

紫外-可见分光光度法测定西地碘片中碘的含量

晏敏红,王兴华(浙江众益药业有限公司,浙江 金华 321007)

摘要:目的 采用紫外-可见分光光度法测定西地碘片中碘的含量。方法 利用西地碘片中碘在 356 nm 波长处有最大吸收进行紫外-可见分光光度法测定。结果 浓度在 $12 \sim 60 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 内线性关系良好 ($r=0.9995$), 平均回收率为 99.89%, RSD 为 0.83% ($n=9$)。结论 本方法简便、准确、重复性好。适用于半成品的含量控制。

作者简介:晏敏红,女,工程师

Tel: (0579) 82376920

E-mail: minhong666@163.com

Determination of Iodine Content in CDI Tablets by UV-visible Spectrophotometry

YAN Min-hong, WANG Xing-hua (Zhejiang Zhongyi Pharmaceuticals Co., Ltd, Jinhua 321007, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE I_2 of CDI tablets were determined by uv-visible spectrophotometry. **METHODS** I_2 of CDI tablets had a maximum absorption at 356 nm by uv-visible spectrophotometry. **RESULTS** Linear relationship is in the range of 12 ~ 60 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$. The average recovery was 99.89% and RSD was 0.83%. **CONCLUSION** This method is simple, accurate and reproducible and can be used for the quality control in the process of drug production.

KEY WORDS: uv spectrophotometry; CDI tablets; I_2

西地碘系将碘与 β 环糊精(β -CD)利用分子包合技术制成碘与 β 环糊精的包合物($\text{CD}-I_2$)一分子态碘,简称西地碘。西地碘在唾液作用下迅速释放碘分子可直接氧化和卤化菌体蛋白质,对多种细菌繁殖体、真菌、芽孢、病毒等均有杀灭作用。本品在口中含化,起消毒防腐作用,少部分吸收从尿及乳汗中排出。本品为口腔、咽喉局部消毒抗感染药物。用于慢性咽喉炎、白色念珠菌感染性口炎、口腔溃疡、慢性牙龈炎、牙周炎症及糜烂型扁平苔癣等。

中国药典2005年版及WSI-(X-139)-97Z标准采用碘量法测定碘的含量,但接近终点时溶液反应迟钝,而且需长时间不断用力振摇,滴定终点难以把握,而且长期稳定性考察的样品放置时间愈长,终点反应越迟钝,不断用力振摇时间愈长。费时费力,且给检验结果带来误差。为了准确控制其含量,笔者参照文献^[1-2],利用西地碘片中碘在356 nm波长处有最大吸收进行紫外-可见分光光度法测定。结果表明本法简便、快速,可用于生产过程中产品的含量控制。

1 仪器与试剂

6010紫外-可见分光光度计(安捷伦上海分公司)、BS124 S电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司)、西地碘(自制,含碘20.0%,含少量未洗净的碘化钾)、碘(精制,药用级,自贡鸿鹤制药有限责任公司,含碘99.8%)、碘化钾:在西地碘制备过程中加入KI作为助溶剂用,使碘能充分溶解,最后将KI洗脱(药用级,自贡鸿鹤制药有限责任公司)、95%乙醇(分析纯)、50%乙醇溶液。

2 实验方法及结果

2.1 检测波长的选择

取碘(约30 mg)、西地碘0.15 g(含碘约30 mg),精密称定,分别置100 mL量瓶中,加95%乙醇50 mL振摇溶解并稀释至刻度,摇匀滤过,精密吸取续滤液8 mL,置50 mL量瓶中,加50%乙醇溶液稀释至刻度(约含碘 $48 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$),摇匀,于210 ~ 420 nm波长内扫描,结果碘、西地碘中的碘在217 nm和356 nm波长处均有最大吸收。另取碘化钾适量,精密称定,置100 mL量瓶中,加95%乙醇适量振摇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密吸取适量,加50%乙醇溶液稀释制成每mL约含6 μg 的碘化钾溶液,也于210 ~ 420 nm波长内扫描,

结果碘化钾在225.5 nm波长处有最大吸收,其余波长几乎无吸收。而在217 nm波长处碘化钾对碘、西地碘中的碘的吸收均存在干扰。故选用356 nm波长作为西地碘中的碘的测定波长。

2.2 标准曲线的绘制

取碘(约30 mg)精密称定,置100 mL量瓶中,加95%乙醇50 mL振摇溶解后,加95%乙醇稀释至刻度,摇匀滤过,取续滤液作为储备液。精密吸取储备液2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 mL,分别置50 mL量瓶中,加50%乙醇溶液稀释至刻度,即在356 nm波长处测定吸光度。求得回归方程为: $A = 0.0117C + 0.0069$ ($r = 0.9995$)。实验表明,碘液在12 ~ 60 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 浓度范围内,与A呈良好的线性关系。

