

漫反射 FT-IR 法测定复合维生素 B 片剂中维生素 B₂ 的含量

陈彬¹,程存归²,韩利栋³,陈霖²(1.浙江省金华市中心医院,浙江 金华 321000;2.浙江师范大学生命与环境科学学院,浙江 金华 321004;3.杭州市长征中学,浙江 杭州 310005)

摘要:目的 建立复合维生素 B 片剂中维生素 B₂ 含量的检测方法。方法 采用中红外漫反射定量分析技术,测定了复合维生素 B 片剂中维生素 B₂ 的含量。结果 可直接测定出样品中维生素 B₂ 的含量,且吸光度与维生素 B₂ 的质量百分数成良好的线性关系,平均回收率为 99.79%,RSD 为 1.85%。结论 本方法准确、可靠,可用于复合维生素 B 片剂中维生素 B₂ 的含量测定。

关键词:复合维生素 B 片剂;含量测定;漫反射傅里叶变换红外光谱法

中图分类号:R977.2;R917.102 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2003)05-0415-03

Determination of vitamin B₂ in the tablet of vitamin B complex in diffuse reflectance FTIR

CHEN Bin¹,CHENG Cun-gui²,HAN Li-dong³,CHEN Lin²(College of Life and Environmental Sciences,Zhejiang Normal University,Jinhua 321004,China)

ABSTRACT:OBJECTIVE To establish a method for determination of vitamin B₂ in the tablet of vitamin B complex. **METHOD** Diffuse reflectance FTIR was used for determination of vitamin B₂. **RESULTS** The content of vitamin B₂ could be detected directly, and the relationship between the absorbance and the concentration was linear. The average recovery of vitamin B₂ was 99.79%, and RSD was 1.85%. **CONCLUSION** The method is simple,fast and reliable;it has been proved to be a good practice for determination of vitamin B₂ in the tablet of vitamin B complex.

KEY WORDS:tablet vitamin B complex,determination,diffuse reflectance FTIR

复合维生素 B 是由维生素 B₁、维生素 B₂、烟酰胺、维生素 B₆、右旋泛酸钙等所组成的维生素类药物^[1]。中国药典中测定维生素 B₂ 含量的方法是采用化学处理后再用分光光度法进行测定^[2],但预处理过程复杂,耗时较长。

红外漫反射光谱定量分析技术具有自身独特的优点:制备样品简单,分析速度快,可以同时测定多种成分,实现非破坏性和非污染性的测试,应用范围广等。应用红外定量分析技术研究药物的主成分,这方面的研究报道很少^[3]。本实验采用漫反射 FT-IR 定量分析方法,利用 NICOLET 公司的 TQ Analyst EZ Edition5.0 定量分析软件处理数据,测定了复合维生素 B 片剂中维生素 B₂ 的含量,结果较为满意。

1 实验部分

1.1 仪器设备和参数设置

Nicolet 公司生产的 NEXUS 670 型 FTIR 和漫反射附件,DTGS 检测器,波数范围 4000 ~ 650cm⁻¹,分辨率 0.1 cm⁻¹,扫描次数 128 次;METTLER TOLEDO 公司生产的 AB204-N 型电子分析天平,d=0.0001g。

1.2 样品来源和制备样品来源

复合维生素 B 片:浙江温州制药厂,批号-000802,以标示量每片含维生素 B₂ 1.5mg 为基准,以 20 片的平均重量 93.17mg 为基准,计算得维生素 B₂ 含量为 1.61%;维生素 B₂:浙江金华市第二制药厂,纯度为 93.00%;溴化钾:分析

