

# 间接分光光度法测定药物中的维生素 E<sup>①</sup>

刘树恒<sup>②</sup>

(河北沧州师范专科学校化学系 河北省沧州市高教新区学院西路 1 号 061001)

**摘要** 在表面活性剂 CTMAB 存在下, 维生素 E 能够定量将 Fe(III) 还原为 Fe(II) 离子, 利用显色剂 5-硝基-1, 10-菲咯啉建立了间接分光光度法测定维生素 E 的方法, 在 pH 4.6 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液中, Fe(II)-5-硝基-1, 10-菲咯啉络合物的最大吸收峰位于 502nm 处, 维生素 E 的含量在 0.3—2.0 mg · L<sup>-1</sup> 范围内符合比耳定律, 表观摩尔吸光系数  $\epsilon_{502} = 2.43 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。本法用于维生素 E 片剂、胶丸及注射液中维生素 E 含量的测定, 与药典法对照, 2 种方法所得结果一致。

**关键词** 维生素 E; 分光光度法; 5-硝基-1, 10-菲咯啉; 铁(III); 铁(II)

**中图分类号:** O657.32      **文献标识码:** B      **文章编号:** 1004-8138(2010)05-1890-03

## 1 引言

维生素 E 具有很强的抗氧化作用, 能阻止不饱和脂肪酸受到过氧化作用的损伤, 从而维持着不饱和脂肪酸较多的细胞膜的完整性和正常功能; 具有延缓衰老、预防大细胞性溶血性贫血作用; 还与性器官和胚胎发育有关; 市场需求连年增长。有关它的测定方法已有不少报道, 主要有高效液相色谱法<sup>[1]</sup>、荧光分析法<sup>[2]</sup>、紫外光谱法<sup>[3]</sup>、单扫描示波极谱法<sup>[4]</sup>、分光光度法<sup>[5]</sup>、气相色谱法<sup>[6]</sup>等。本文在表面活性剂十六烷基三甲基溴化铵(CTMAB)存在下利用维生素 E 还原 Fe(III), 以 5-硝基-1, 10-菲咯啉为显色剂间接法测定维生素 E。该方法简便、灵敏度高, 可用于维生素 E 胶丸、片剂、注射液中维生素 E 含量的测定。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器及试剂

UV 751GD 型分光光度计(上海荆和分析仪器有限公司); pH S-2 型酸度计(上海硕光电子科技有限公司)。

**维生素 E 标准溶液:** 准确称取维生素 E 标样 0.2500g, 用无水乙醇溶解并定容到 250mL 的棕色容量瓶中, 配成 1.0000g · L<sup>-1</sup> 的溶液。使用时用无水乙醇逐级稀释至 20mg · L<sup>-1</sup>, 制得维生素 E 标准溶液。

**Fe(III) 标准溶液:** 用 NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 12H<sub>2</sub>O 配成含 Fe(III) 100mg · L<sup>-1</sup> 的标准储备液, 使用时用水稀释成 20mg · L<sup>-1</sup> 标准液。

**5-硝基-1, 10-菲咯啉:** 7.34 × 10<sup>-3</sup> mol · L<sup>-1</sup>, 用乙醇定容。

① 河北省教育科学研究“十一五”规划课题(No. 06020141)

② 联系人, 手机: (0) 13292757698; E-mail: liushuheng65@sina.com

作者简介: 刘树恒(1965—), 男, 河北省孟村县人, 副教授, 学士, 主要从事光谱分析工作。

收稿日期: 2010-01-22; 接受日期: 2010-05-20

十六烷基三甲基溴化铵 (CTMAB):  $10.00\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ;

磷酸乙醇溶液: 取浓磷酸  $3.5\text{mL}$ , 用无水乙醇稀释至  $100\text{mL}$ 。

乙酸-乙酸钠: 乙酸钠  $40\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ , 配制后在酸度计上用  $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  乙酸溶液调至 pH 为 4.6。