2.3 稳定性试验

将西地碘片按标准曲线项下方法操作,制成含碘 $48 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的50%乙醇溶液,定容后立即于356 nm波长处测定吸光度,并间隔一定时间多次测定。结果表明,在室温条件下,溶液吸光度值在2 h内保持稳定。测定结果见表1。

表1 稳定性试验测定结果

Tab 1 Stability test determination result

时间 / min	吸光度值
0	0.564
10	0.562
20	0.563
60	0.562
90	0.563
120	0.562

2.4 空白辅料干扰试验

按西地碘片处方中除碘外的所有辅料按比例配成混合辅料,称取该混合辅料约0.92 g,置100 mL量瓶中,加95%乙醇50 mL振摇溶解并稀释至刻度,照“2.1”法操作,在356 nm波长处测定吸光度,结果在356 nm波长处几乎无吸收。实践证明辅料对碘测定无干扰。

2.5 回收率实验

按西地碘片处方中除碘外的所有辅料按比例制成空白辅料加入片剂标示量的80%, 100%, 120%的碘(24, 30, 36

mg),精密称定,与辅料混匀,置 100 mL量瓶中,加 95%乙醇 50 mL振摇溶解并稀释至刻度,摇匀滤过,取续滤液作为供试品溶液。另取碘约 30 mg,精密称定,置 100 mL量瓶中,加 95%乙醇 50 mL振摇溶解并稀释至刻度,摇匀滤过,取续滤液作为对照溶液。精密量取上述供试品溶液及对照溶液各 8 mL,置 50 mL量瓶中,加 50%乙醇溶液稀释至刻度,在室温条件下 356 nm 波长处测定吸光度,并按供试液与对照溶液吸光度比值计算回收率。测定结果见表 2。

表 2 西地碘片中碘回收率测定结果 ($n=9$)

Tab 2 I₂ of CDI tablets returns-ratios determination result($n=9$)

浓度梯度	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回 收率 /%	RSD /%
低浓度	24.12	24.18	100.25		
	24.08	24.04	99.83		
	24.26	24.08	99.26		
中浓度	30.20	30.12	99.74		
	30.28	30.04	99.21	99.89	0.83
	30.05	30.11	100.20		
高浓度	36.27	36.91	101.76		
	36.16	36.08	99.78		
	36.31	35.93	98.95		

2.6 精密度试验

取西地碘片适量(约含碘 30 mg),精密称定,置 100 mL量瓶中,按“2.5”项下自“加 95%乙醇 50 mL振摇溶解并稀释至刻度”,同法操作,按吸光度比值计算含量(方法同回收率),重复 6次,求得 RSD为 1.07%。

2.7 样品测定

取西地碘片适量(约含碘 30 mg),精密称定,置 100 mL量瓶中,按“2.5”项下自“加 95%乙醇 50 mL振摇溶解并稀释至刻度”,同法操作,按吸光度比值计算含量。共测定 5批,与碘量法测定结果比较,见表 3。

表 3 含量测定结果(标示量)(%)

Tab 3 Content detem inations result(%)

批号	本法	碘量法
041001	105.5	105.8
041002	105.2	104.8
050408	105.7	105.0
051102	104.5	104.8
051103	104.6	103.0

3 讨论

3.1 利用本法测定西地碘片中碘的含量,浓度在 12~60 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 有良好的线性关系($r=0.9995$),碘的回收率良好,平均回收率为 99.89%,RSD为 0.83%。该方法简便、准确、重复性好,与碘量法测定结果比较无显著差异。

3.2 本法溶液有颜色显示,所以在测定时,为减小误差,供试品溶液与对照溶液应平行操作。试验中所用滤纸为快速定性滤纸,并对对照溶液过滤前后的吸光度值进行了比较,结果无变化,证明过滤不产生吸附。

3.3 碘有升华性,见光不稳定,故在测定过程中采用棕色量瓶等避光方法操作,测定吸光度时应在比色皿上加盖,以防止碘升华和乙醇的挥发。

REFERENCES

- [1] Determination of Iodine in Food. FEIHUA healthy network[DB/OL]. <http://www.fh21.com.cn>
- [2] HUANG Y P. Determination of Organic Iodine Concentration in Drugs by Oxygen Flask Method and HPLC[J]. Tianjin Pharmacy (天津药学), 2001, 6: 71.
- [3] Ch. P(2005) VolIII (中国药典 2005年版·二部)[S]. 2005: 803-804.