纯,广东汕头新宁化工厂,批号-950105。

1.3 数据处理

采用 TQ Analyst EZ Edition 5.0 软件进行定量分析处理,以其中的 Simple Beer' Law 法建立测定方法,并进行预测分析。

2 方法与结果

2.1 实验方法

以 KBr 作为稀释剂,准确称量并配制质量百分数分别为 1.216%(0.005 3g 标准样品与 0.400 0gKBr 混合均匀), 2.180%(0.009 6g 标准样品与 0.400 0gKBr 混合均匀), 4.238%(0.019 1g 标准样品与 0.400 0gKBr 混合均匀), 6.307%(0.029 1g 标准样品与 0.400 0gKBr 混合均匀), 7.108%(0.033 1g 标准样品与 0.400 0gKBr 混合均匀), 9.498%(0.045 5g 标准样品与 0.400 0gKBr 混合均匀)(已换算成实际质量百分数)等 6 组标准样品,待测样品取 0.042 5g 用 0.241 4gKBr 稀释 6.68 倍,混合均匀,研磨为 200 目左右颗粒物,过筛。分别采用固定的样品槽,刮平,固定相同的厚度,保持均匀,测定各种质量百分数的标准品及样品的红外光谱。最后采用 TQ Analyst EZ Edition 5.0 软件进行定量分析处理。

2.2 红外光谱

按本方法测得的标准样品维生素 B₂ 及待测样品维生素 B₂ 片的红外光谱见图 1。

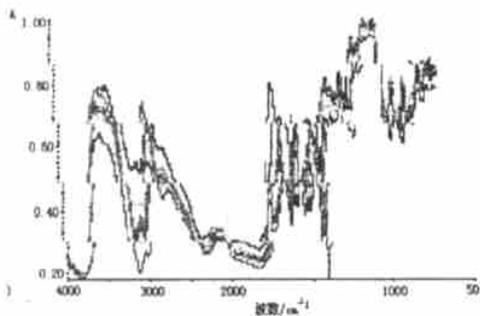


图 1 不同质量百分数的维生素 B₂ 红外光谱

Fig 1 The IR chromatogram of vitamin B₂ of different mass percentage

2.3 辅料的干扰排除及分析峰的选择

从标准样品与待测样品的红外光谱可以看到不同含量的样品谱图有很大的相似度,这些谱图在 4000~650cm⁻¹ 范围内较特征,包含信息丰富,大多数吸收峰随着含量的不同,峰强有较明显的变化。但并非每一吸收峰都可以作为定量分析软件中的分析峰值,确定分析峰值方法如下:利用已知质量百分数的维生素 B₂(KBr 作为稀释剂),质量百分数控制在 10% 以内,本实验所用标准样品维生素 B₂ 的质量百分数为 1.64%,采用 TQ Analyst EZ Edition 5.0 软件进行定量分析处理,确定出分析方法为峰高法,所固定的分析峰值最佳值为 1541.80 cm⁻¹,参考为 1342.26 cm⁻¹ 处。由于淀粉和糊精的单体均为葡萄糖,故本实验采用淀粉作为空白试验,结果 < 0.01%。

