

紫外可见分光光度法测定卵磷脂络合碘片中碘的含量

韩枫¹, 王中彦¹, 闫永波², 赫玉霞³

(1. 沈阳药科大学, 沈阳 110016 2. 本溪市中心医院, 本溪 117000 3. 石药集团中奇制药技术有限公司, 石家庄 050051)

摘要 目的: 建立卵磷脂络合碘片中碘含量的测定方法。方法: 采用灼烧灰化的方法对卵磷脂络合碘进行有机破坏, 紫外可见分光光度法进行含量测定。结果: 碘的氯仿溶液在 511 nm 处有最大吸收, 碘浓度在 4.28~15.00 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内线性关系良好, $A = 0.0383 C - 0.0031$ ($r = 0.9995$), 平均回收率 ($n = 9$) 为 99.2%。结论: 该方法操作简便, 结果准确, 重现性好, 可用于卵磷脂络合碘片的质量控制。

关键词: 紫外可见分光光度法; 卵磷脂络合碘; 含量测定

中图分类号: R917 文献标识码: A 文章编号: 0254-1793(2009)02-0308-02

UV-VIS spectrophotometry determination of iodine from iodized lecithin tablets

HAN Feng¹, WANG Zhong-yan¹, YAN Yong-bo², HE Yu-xia³

(1. Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110016 China 2. Benxi Center Hospital, Benxi 117000, China

3. Shijiazhuang Pharma Group Zhongqi Pharmaceutical Co., Ltd, Shijiazhuang 050051, China)

Abstract Objective To develop a method for the determination of iodine from iodized lecithin tablets **Method** Iodized lecithin is organo destroyed by calcinations, then UV-VIS spectrophotometry is applied **Result** The solution of iodine solved in CHCl₃ was absorbed max at 511 nm wavelength. The linear range of iodine was 4.28-15.00 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ($r = 0.9995$), the average recovery ($n = 9$) was 99.2%. **Conclusion** The method is convenient, accurate, reproducible, and suitable for the quality control of iodized lecithin tablets.

Key words UV-VIS spectrophotometry; iodized; determination of content

卵磷脂络合碘片临床用于治疗血管痉挛性视网膜炎、出血性视网膜炎、玻璃体出血、玻璃体混浊、中央静脉闭塞性视网膜炎和婴儿哮喘、支气管炎、缺碘性甲状腺肿、缺碘性甲状腺机能减退^[1]。进口卵磷脂络合碘片(沃丽汀)于上个世纪 90 年代开始应用于临床, 取得很好的临床效果。该制剂目前国内尚无生产, 其含量测定方法未见报道。

为了对卵磷脂络合碘片进行质量控制, 本文建立了卵磷脂络合碘片的含量测定方法。采用强碱和灼烧灰化的方法对卵磷脂络合碘进行有机破坏, 使其变为无机碘, 在酸性条件下氧化为游离碘, 用紫外可见分光光度法进行含量测定。试验表明此方法简便、准确、重现性好。

1 仪器与试剂

WFZ-D₂型紫外可见分光光度计(上海第二光学仪器厂), FA1104型电子分析天平(上海民桥精密科学仪器有限公司), SX-4-10型箱式电阻炉

(上海洪纪仪器有限公司), 卵磷脂络合碘(自制, 含碘量 0.064 $\text{mg} \cdot \text{mg}^{-1}$), 卵磷脂络合碘片(自制, 规格为每片含碘 100 μg), 沃丽汀[®] 100_w(市售品), 碘化钾(中国药品生物制品检定所, 批号 100194-200502), 其他均为分析醇, 水为蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 专属性试验

2.1.1 对照品溶液的制备 精密称取 105℃干燥 4 h 的碘化钾 35 mg 加水溶解并稀释至 250 mL, 作为对照品储备液 ($140 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$), 备用。精密量取对照品储备液 10 mL, 加水稀释至 100 mL, 作为对照品溶液 ($14 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)。

2.1.2 供试品溶液的制备 取本品 30 片, 用水洗掉糖衣, 再用甲醇洗涤后, 置五氧化二磷真空干燥器中, 室温干燥过夜, 精密称定, 研细。精密称取细粉适量(约相当于碘量 1 mg), 置坩埚中, 加 $8 \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液 6 mL, 搅匀, 水浴蒸干。蒸干后灼

灼至完全碳化,于马夫炉中灼灼 60 min(720 ℃),放冷。残渣加 30 mL 温水溶解,放冷,滤过,坩埚、漏斗及滤纸用水洗涤 3 次,每次 10 mL,合并滤液及洗涤液稀释至 100 mL,作为供试品溶液。

2.1.3 阴性供试品溶液的制备 照处方量配比制备不含卵磷脂络合碘的阴性片,取 30 片,操作同供试品溶液制备项下。

2.1.4 测定法 分别将对照品溶液、供试品溶液和阴性供试品溶液转移至分液漏斗中,加入 3 mol·L⁻¹ 硫酸溶液 8 mL,放冷,加过氧化氢溶液(30%) 2 mL,振摇,放置 5 min,精密加氯仿 10 mL,振摇,静置约 20 min 使分层,取澄清的氯仿液,照紫外可见分光光度法(中国药典 2005 年版二部附录 IV A)测定。

