

紫外分光光度法测定 L-抗坏血酸多聚磷酸酯中有效维生素 C 含量

张现华

(华北制药维尔康有限公司 050031)

摘要 本文建立了紫外分光光度法测定 L-抗坏血酸多聚磷酸酯中有效维生素 C 含量的方法。该方法结果准确、稳定, RSD <1%, 在线性范围内, 相关系数 R=0.9995。对于生产和质量控制具有积极的指导意义。

关键词 L-抗坏血酸多聚磷酸酯 紫外分光光度法 含量

Determination of the effective vitamin C in LAPP by UV-spectrometer

Abstract: In this paper, we build the method of effective vitamin C in LAPP by UV-spectrometer. This method consist in high precision ,good repetition of analytical results, satisfied linearity relation and reclaim rate, and can be used to provide essential data for technological innovation of LAPP.

Key Word vitamin C UV-spectrometer determination

L-抗坏血酸是畜禽类动物特别是水产动物必需的维生素营养品。由于 L-抗坏血酸本身的强还原性, 作为饲料添加剂, 其加工过程中所带来的氧化、降解损失是非常大的。L-抗坏血酸多聚磷酸酯是目前最为稳定的维生素 C 类衍生物, 由于同时含有两个活性基团- L-抗坏血酸及三聚磷酸, 在饲料行业特别是水产饲料行业具有广阔的市场前景。

L-抗坏血酸多聚磷酸酯含量的检测, 目前国际上基本是使用高效液相色谱法, 本文确立的紫外分光光度法测定 L-抗坏血酸多聚磷酸酯中有效维生素 C 含量的方法消除了杂质物质特别是游离 VC 对结果的干扰, 具有方法简单、操作简便、结果准确、重现性好等特点, 在生产和质量控制中得到广泛应用。

1. 材料与amp;方法

1.1 仪器及试剂

TU-1901 型双光束紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司), pH-3 型酸度计, 维生素 C 标准(自制), L-抗坏血酸多聚磷酸酯对照品(瑞士罗氏公司), Na_2CO_3 试剂, 现用现配, 以上试剂均为分析纯, 水为纯化水。

1.2 试验方法

准确称取供试品 1.0000g, 用 0.1mol/L 碳酸钠溶液溶解后, 定容于 100ml 棕色容量瓶中, 准确吸取样品溶液 1.00ml 于 100ml 容量瓶中, 用 0.1mol/L 碳酸钠溶液定容摇匀后放置 30min, 以 0.1mol/L 碳酸钠溶液为空白, 在 $260 \pm 3\text{nm}$ 处测定其吸光值, 根据效价系数计算其有效 VC 含量。

1.3 工作曲线的绘制

由 VC 多聚磷酸酯对照品的浓度对吸光度做曲线，当 VC 多聚磷酸酯的浓度在 2.0~3.0mg/100ml 时，相关系数 R=0.9995，此条件下相关线性很好，求得吸收系数 K。

2. 结果与讨论

2.1 吸收光谱的确立

最大吸收波长与被测溶液 pH 值关系密切，即不同的溶液 pH 值将使最大吸收波长产生紫移或红移。将一定量的样品与对照品经本实验方法处理后，经紫外分光光度法进行全波长扫描，最大吸收波长范围为 260±3nm，以此做为测定波长。

2.2 酸度的影响

由于产品 L-抗坏血酸多聚磷酸酯中含有多种辅料及杂质，在不同的溶液 pH 值范围内，杂质存在对有效 VC 含量的影响效果是不同的。对样品溶液分别配制成相同浓度，但 pH 从 1.0~14.0 不同的样品溶液，经全波长扫描。经试验优选了最佳 pH 值在 10.0~12.0，消除了检测干扰，保证了结果的准确和稳定，最佳 pH 值调节剂为 0.1mol/L 的碳酸钠溶液。

2.3 反应时间的影响

试验发现：影响 L-抗坏血酸多聚磷酸酯中有效维生素 C 含量稳定性的最关键因素是溶液的 pH 值和放置时间（表 1）。

表 1 L-抗坏血酸多聚磷酸酯中有效维生素 C 稳定性考查数据

| | | | | | | | | |
|-----------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 放置时间 min | 0 | 5 | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 | 40 |
| 有效 VC 含量% | 46.8 | 40.3 | 38.6 | 37.4 | 36.9 | 36.6 | 36.4 | 36.4 |

由上表可以看出：试验条件下放置 30min 以后，结果趋于稳定，即干扰物质的影响因素被消除，保证了检测结果的准确性。

2.4 样品中辅料和杂质对检测结果的影响

由生产工艺可知，产品 L-抗坏血酸多聚磷酸酯中除主要成份 L-抗坏血酸多聚磷酸酯外，还残存有多种未反应完全的反应原料及反应副产物，在用紫外分光光度法测定 L-抗坏血酸多聚磷酸酯中活性成份维生素 C 时，它们将对检测结果产生不同的影响。试验验证，产品中残留物质对检测结果的影响如表 2 所示。

