

## • 药品检验 •

紫外分光光度法测定维生素B<sub>4</sub>片的含量

浙江省台州地区药品检验所 (台州市 317000) 傅利道 曾茂法

**摘要** 本文采用紫外分光光度法测定维生素B<sub>4</sub>片的含量,测定波长为262 nm,吸收系数( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ )564。此法操作简便快速,回收率99.9%,CV=0.20%,结果满意。

**关键词** 维生素B<sub>4</sub>片 紫外分光光度法 含量测定

维生素B<sub>4</sub>为6-氨基嘌呤的磷酸盐,属维生素类药,其片剂卫生部药品标准<sup>[1]</sup>,有收载,含量测定方法与原料药一样,为定氮法。该法操作繁琐费时,本文根据维生素B<sub>4</sub>的0.02 mol/L盐酸溶液在262 nm波长处有最大吸收这一特性,建立了用紫外分光光度法测定其片剂含量的方法,操作简便,快速准确,回收率好,结果较满意。

## 材料与方 法

日本岛津UV-265FW分光光度计;53W<sub>B</sub>分光光度计(上海光学仪器厂);751、751G分光光度计(上海分析仪器厂);WFZ 800-D<sub>2</sub>分光光度计(北京第二光学仪器厂)。

维生素B<sub>4</sub>:由浙江海门制药厂提供,经精制后测得含量为99.5%(定氮法)。样品五批:浙江海门制药厂产。片剂辅料:均为药用规格。

实验所用试剂均为分析纯。

## 测定条件

**紫外吸收光谱** 取维生素B<sub>4</sub>适量,用0.02 mol/L盐酸液(以下简称盐酸液)制成8 μg/ml的溶液,另取辅料(淀粉、糊精、硬脂酸镁)盐酸液的混合提取液,以盐酸液为空白,分别用岛津UV-265FW分光光度

计于200~300 nm波长范围内扫描,结果表明,维生素B<sub>4</sub>在262 nm波长处有最大吸收,而在此范围内,辅料无吸收,故以262 nm波长为测定波长。见图1

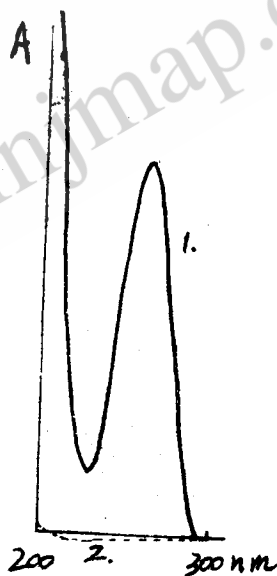


图1 紫外吸收光谱

1. 维生素B<sub>4</sub>, 2. 片剂辅料

**浓度与吸收度的关系** 取维生素B<sub>4</sub>精制品,分别用盐酸液制成2、4、6、8、10、12 μg/ml的溶液,以盐酸液为空白,于262 nm波长处测定吸收度,其回归方程为:

$$A = 0.05652C - 0.00047,$$

$$r = 0.9999$$

**稳定性试验** 取上述溶液于立即、放置24、48 h, 在262 nm 波长处测定吸收度, 结果表明, 在48 h 内吸收度无变化。

### 吸收系数 ( $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ )

精密称取维生素 B<sub>4</sub> 精制品适量, 以盐酸液制成 8  $\mu\text{g/ml}$  和 10  $\mu\text{g/ml}$  的溶液各4份, 用以上5种不同型号的分光光度计, 在262 nm 波长处测定吸收度。

对所测得的数据经统计处理, 确定维生素 B<sub>4</sub> 的盐酸液的吸收系数 ( $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ ) 为564, CV 0.13% (n=40)。

### 回收率试验

精密称取维生素 B<sub>4</sub> 精制品及辅料, 按处方模拟配料, 混匀后精密称取6份, 分别置100 ml 量瓶中, 加盐酸液适量, 振摇使溶解后加盐酸液稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液, 精密量取续滤液适量, 加盐酸液使稀释成6~8  $\mu\text{g/ml}$  的溶液, 以盐酸液为空白, 在262 nm 波长处测定吸收度并计算回收率, 6次测定结果, 按吸收系数 ( $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ ) 564 计算, 平均回收率为99.9%, CV为0.20%。

### 样品测定

取维生素 B<sub>4</sub> 片20片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于维生素 B<sub>4</sub> 80 mg), 置100 ml 量瓶中, 加盐酸液适量, 振摇使溶解后, 加盐酸液至刻度, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液, 精密量取续滤液, 用盐酸液稀释成8  $\mu\text{g/ml}$ , 以盐酸液为空白, 于262 nm 波长

处测定吸收度, 按吸收系数 ( $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ ) 564 计算含量, 同时和定氮法(第一法)<sup>[2]</sup> 进行比较, 结果见表1。

表1 样品含量测定结果(标示量%, n=4)

| 批号     | 规格<br>(mg/ml) | UV法   | 定氮法   |
|--------|---------------|-------|-------|
| 891104 | 25            | 106.1 | 105.8 |
| 891105 | 25            | 104.1 | 104.8 |
| 891106 | 25            | 103.3 | 103.1 |
| 910329 | 10            | 95.5  | 95.8  |
| 910405 | 10            | 94.6  | 95.2  |

## 小 结

作者用本法与规定方法对五批样品进行含量测定, 结果基本一致, 而本法简便快速, 重现性好, 且辅料无干扰, 所以完全可以作为维生素 B<sub>4</sub> 的含量监控方法。

由于维生素 B<sub>4</sub> 在稀盐酸中略溶, 在冷水中微溶, 本法以0.02 mol/L 的盐酸液作溶剂, 为了使测定结果更准确, 在溶解过程中, 应注意振摇10 min 以上, 必要时还可用50℃左右水浴温热, 使维生素 B<sub>4</sub> 能完全溶解。

## 参 考 文 献

- 1 卫生部药典委员会编. 中华人民共和国卫生部药品标准. 化学药品及制剂. 第一册. 1989. 137.
- 2 中华人民共和国药典. 二部. 北京: 人民卫生出版社, 1990. 附录63.