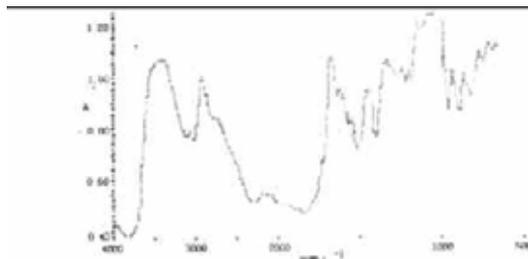


图 2 复合维生素 B 片的红外光谱

Fig 2 The IR chromatogram of tablet vitamin B complex

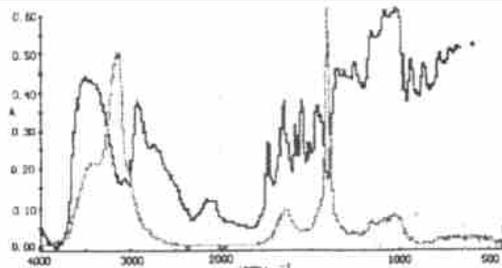


图 3 维生素 B₂ 与淀粉的红外光谱

Fig 3 IR chromatogram of vitamin B₂ and starch a: 维生素 B₂; b: 淀粉

a: vitamin B₂; b: starch

2.4 稳定性试验

精密称取样品,按制样方法配制样品,放置于日光灯下,每隔 1h 测定一次,连续测定 4 次,结果得 RSD 为 0.42%。

2.5 样品的含量测定

采用 TQ Analyst EZ Edition 5.0 软件进行定量分析处理后,测得经溴化钾稀释后的复合维生素 B 的含量为 0.89%,由于采用 KBr 稀释成 55.62%,经转换后实际含量为 1.60%。而中国药典法^[2]测得的结果为 1.60%,两种方法测定结果相同。

2.6 加样回收率试验

取样品 95.0 mg(其含量以样品的含量 FTIR 测定结果作为标准),研匀,精密称取 327.2 mg KBr,加入维生素 B₂ 1.2 mg,按样品测定方法项下操作,每次测定后重新混合并重复测定 4 次,回收率 = (实测量 - 样品量) / 加入量 × 100%,见表 1。

表 1 回收率测定结果

Tab 1 Recovery of vitamin B₂ in the sample

样品含 量 / mg	加入量 / mg	计算量 / mg	实测量 / mg	回收率 / %	平均回 收率 %	RSD / %
1.52	1.2	2.72	2.72	100.00	101.50	5.06
			2.70	98.33		
			2.74	101.67		
			2.75	102.50		
			2.78	105.00		

3 讨论

3.1 采集漫反射红外光谱应保证在相同的实验条件下进行。装样深度和扫描参数的不同对实验结果会有较大的影响。只有在严格控制实验条件的基础上才能获得较好的谱图。本实验采用固定的样品槽,刮平,固定一定的样品厚度,

保持均匀,均得到了较好的谱图(图2)。不同含量混合样品的谱图有很大的相似度,但基本上吸收峰的强度随着维生素B₂含量的不同有着明显的变化(图1)。

3.2 在使用 TQ Analyst EZ Edition 5.0 软件进行定量分析处理时预测值范围的确定,关系到结果的误差大小,当所选定的范围最小时,测定的结果误差最小。

3.3 分析峰值的选择是定量分析工作成败的关键,本实验所选择的分析峰值 1 690.13, 1 353.23cm⁻¹基本上不受辅料(如淀粉)的干扰,而且也远离大气中 CO₂ 及水蒸汽的吸收位置。由于采用漫反射法采集红外光谱,散射强度和波数有关,所选择的峰最好在较窄的波数范围内。本实验是采用简单 Beer's Law 法建立测定方法,即以吸光度作定量分析,所以选取的分析峰的吸光度不能太小,这样可以使吸光度的相对误差最小。

3.4 在几组样品数据中,结果发现在 10% 以内的样品线性关系良好,而大于 10% 的样品基本上不具备线性关系。所以

本实验所用标准样品质量百分数均比较小。

3.5 用本法测定复合维生素 B 片剂中维生素 B₂ 的含量,结果为 1.60%, RSD 为 1.85%。该方法简单,切实可行,结果可靠。

3.6 本实验对漫反射 FT-IR 技术在药物分析领域的应用进行了初步探讨,实验结果令人满意,这表明该方法可以成为药物制剂含量测定的一种简便有效的方法,有很好的发展前景。

参考文献

- [1] 陈新谦,金有豫. 新编药理学[M]. 第14版. 北京:人民卫生出版社,1997:475.
- [2] 中国药典 2000 年二部[S]. 2000:786.
- [3] 程存归,缪吉根,徐宇峰. 漫反射傅里叶变换红外光谱法测定维生素 C 片剂中抗坏血酸的含量[J]. 分析化学. 2001, 29(10):1236.

收稿日期:2002-01-08