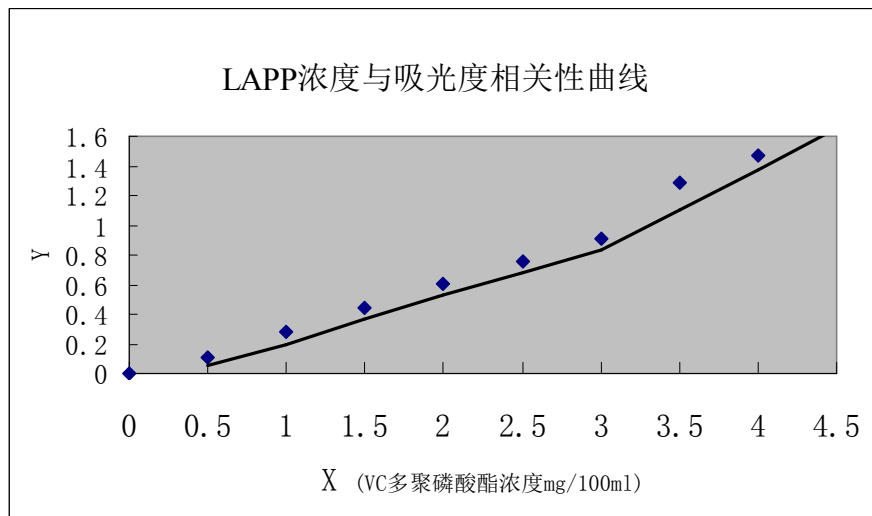
表 2 产品中残留组分对检测结果的影响分析

| 残存物质 | 产品中残存量% | 对检测结果影响 | 解决问题方法 |
|--------------------|---------|----------------------------|---------------------------------|
| 维生素 C 钠 维生素 C 钙 | <6 | 严重影响活性维生素 C 结果测定，增加溶液的混浊度。 | 调节溶液最佳 pH 值；放置时间在最佳范围内测定结果。 |
| 氢氧化钙 氢氧化钠 | <2 | 增加溶液的混浊度 | 过滤消除浑浊物，对滤渣分次洗涤，保证滤渣中有效组分的全部回收。 |
| 三偏磷酸钠及 | <2 | 经紫外波长扫描，该组分在紫外 | 不用考虑。 |

| | | | |
|-------|--|------------------------|--|
| 各种磷酸盐 | | 区内无吸收,对维生素 C 含量检测没有影响。 | |
|-------|--|------------------------|--|

2.5 线性范围的确定

由 VC 多聚磷酸酯浓度对吸光度做曲线,当 VC 多聚磷酸酯浓度低于 1.5mg/100mL 时,吸光度低于线性范围,产生负偏差。当浓度高于 3.0mg/100mL 时高于线性范围,产生正偏差。VC 多聚磷酸酯的浓度在 1.5~3.5mg/100mL 时,相关系数 R=0.9866,当 VC 多聚磷酸酯的浓度在 2.0~3.0mg/100mL 时,相关系数 R=0.9995,因此浓度在 2.0~3.0mg/100mL 时,线性相关很好,此时便可求得吸收系数 K。



2.6 回收率试验

根据产品中残留的各种组分,按一定配比填加相关各组分及 L-抗坏血酸多聚磷酸酯,测定及回收情况见表 3。

表 3 L-抗坏血酸多聚磷酸酯中有效维生素 C 测定及回收情况

| 样品批号 | 001 | 002 | 003 | 004 | 005 |
|-------|------|------|------|------|------|
| 标示量值% | 36.3 | 36.4 | 36.0 | 36.2 | 36.4 |
| 检测值% | 36.0 | 36.0 | 35.6 | 36.5 | 36.0 |
| 回收率% | 99.2 | 98.9 | 98.9 | 99.2 | 98.6 |

由表 3 数据可以看出,产品的回收率大于 98%,符合测定要求,因此本方法数据准确、真实、可靠。

2.7 准确性验证

抽取五批产品样品,经高效液相色谱检测,并与本文所确立的紫外分光光度法测定结果对比如表 4 所示。

表 4 液相法与紫外法检测结果对比

| 样品批号 | 001 | 002 | 003 | 004 | 005 |
|--------|------|------|------|------|------|
| 高效液相法% | 36.3 | 36.4 | 36.0 | 36.2 | 36.4 |
| 紫外分光法% | 36.1 | 36.2 | 36.1 | 36.2 | 36.2 |
| 相对偏差% | 0.55 | 0.85 | 0.28 | 0 | 0.55 |

从以上结果可以看出，两种检测方法绝对偏差 $<0.3\%$ ，相对偏差 $<0.9\%$ ，在仪器检测误差范围内，数据非常吻合，被检产品数据得到了国外客户的高度认同。

3、结论

采用本方法检测结果,对生产和质量控制提供了积极的帮助，产品检测数据得到了国外客户的高度认同。