所用试剂均为分析纯。实验用水为二次亚沸蒸馏水。

## 2.2 实验方法

于  $25\text{mL}$  比色管中依次加入  $20\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$  Fe(III) 标准溶液  $1.0\text{mL}$ 、pH 4.6 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液  $2.0\text{mL}$ 、适量维生素 E 标准溶液或样品溶液、5-硝基-1, 10-菲咯啉乙醇溶液  $1.5\text{mL}$ 、 $10.00\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$  CTMAB 溶液  $2.0\text{mL}$ , 每加一次试剂均摇匀, 用水稀至刻度, 摇匀。以试剂空白为参比, 用  $1\text{cm}$  比色皿于波长  $502\text{nm}$  处测定吸光度。

## 3 结果与讨论

### 3.1 吸收光谱

按照实验方法制得 Fe(II)-5-硝基-1, 10-菲咯啉有色络合物, 在  $400\text{--}600\text{nm}$  波长范围内扫描得该络合物的吸收曲线, 如图 1 所示, 络合物的最大吸收位于  $502\text{nm}$  波长处。实验选用  $502\text{nm}$  为络合物测定波长。

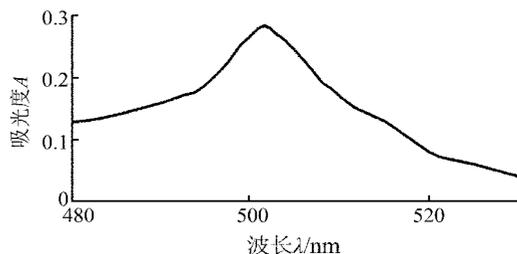


图 1 吸收光谱

### 3.2 溶液酸度的选择

结果表明, 溶液的 pH 在 2.5—5.4 之间, 有色络合物的吸光度最大且稳定。pH 4.6 乙酸-乙酸钠缓冲溶液用量在  $2.0\text{--}5.0\text{mL}$  之间时, 体系灵敏度和稳定性最好。实验选择乙酸-乙酸钠缓冲溶液用量为  $2.0\text{mL}$ 。

### 3.3 试剂用量选择

结果表明,  $20\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$  铁(III) 标准溶液的用量在  $0.5\text{--}5.0\text{mL}$  之间,  $7.34 \times 10^{-3}\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  5-硝基-1, 10-菲咯啉乙醇溶液的用量在  $1.5\text{--}5\text{mL}$  之间体系的吸光度值最大。实验选择 5-硝基-1, 10-菲咯啉乙醇溶液  $1.5\text{mL}$ , 铁(III) 标准溶液用量  $1.0\text{mL}$ 。

### 3.4 显色时间的选择

结果表明: 在  $0.5\text{--}4\text{min}$  之间吸光度逐渐增加,  $4\text{min}$  后达最大值, 加入磷酸终止显色反应, 络合物在  $20\text{min}$  内稳定, 选择显色  $4\text{min}$  后加入  $1\text{mL}$  磷酸, 摇匀, 进行测定。

### 3.5 表面活性剂的选择

考察了非离子表面活性剂 OP、曲通 X-100、聚乙烯醇(PVA), 阳离子表面活性剂 CTMAB 和 CPC 对络合反应的影响。结果表明: 曲通 X-100 和 PVA、OP 不具增敏效果; CTMAB 和 CPC 具有增溶增敏效果, 且 CTMAB 效果最佳。当 CTMAB 的加入量为  $1.0\text{--}4.0\text{mL}$  时吸光度值最大且恒定, 实验选用 CTMAB 的用量为  $2.0\text{mL}$ 。

### 3.6 共存物质的干扰

在实验条件下, 对  $10\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$  维生素 E 的标准溶液进行测定, 当相对误差  $\leq \pm 5\%$  时, 下列物质:  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$  (400 倍),  $\text{K}^{+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Na}^{+}$  (500 倍),  $\text{NH}_4^{+}$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{OAc}^{-}$ 、 $\text{Cl}^{-}$  (800 倍), 淀粉、葡萄糖、果糖、麦芽糖、蔗糖 (250 倍), 谷氨酸、尿素、酒石酸 (120 倍), 柠檬酸 (2 倍) 不干扰维生素 E 的测定, 抗坏血酸、维生素 B1、盐酸羟胺严重干扰。

