

高效液相色谱法测定复方维胺酯维 E 乳膏中维生素 E 的含量

郑国钢¹, 王一微² (1. 浙江省药品检验所, 浙江 杭州 310004; 2. 台州医药有限公司, 浙江 台州 318000)

摘要:目的 采用 HPLC 测定复方维胺酯维 E 乳膏中维生素 E 的含量。方法 以 Symmetry C₁₈ 为分析柱, 甲醇为流动相, 检测波长为 285 nm。结果 平均回收率分别为 99.8 %。结论 方法简便, 结果准确, 可用于该制剂质量控制。

关键词: 维胺酯; 维生素 E; 高效液相色谱法

中图分类号: R286; R917.01 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2004)04-0321-02

Determination of vitamin E in compound viamine and vitamin E cream

ZHENG Guo gang¹, WANG Yi wei² (1. Zhengjiang Institute for Drug Control, Hangzhou 310004, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for the determination of vitamin E in compound viamine and vitamin E cream by HPLC. **METHOD** The Symmetry C₁₈ column was used. The mobile phase was methanol. The detection wavelength was set at 285 nm. **RESULTS** The average recovery was 99.82 %. **CONCLUSION** Results obtained showed that it's a reliable and accurate method for the quality control of compound viamine and vitamin E cream.

KEY WORDS: viamine and vitamin E cream; vitamin E; HPLC

复方维胺酯维 E 乳膏用于痤疮, 颜面播散性粟粒狼疮, 毛发红糠疹, 毛囊角化症等皮肤病。原地方标准采用紫外对照品法测定维胺酯的含量, 而对维生素 E 不进行质量控制^[1,2]。本实验建立高效液相色谱法测定维生素 E 的含量, 方法简便、快速、专属性强。

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱仪, Waters486 检测器。复方维胺酯维 E 乳膏(慈溪制药厂 批号: 981201, 990210, 990211; 重庆华邦制药有限公司批号: 990602, 990603); 维胺酯对照品(纯度大于 99.5 %, 重庆华邦制药有限公司), 维生素 E 对照品(中国药品生物制品检定所)。甲醇为色谱纯。

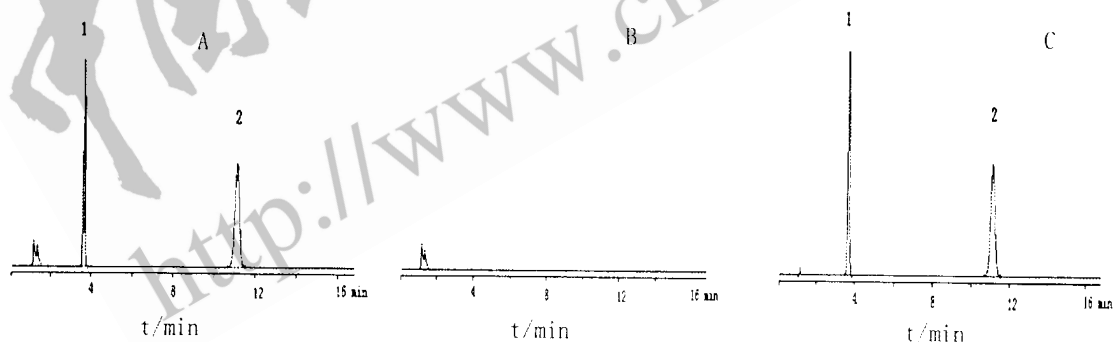


图 1 HPLC 色谱图

Fig 1 HPLC chromatograms

A. 样品; B 空白样品; C. 对照品; 1. 维胺酯; 2. 维生素 E

A. sample; B blank; C. chemical reference substance; 1. viamine; 2. vitamin E

基金项目: 国家药典会地标升国标课题

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Symmetry C₁₈(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇; 流速: 1.0 mL/min; 检测波长 285 nm。样品、对照品、空白样品色谱图见图 1。

2.2 线性关系

分别精密称取维生素 E 对照品约 53.2 mg, 加无水乙醇溶解并稀释至 10 mL 的量瓶中, 作为对照品贮备液。分别取对照品贮备液 0.2、0.6、9.0、1.0、1.6、2.0、2.4 mL, 置 10 mL 的量瓶中, 同法定容。按“2.1”项下, 分别进样 10 μL 进行测定, 记录色谱峰, 以浓度 C (mg/mL) 对峰面积 A 进行线性回归, 得线性方程: $A = 3\,101\,509\,C + 2\,828$, $r = 1.0$ 。结果表明维生素 E 在 0.11 ~ 1.28 mg/mL 内线性关系良好。

2.3 精密度与最低检出限

取本品一批(批号: 981201), 于同 1 d 内及不同日内分别测定 5 次, 结果维生素 E 的日内 RSD 为 1.0%, 日间 RSD 为 1.3%。

在该液相色谱分离条件下, 当 S/N 大于 3 时维生素 E 最低检出限为 10 ng。

2.4 回收率试验

按处方配比, 精密称取维生素 E 对照品及其他辅料制成模拟乳膏, 加无水溶解并制成每 1 mL 约含维生素 E 0.4、0.50、0.60 mg 的溶液各 3 份, 照“2.1”项下测定, 结果平均回收率为: 99.8%, RSD = 1.1% ($n = 9$)。

2.5 样品测定

避光操作, 精密称取本品适量(约相当于维生素 E 10 mg), 置 20 mL 量瓶中, 加无水乙醇适量, 超声 10 min 使溶解后稀释至刻度, 摇匀, 滤过。取续滤液作为供试品溶液。另精密称取维生素 E 对照品同法稀释作为对照品溶液, 取上

述两种溶液, 按“2.1”项下测定, 以外标法按峰面积计算含量, 结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果(标示量, $n = 2$)

Tab 1 The contents of viaminat and vitamin E in the samples (labelled amount %, $n = 2$)

批号	维胺酯(%)	维生素 E(%)
981201	92.0	93.5
990210	103.4	94.0
990211	90.9	89.4
990602	111.3	90.5
990603	115.0	92.4

3 讨论

3.1 空白辅料试验

取处方量的辅料, 同样品一样操作测定, 结果在主药色谱峰处未见色谱峰, 说明辅料对检测无干扰。

3.2 测定波长的选择

分别以流动相为溶剂, 在 400 ~ 200 nm 波长内扫描, 维生素 E 为 285 nm, 故测定波长选为 285 nm。

3.3 因维胺酯对照品极不稳定, 保存困难。故质量标准中没采用 HPLC 测定维胺酯的含量, 采用紫外分光光度 E 值法测定。经对维胺酯对照品高低两浓度, 五台不同仪器(岛津 UV-2201、岛津 UV-265、通用 TU-1201、通用 TU-1901、PE LAMBDA15) E 测定, 结果为 1253 (RSD % = 1.0, $n = 20$)。含量测定结果见表 1。

参考文献

[1] 浙江省药品标准[S]. DB 33/WS-1172-95. 维胺酯乳膏.
[2] 重庆市卫生局. 关于执行维胺酯乳膏(痤疮王)修订后的质量标准的批复[S]. 渝卫药(1999)62 号.