

# 碘化喹啉分光光度法 测定软胶囊中的水合氯醛

邓岩辉<sup>①</sup> 叶丽杰 梁岩 戴莉菲<sup>a</sup>

(沈阳医学院公共卫生学院卫生检验中心 沈阳市黄河北大街 146 号 110034)

<sup>a</sup>(沈阳市东北电业管理局医院 沈阳市沈河区文化路 68 号 110015)

**摘 要** 根据水合氯醛与碘化喹啉在碱性条件下定量反应生成稳定的蓝色物质, 建立了分光光度法测定软胶囊中水合氯醛的含量。水合氯醛浓度在 1.00—9.00 μg/mL 范围线性良好, 回归方程为  $y = 0.052x + 0.003$ ,  $r = 0.9999$ , 相对标准偏差 RSD 为 0.193%, 平均回收率为 99.8% ( $n = 9$ )。方法简便快速, 专属性好, 重现性好, 准确可靠。

**关键词** 碘化喹啉; 分光光度法; 水合氯醛

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2011)05-2299-03

## 1 引言

水合氯醛是三氯乙醛水合物, 它有良好的镇静、催眠、抗惊厥作用<sup>[1]</sup>, 临床上用于顽固性失眠及对其他催眠药效果不佳的患者<sup>[2]</sup>。对于水合氯醛含量的测定, 《中国药典》采用化学分析方法, 本实验以碘化喹啉为显色剂, 在异丙醇及乙醇胺的作用下, 与水合氯醛生成蓝色聚合物, 该聚合物在可见光区有最大吸收, 从而测定水合氯醛的含量。本方法简便快速, 专属性好, 精密度高, 重现性好, 结果准确可靠。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器与试剂

UV-2800 型紫外-可见分光光度计(上海尤尼柯仪器有限公司); D.SCR600 可控硅控温三用水箱(通州市长江实验仪器厂); BS124S 型电子天平(德国赛多利斯股份公司)。

水合氯醛标准品(中国生物制品检定所); 水合氯醛原料(宇龙海藻有限公司, 99.8%, 批号为 20090201); 水合氯醛软胶囊(自制, 规格为 250mg/粒, 批号为 20070901); 乙基甲基碘化喹啉(日本东京化成工业株式会社, 99%); 乙醇胺(沈阳国药集团化学试剂有限公司, 分析纯, 批号为 T20090220); 异丙醇、氨水、聚乙二醇 400 均为分析纯。实验用水为蒸馏水。

### 2.2 溶液的配制

水合氯醛储备液( $C = 0.1 \text{ mg/mL}$ ): 准确称取水合氯醛标准品 0.1g, 置于 50mL 烧杯中, 加蒸馏水适量, 溶解后转移并用水定容至 100mL 容量瓶中。准确吸取 10mL 至 100mL 容量瓶中, 加蒸馏水定容, 摇匀, 制成 0.1mg/mL 水合氯醛储备液。

碘化喹啉溶液( $C = 15 \text{ mg/mL}$ ): 称取乙基甲基碘化喹啉 1.5g, 置于 50mL 烧杯中, 加蒸馏水适量, 超声震荡 10min, 使其溶解完全, 放置冷却至室温后, 用水定容至 100mL 容量瓶中, 摇匀, 制成

① 联系人, 电话: (024) 62215712; E-mail: yhdeng666@yahoo.cn

作者简介: 邓岩辉(1959—), 女, 沈阳市人, 教授, 主要从事药物研究工作。

收稿日期: 2010-10-25; 接受日期: 2010-11-30

15mg/mL 碘化喹啉溶液。

乙醇胺溶液( $C=0.1\text{mol/L}$ ): 称取乙醇胺 0.61g, 置于烧杯中, 加水适量, 溶解完全后, 转移并加水定容至 100mL 容量瓶中, 制成 0.1mol/L 乙醇胺溶液。

### 2.3 测定条件

准确吸取水合氯醛储备液 0.5mL 置于 10mL 容量瓶, 依次加入 15mg/mL 碘化喹啉溶液 1mL、异丙醇 6mL、0.1mol/L 乙醇胺溶液 0.5mL, 加蒸馏水定容, 摇匀, 配制成 5.00 $\mu\text{g/mL}$  的水合氯醛溶液。在 60 $^{\circ}\text{C}$  水浴中加热 1h, 溶液变为蓝色, 并平行做空白。放置室温冷却后, 在 400—760nm 进行扫描。结果显示: 水合氯醛在 605nm 处有最大吸收, 此波长作为本实验的测定波长。

## 3 结果与讨论

### 3.1 标准系列制备与校准曲线绘制

准确吸取储备液 0、0.1、0.3、0.5、0.7、0.9mL, 配制成浓度为 0、1.00、3.00、5.00、7.00、9.00 $\mu\text{g/mL}$  的水合氯醛溶液。按“2.3”测定条件, 测定吸光度, 结果见表 1。

表 1 水合氯醛标准系列的吸光度

浓度( $\mu\text{g/mL}$ )	0	1.00	3.00	5.00	7.00	9.00
吸光度 $A$	0	0.055	0.161	0.267	0.370	0.475

