

一阶导数光谱法测定维甲酸凝胶的含量

王雪明,陆维艾,魏荣(解放军309医院药剂科,北京100091)

摘要:目的 建立维甲酸凝胶的质控方法。方法 采用一阶导数光谱法在378nm处测定维甲酸的含量。结果 维甲酸的平均回收率为100.37%。结论 所建立的方法适用于维甲酸凝胶剂的含量测定。

关键词:维甲酸;凝胶剂;一阶导数光谱法

中图分类号:R917.102

文献标识码:B

文章编号:1007-7693(2003)01-0045-02

Determination of tretinoin in gel by the first derivative spectrophotometry

WANG Xue-ming, LU Wei-ai, WEI Rong(Department of Pharmacy, 309 Hospital, PLA Beijing 100091)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method of tretinoin quality controlling. **METHOD** Tretinoin was determined by the first derivative spectrophotometry at 378nm. **RESULTS** The average recovery of tretinoin was 100.37%. **CONCLUSION** The established method is suitable for the determination of tretinoin gel.

KEY WORDS: tretinoin; gel; the first derivative spectrophotometry

维甲酸凝胶临床上应用于治疗痤疮有较好的疗效。据文献报道^[1],维甲酸的含量测定采用紫外分光光度法。由于凝胶中辅加成分存在干扰,用紫外法测定维甲酸有误差。本实验采用一阶导数分光光度法测定维甲酸含量^[2,3],方法简便,快速,结果较准确。

1 仪器与试剂

HP-8452A紫外分光光度计(美国),维甲酸,维甲酸对照品(重庆邦力生化技术有限公司,对照品含量为99.6%), β -环糊精(上海化学试剂采购供应站),卡泊姆(上海人民制药厂),乙醇,异丙醇,盐酸均为分析纯,其他辅料均为药用规格。

2 方法与结果

2.1 处方

维甲酸 25mg, β -环糊精适量,卡泊姆 1g,乙醇 20mL,甘油 10mL,三乙醇胺 1.5g,聚山梨酯-80 1.0g,蒸馏水加至 100g。

2.2 含量测定

2.2.1 光谱图绘制 取维甲酸对照品适量,精密称定,用酸性异丙醇($0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸液 1mL加到异丙醇中,使成 1000mL)溶解并稀释成 $4\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ (测零阶光谱)及 $8\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ (测一阶导数光谱)为对照液。另按处方比例配制未加维甲酸的空白基质,取适量分次用酸性异丙醇提取并稀释成与上述对照液相应的浓度,过滤。取续滤液作辅料液。以酸性异丙醇为空白,绘制 250~500nm 波长间的零阶和一阶导数光谱图。由图可见其他组分对维甲酸的紫外吸收有一定干扰。维甲酸的一阶导数光谱在 378nm 波长处有一明显波谷峰,在此波长处,其他组分的一阶导数光谱与基线基本重合。因此,选择谷零法,以 378nm 处的振幅值 D 作为定量依据。

2.2.2 标准曲线绘制 精密称取 105℃干燥至恒重的维甲酸对照品 20mg,用酸性异丙醇溶解并稀释成 $200\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的溶液,精密量取此液 0.25, 0.5, 1.0, 1.50, 2.0, 2.5mL

于 50 mL 量瓶中,加酸性异丙醇至刻度,摇匀。在 250 ~ 500 nm 波长范围内绘制一阶导数光谱,以谷零法测 378 nm 处的 D 值,求得回归方程为 $C = 323.06 D + 0.0196$ $r = 0.999$ 2,线性范围 1 ~ 10 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}$ 。

2.2.3 回收率测定:精密取标准曲线下的维甲酸溶液 1.0, 1.5, 2.0 mL 各 3 份,置 50 mL 量瓶中,加入处方量的基质滤液,用酸性异丙醇定容,摇匀。分别绘制一阶导数光谱,测定 378 nm 处的 D 值,按回归方程计算浓度。平均回收率为 100.37%, RSD 为 0.97%。见表 1。

表 1 维甲酸回收率测定结果($n = 3$)

Tab 1 The result of tretinoin recovery ($n = 3$)

编号	投入量 ($\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	测得量 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	2.00	2.02	101.01		
2	4.00	3.97	99.26	100.37	0.97
3	6.00	6.05	100.86		

2.2.4 样品测定:精密称取样品 1 g 置 40 mL 烧杯中,加入适量酸性异丙醇搅拌使溶解,并转移至 50 mL 量瓶中,同法操作三次,并用酸性异丙醇稀释至刻度,摇匀。过滤,取续滤液按回收率方法测定。共测三批样品,其含量分别为标示量的 96.03%, 98.88%, 103.34%。见表 2。

表 2 样品含量测定结果($n = 3$)

Tab 2 Determination result of samples ($n = 3$)

批号	相当于标示量(%)	RSD(%)
000603	96.03	0.65
000606	98.88	0.48
000625	103.34	0.42

3 讨论

3.1 维甲酸易受光空气、酸碱性和氧化剂等的影响,为了增加药物的稳定性,先将维甲酸用环糊精用研和法将其包合起来制成环糊精包合物,再制成凝胶剂,从而提高了维甲酸的稳定性。

3.2 用酸性异丙醇为溶媒提取维甲酸时,应注意提取完全,避免损失。

3.3 维甲酸对光敏感,测定时应使用棕色容量瓶,并注意避光操作。

3.4 本法操作简便、快速,可用于医院质量控制。

参考文献

- [1] 庄志铨,李国锋,石兴华.维甲酸环糊精包合物乳膏的研制[J].中国医院药学杂志,1995,15(8):362.
- [2] 梁希月,杨向红,李仁秋.卡波姆基质牙周炎缓释凝胶的研制与质量控制[J].中国药房,1999,10(5):210.
- [3] 刘忠,陈冠容.甲硝唑凝胶的一阶导数光谱法测定[J].中国医院药学杂志,1997,17(4):167.

收稿日期:2001-07-10