2.1.5 检测波长的确定 取碘化钾对照品溶液(14 μg·mL⁻¹),供试品溶液和阴性供试品溶液,依法操作,分取氯仿层溶液,于 400~600 nm 波长范围内扫描,对照品溶液和供试品溶液在 511 nm 处有最大吸收,辅料无干扰。

2.2 线性关系试验 精密量取碘化钾对照品储备液(140 μg·mL⁻¹) 4.0, 6.0, 8.0, 10.0, 12.0, 14.0 mL,加水稀释至 100 mL,依法操作,在 511 nm 波长处测定吸收度。以吸收度(A)对浓度(C)线性回归,得方程:

$$A = 0.0383C - 0.0031 \quad r = 0.9995$$

结果表明:碘浓度在 4.28~15.00 μg·mL⁻¹ 范围内线性关系良好。按信噪比 $S/N = 3$ 最低定量限低于 5.6 μg·mL⁻¹,完全满足定量检测的需要。

2.3 精密度试验 取浓度分别为 11.2, 14, 16.8 μg·mL⁻¹ 的碘化钾对照品溶液各 100 mL,依法操作,取澄清的氯仿液,在 511 nm 波长处测定吸光度,均重复 6 次, RSD 分别为 0.34%, 0.22%, 0.43%,表明本方法精密度良好。

2.4 重复性试验 取本品细粉 5 份,依法操作,分取澄清的氯仿液,测定吸光度,计算碘的含量, RSD 为 0.20%,表明本方法重复性良好。

2.5 稳定性试验 取重复性试验的氯仿萃取液,于不同时间测定吸收度,计算碘的含量, RSD 为 0.22%,表明样品溶液在 8 h 内稳定。

2.6 回收率试验 按处方量配比的 80%, 100% 和 120% 称取 9 份已知含量的原料样品粉末(含碘量 0.064 mg·mg⁻¹),精密称定,加入相应处方量配比的辅料,依法操作,测定吸收度值,计算含量,结果方法总回收率($n = 9$)为 99.2%,见表 1。

表 1 回收率试验结果(%, $n = 3$)

Tab 1 Results of recovery tests

加入量 (added) /mg	测得量 (found) /mg	平均回收率 (average recovery) %	RSD /%
0.752	0.740	98.4	0.64
0.944	0.936	99.2	1.01
1.146	1.1429	99.6	0.97

2.7 含量测定 制备对照品溶液、3 批供试品溶液及沃丽汀溶液,依法操作,分取氯仿层溶液,在 511 nm 波长处测定吸收度,计算含量,结果 3 批供试品及沃丽汀含量分别为 99.7%, 96.7%, 99.7%, 100.1%; RSD 分别为 0.56%, 0.78%, 0.92%, 0.79%。

3 讨论

碘含量测定方法有氧瓶燃烧法^[2,3]、铈量法^[4]、碘量法^[5]、银量法^[6]、分光光度法^[7]、高效液相色谱法^[3]等。卵磷脂络合碘片含有大量辅料,使用灼烧灰化的方法使有机破坏完全,再用紫外分光光度法进行碘含量测定,简便、准确。

碘离子被氧化的过程需在酸性条件下进行,加入 8 mL 硫酸(3 mol·L⁻¹)可确保反应的酸性条件。

加入过氧化氢(30%)溶液,将碘离子氧化成碘单质。实验结果显示:加入 1.0 mL 过氧化氢溶液时重复性较差,加入 2.0 mL 和 4.0 mL 无明显差异,故将过氧化氢溶液加入量定为 2.0 mL。

参考文献

- 1 Introduction of woliting(沃丽汀说明书)
- 2 ChP(中国药典). 2005. Vol II (二部): 附录 43
- 3 HUANG Yu-ping(黄宇平). Determination of organic iodine concentration in drugs by oxygen flask method and HPLC(氧瓶燃烧-高效液相色谱法测定药物中有机碘含量). *Tianjin Pharm* (天津药学), 2001, 13(6): 71
- 4 WANG Bo-tao(王伯涛), GUO Li-wei(郭立玮), WANG Xun-hong(刘训红). Determination of iodine in laninaria japonica with cerium sulphate method(铈量法测定昆布中碘的含量). *Drug Stand China* (中国药品标准), 2002 3(5): 51
- 5 DING Yuan-sheng(丁远胜), SUN Ju-yan(孙巨燕), YE Bo-ping(叶波平). Study on the determination of the content of iodine in the simple decoction of Haizao and decoctions of Haizao and Gancao(海藻及海藻甘草配伍水煎液中碘含量测定研究). *Primary J Chin Mater Med* (基层中药杂志), 2002 16(5): 3
- 6 WANG Bo-tao(王伯涛). Determination of iodine in laninaria japonica with argenium sulphate method(直接铈量法测定昆布中碘的含量). *Chin Pharm Aff* (中国药事), 2000 14(5): 315
- 7 FANG Hang-jun(方杭君). Determination of the total content of I₂ in Antai'an eye drop by spectrophotometric method(分光光度法测定氨肽碘滴眼剂中的总碘含量). *Jiangsu Pharm Clin Res* (江苏药学与临床研究), 1999, 7(2): 17

(本文于 2008 年 6 月 18 日修改回)