以水合氯醛浓度为横坐标, 相应吸光度为纵坐标, 求得回归方程为  $y = 0.052x + 0.003$ ,  $r = 0.9999$ 。水合氯醛的线性范围为 1.00—9.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

### 3.2 精密度实验

准确吸取储备液 0.5mL, 配制成 5.00 $\mu\text{g/mL}$  的水合氯醛溶液, 并平行做空白, 按“2.3”测定条件, 重复测定 6 次, 结果见表 2。

表 2 精密度实验结果

( $n=6$ )

序号	0	1	2	3	4	5	6
吸光度 $A$	0	0.267	0.268	0.267	0.267	0.267	0.268

$A$  平均值 = 0.267, RSD = 0.193%, 结果表明, 本法精密度良好。

### 3.3 稳定性实验

按“2.3”测定条件, 配制成 5.00 $\mu\text{g/mL}$  的水合氯醛溶液, 并平行做空白使透光率为 0%, 分别在室温下放置 0.5、10、15、20、24h 进行检测, 结果见表 3。

表 3 稳定性实验结果

时间(h)	0	5	10	15	20	24
吸光度 $A$	0.267	0.267	0.267	0.268	0.270	0.270

$A$  平均值 = 0.268, RSD = 0.549%, 结果表明, 水合氯醛溶液在 24h 内稳定性良好。

### 3.4 重现性实验

按“2.3”测定条件, 配制 5.00 $\mu\text{g/mL}$  的水合氯醛溶液, 并平行制备 6 份溶液和空白, 测定吸光度。结果见表 4。

表 4 重现性实验结果

序号	0	1	2	3	4	5	6
吸光度 $A$	0	0.258	0.260	0.259	0.262	0.260	0.261

$A$  平均值 = 0.260, RSD = 0.544%, 结果表明, 本方法重现性良好。

### 3.5 回收率实验

准确称取水合氯醛 40、50、60mg 各 3 份, 按照处方配比加入相应量的辅料, 用水溶解, 置于 500mL 容量瓶中, 加蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 过滤, 弃去初滤液。准确吸取续滤液各 0.5mL 置于 10mL 容量瓶中, 按“2.3”项测定含量, 计算回收率。结果见表 5。

表 5 回收率实验结果

序号	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
1	40.00	39.73	99.3
2	40.00	39.81	99.5
3	40.00	40.19	100.5
4	50.00	49.61	99.2
5	50.00	50.01	100.0
6	50.00	49.59	99.2
7	60.00	59.68	99.5
8	60.00	60.32	100.5
9	60.00	60.09	100.2

平均回收率为 99.8%, RSD= 0.540%。

### 3.6 样品含量的测定

取样品水合氯醛软胶囊(250mg/粒)3粒,去皮,分别溶解并加蒸馏水定容至250mL,然后从中准确吸取10mL至100mL容量瓶中,并加蒸馏水定容,制成100 $\mu$ g/mL样品溶液3份。各准确量取样品溶液0.5mL两份置于10mL容量瓶,按“2.3”项下配制。测定吸光度,样品含量如表6。

表 6 样品含量测定结果 (n=6)

序号	1	2	3	4	5	6
含量(mg/粒)	229.5	228.5	231.5	232.5	230.5	233.0
标示量(%)	91.8	91.4	92.6	93.0	92.2	93.2

依据实验结果,规定含量限度为90.0%—110.0%,符合药典标准<sup>[3]</sup>。

## 参考文献

- [1] 吴珏,袁士城,陈家伦等. 临床用药须知[M]. 北京: 化学工业出版社, 1995. 51—52.
- [2] Wheeler D S, Jensen R A. Etal Randomized, Blinded Comparison of Chloral Hydrate and Midazolam Sedation in Children Undergoing Echocardiography[J]. *Clinical Pediatrics*, 2001, 40(7): 381—387.
- [3] 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. 40.

## Determination of Chloral Hydrate in Soft Capsule by Quinoline Iodide Spectrophotometry

DENG Yan-Hui YE Li-Jie LIANG Yan DAI Li-Fei<sup>a</sup>

(Inspection Center, Public Health Department, Shenyang Medical College, Shenyang 110034, P. R. China)

<sup>a</sup>(Hospital of Power Administration of Northeast of China, Shenyang 110015, P. R. China)

**Abstract** A method for the determination of chloral hydrate in soft capsule by spectrophotometry was established, according to the quinoline iodide quantitative reacted with chloral hydrate in alkaline solution to produce a stable, blue cyanine dye. The good linear range of chloral hydrate concentration was 1.00—9.00 $\mu$ g/mL, and the regressive equation was  $y = 0.052x + 0.003$ ,  $r = 0.9999$  with RSD of 0.193%, yet the average recovery was 99.8% ( $n = 9$ ). The method is simple, rapid, good specificity, well reproducible, accurate and reliable.

**Key words** Quinoline Iodide; Spectrophotometry; Chloral Hydrate