡纪青² (丽水 323000 浙江省丽水市药品检验所;¹ 庆元 323800 庆元县人民医院;² 丽水 323000 丽水市中医院)

维生素 B₄ 原料及片剂均收载于卫生部药品标准中,含量测定一直采用凯氏定氮法,该方法较为繁琐费时。维生素 B₄ 在紫外区有吸收,且已用于原料药的鉴别,但尚未见用于测定片剂含量的报道。我们试用紫外分光光度法测定维生素 B₄ 片的含量,方法简便、可靠。

1 仪器、试剂与药品

UV-265 紫外分光光度计(日本岛津),维生素 B₄ 对照品(浙江海正药业有限公司生产,经重结晶处理后,凯氏定氮法测得含量为 99.5%),维生素 B₄ 片(浙南药业有限公司),盐酸及其它试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 方法 取维生素 B₄ 对照品,用 0.02 mol/L 盐酸溶液制成浓度约为 10 μg/ml 的溶液,以 0.02 mol/L 盐酸溶液为空白,在 200~300 nm 的波长范围内扫描,在 262 ± 1 nm 的波长处有最大吸收,与标准规定一致。另取维生素 B₄ 片处方量的各辅料适量,用 0.02 mol/L 盐酸溶液制成空白对照溶液,在 200~300 nm 的波长范围内扫描,结果表明辅料仅在末尾段有少量吸收,而在 262 nm 附近没有吸收,故将 262 ± 1 nm 波长作为测定波长(见图 1)。



1 - 维生素 B₄, 2 - 辅料

图 1 维生素 B₄ 及辅料吸收图谱

2.2 线性关系 精密称取维生素 B₄ 对照品约 20 mg,置 100 ml 容量瓶中,加 0.02 mol/L 盐酸溶液使维生素 B₄ 溶解,并加至刻度,摇匀。精密吸取上述溶液 1、2、3、4、5 ml,分别置 50 ml 量瓶中,加 0.02 mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,以 0.02 mol/L 盐酸溶液为空白,求得回归方程为: $Y = 17.470 A - 0.1845$, $r = 0.9999$ 。结果表明维生素 B₄ 浓度 4~20 μg/ml 范围内与吸收度呈良好的线性关系。

2.3 回收率试验 精密称取 105 °C 干燥恒重的维生素 B₄ 对照品约 50 mg 共 5 份,置 100 ml 量瓶中,分别加入处方量的各辅料,制成模拟维生素 B₄ 片,加 0.02 mol/L 盐酸溶液适量,振荡使维生素 B₄ 溶解,加 0.02 mol/L 盐酸溶液至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液 2 ml,置 100 ml 量瓶中,加 0.02 mol/L 盐酸溶液至刻度,摇匀,在 262 ± 1 nm 的波长测定吸收度(A),根据回归方程求出浓度并计算回收率,结果见表 1。

表 1 回收率试验

样品	投入量 / mg	测得量 / mg	回收率 / %	平均回收率/ %	RSD/ %
1	65.50	65.57	100.1		
2	49.50	49.50	100.0		
3	49.40	49.23	99.7	100.1	0.40
4	56.70	57.18	100.8		
5	49.20	49.23	100.1		

2.4 稳定性试验 取上述测定溶液,在室温避光情况下放置 4 h,每隔 1 h 测定 1 次,吸收度基本不变。

2.5 样品的测定 取维生素 B₄ 片 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于维生素 B₄ 20 mg),置 100 ml 量瓶中,同时精密称取经 105 °C 干燥至恒重的维生素 B₄ 对照品约 50 mg,置 100 ml 量瓶中,分别加 0.02 mol/L 盐酸溶液使溶解,照回收率试验项下的方法测定吸收度(A),根据两者的比值计算出相当于维生素 B₄ 标示量的百分含量。同时与凯氏定氮法测得的结果比较,结果见表 2。

表 2 样品含量测定/标示量 %

批号	紫外分光光度法	凯氏定氮法
971022	91.8	92.3
980703	91.9	91.4
990604	91.2	91.5
990706	95.2	94.8
990804	91.8	91.9
990805	94.2	94.3

2.6 重复性试验 取同一批样品,按“样品测定”项下取样 5 份,进行测定。结果平均含量为 94.3%, RSD = 0.20% (n = 5)。

3 小结

从以上结果可知,用紫外分光光度法测定维生素 B₄ 片的含量,与用凯氏定氮法测得的结果基本一致,但与费时费事的凯氏定氮法比较,紫外分光光度法具有仪器要求简单、操作简便、快速的优点,可以推广使用。

收稿日期:1999-12-23