

倍率减差法测定维生素E乳膏的含量

林爱琴 王志强 李海霞¹

(浙江省金华市中心医院, 金华 321000)

维生素E(以下简写“V_E”)乳膏为我院自制制剂,其主要成分为V_E,用于皮肤炎症、溃疡、皲裂、老年性角化斑等。本文应用倍率减差法消除V_E乳膏中基质的干扰,用紫外分光光度计在284 nm、278 nm处不经分离直接测定V_E的含量、方法简便,结果满意。

公式: $\Delta A = KA_{284}^b - A_{278}^b = (KE_{284}^b - E_{278}^b) C_b \cdot L$, 即 $\Delta A \propto C_b^{[1]}$

1 仪器与试剂

UV 260紫外分光光度计(岛津); 752-C型紫外分光光度计(上海第三分析仪器厂); V_E标准品(中国生物制品检定所); V_E原料(浙江新昌制药厂); 无水乙醇, AR(安徽特级酒精总厂); 乳膏基质2号(由本院制剂室依“浙医规范”自制)。

2 试液制备

2.1 V_E标准溶液的制备 精密称取V_E标准品0.1560 g, 置100 ml棕色容量瓶中,用无水乙醇溶解并稀释到刻度,摇匀备用。

2.2 基质溶液的制备 依照处方比例制成霜剂基质,再精称基质4.6473 g于250 ml锥形瓶中,加无水乙醇100 ml,微温使基质溶解,猛力振摇10 min,静置,冷却至室温,过滤,取滤液备用。

3 测定

3.1 测定波长的选择 依处方比例,取上述V_E标准溶液及基质溶液适量,用无水乙醇定量稀释,在220~360 nm波长范围内,以无水乙醇为空白进行光谱扫描,选择V_E最大吸收波长284 nm为 λ_2 ,肩峰278 nm为 λ_1 。

3.2 K值的测定 取基质溶液适量于25 ml容量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,以无水乙醇为空白,在284 nm、278 nm处测定吸收度A₂₈₄、

A₂₇₈, 以 $K = \frac{A_{278}}{A_{284}}$ 计算K值为271(n=5)

则: $\Delta A = KA_{284} - A_{278} = 2.71A_{284} - A_{278}$

3.3 标准曲线的制备 精密吸取V_E标准溶液1.2、1.4、1.6、1.8、2.0 ml, 分别置于25 ml容量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,以无水乙醇作空白,分别在284 nm、278 nm处测定吸收值,根据 $\Delta A = 2.71A_{284} - A_{278}$ 计算 ΔA 值,以 ΔA 为x,浓度C为y,得回归方程为:

$$y = 12.5071x + 0.09581, r = 0.9999$$

结果表明, V_E在74.88 $\mu\text{g/ml}$ ~124.8 $\mu\text{g/ml}$ 浓度范围内呈现良好的线性关系。

3.4 回收率试验 依处方比例,精密吸取V_E标准液及基质溶液适量于25 ml容量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,以无水乙醇作空白,分别在284 nm、278 nm处测吸收值,计算 ΔA ,并根据回归方程计算V_E的回收率。结果见表1。

表1 回收率试验(n=3)

编号	加入量 ($\mu\text{g/ml}$)	测得量 ($\mu\text{g/ml}$)	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	CV (%)
1	74.88	74.01	98.8	99.3	1.11
2	87.36	88.42	101.2		
3	93.66	91.76	98.0		
4	99.84	98.42	98.6		
5	112.32	111.91	99.6		
6	124.8	123.92	99.3		

3.5 稳定性试验

3.5.1 V_E的无水乙醇溶液在284 nm、278 nm处立即测定与此溶液在无阳光直射下放置8 h后测定,其结果一致。

3.5.2 V_E的无水乙醇溶液在284 nm、278 nm处

¹ 浙江省卫校实习生

立即测定与此溶液在微温(40°C)后冷却至室温立即测定,其结果一致。

3.6 样品的含量测定 精密称取样品适量(约相当于 V_E 50 mg),加无水乙醇100 ml,微温使其溶解,猛力振摇10 min,冷却至室温,过滤,精密量取滤液适量于25 ml容量瓶中,依“回收率试验”项下操作,自“加无水乙醇……”起,结果见表2。

表2 样品的含量测定($n = 3$)

批号	标示量 (ug/ml)	实测量 (ug/ml)	相当于标 示量 (%)
941020	98.265	99.312	101.1
941025	99.545	97.898	98.3
941103	108.655	106.923	98.4
941118	95.486	95.473	99.99
941128	91.342	90.806	99.4

4 讨论

4.1 中国药典九〇版用气相色谱法测定 V_E 原料及其片剂、胶囊、注射剂含量^[3]。若用气相色谱法

测 V_E 乳膏中 V_E 含量,需经分离,操作繁琐。而本法不经分离直接测定,且重现性好,结果满意,适合于医院制剂的含量测定。

4.2 最近有报道用三波长分光光度法测定 V_E 霜剂的含量^[3],但彼法波长选择较困难,而本法用 V_E 最大吸收峰及肩峰波长作为测定波长,简单可行。

4.3 本法样品测定取样量较大(约5 g),从而能减少乳膏制备中搅拌不匀而导致的误差。

4.4 本法只适用于“浙医规范”中2号基质制成的 V_E 乳膏,若基质组成与本制剂不一致,则需重新实验测定。

参 考 文 献

- 1 于如瑕. 分析化学. 北京:人民卫生出版社, 86年2版, 66~67页。
- 2 中国药典. 90版二部. 648~650.
- 3 张云,施明德,孔翎. 三波长分光光度法测定防裂霜中维生素E含量. 中国医院药学杂志, 1994, 14(10):454