### 3.7 校准曲线

在选定的实验条件下, 测得维生素 E 的含量在  $0.5\text{--}2.0\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$  范围内符合比耳定律, 回归直

线方程为  $A = 0.0136 + 0.0147C$  ( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ), 相关系数  $r$  为 0.9993, 表观摩尔吸光系数  $\epsilon_{502} = 2.43 \times 10^4 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

### 3.8 样品分析

(1) 维生素E片剂: 取2片维生素E去糖衣, 研钵中研细, 准确称取适量(约含维生素E 20mg), 乙醇溶解过滤并定容于100mL容量瓶中供测定用。

(2) 维生素E胶丸: 取1丸维生素E胶丸于50mL烧杯中, 先用探针刺破胶丸, 再用乙醇溶解并定容于100mL容量瓶中供测定用。

(3) 维生素E注射液: 取启封后的维生素E注射液2.0mL, 用乙醇定容于100mL容量瓶中供测定用。

按照实验方法对上述试样进行测定和做加标回收实验, 并将所得结果与药典法所得结果进行对照, 结果见表1、表2。本方法操作简便, 测定结果与药典法一致, 可用于维生素E的测定。

表1 回收实验结果

( $n=5$ )

样品原含量 (mg)	标准加入量 ( $\mu\text{g}$ )	加标测定总值 (mg)	回收率 (%)	RSD (%)
6.30	3.00	9.28	99.3	1.1
7.54	4.00	11.51	99.3	0.4
8.34	5.00	13.33	99.8	0.7

表2 样品分析结果

( $n=5$ )

样品	标示值 (mg)	样品测定值 (mg)	药典法测定值 (mg)
维生素E片	100	99.6	99.5
维生素E胶丸	100	101.5	100.8
维生素E注射液	50	51.3	50.7

### 参考文献

- [1] 王晖, 刘红河, 尹江伟. HPLC用于食品中维生素A和维生素E的测定[J]. 中国热带医学, 2006, 6(5): 77.
- [2] 阙健全. 食品中维生素E的快速荧光测定[J]. 分析测试学报, 1993, 10(3): 51—54.
- [3] 许琛琦, 兰蓉, 赵实等. 一阶导数紫外光谱法测定脂质体中维生素E的含量[J]. 日用化学工业, 1999, 29(6): 45—47.
- [4] 刘猛, 屈建莹, 刘快之. 维生素E的单扫描示波极谱法测定[J]. 河南大学学报, 1999, 29(4): 24—28.
- [5] 李湘玲, 汪洋. 正交函数分光光度法测定维生素E胶丸的含量[J]. 安徽医药, 2002, 6(2): 59—60.
- [6] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(二部)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005. 674—675.

## Determination of Vitamin E in Drugs by Indirect Spectrophotometry

LIU Shu-Heng

(Department of Chemistry, Cangzhou Normal College, Cangzhou, Hebei 061001, P. R. China)

**Abstract** A spectrophotometric method for the indirectly determination of vitamin E was developed based on the complexation of 5-nitro-1, 10-phenanthroline and Fe(II). In an acetate buffer of pH 4.6, and in the presence of CTMAB, Fe(III) was quantitatively reduced by vitamin E to Fe(II). The absorption peak locates at 502nm, and the molar absorptivity ( $\epsilon_{502}$ ) is  $2.43 \times 10^4 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ . Beers law was obeyed in the range of 0.3—2.0mg/L of Vitamin E. The content of vitamin E in the soft content, tablets and injection were analyzed by the proposed method, results were in consistent with those obtained by the pharmacopoeia method.

**Key words** Vitamin E; Spectrophotometry; 5-Nitro-1, 10-Phenanthroline; Fe(III); Fe(II)