

HPLC 测定维生素 E 乳膏中维生素 E 的含量

崔岩峥, 任睽睽, 陈志刚(北京积水潭医院药剂科, 北京 100035)

摘要: 目的 建立测定维生素 E 乳膏中维生素 E 含量的方法。方法 采用 ODS-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm), 甲醇为流动相, 流速 1 mL·min⁻¹, 检测波长: 285 nm。结果 维生素 E 在浓度 0.100 4~1.004 mg·mL⁻¹ 内与峰面积具有良好的线性关系, 平均回收率为 99.09%, RSD=0.66%。结论 本法简便、快速、准确。

关键词: 维生素乳膏; 维生素 E; 医院制剂; 高效液相色谱法

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)13-1217-02

Determination of Vitamin E in Vitamin E Cream by HPLC

CUI Yanzheng, REN Kuikui, CHEN Zhigang(Beijing Jishuitan Hospital, Beijing 100035, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for the determination of vitamin E in vitamin E cream. **METHODS** An ODS-C₁₈ column(4.6 mm×250 mm, 5 μm) was used, the mobile phase was methanol and the detection wavelength was 285 nm.

RESULTS The linear correlation was good in the range of 0.100 4~1.004 mg·mL⁻¹. The average recovery was 99.09% with RSD=0.66%. **CONCLUSION** The method is simple, rapid and accurate.

KEY WORDS: vitamin E cream; vitamin E; hospital preparation; HPLC

维生素 E 是机体维持正常代谢和机能必需的脂溶性维生素, 维生素 E 乳膏是我院自制制剂, 主要用于皮肤干燥, 护养皮肤。该制剂的主要成分为维生素 E, 现有报道的测定的方法有一阶导数光谱法^[1]、二阶导数光谱法^[2]、气相色谱法^[3]及 HPLC^[4-6]等。为了满足我院制剂检验工作的需要, 逐步提高医院制剂检验的整体水平, 满足《医疗机构制剂注册管理办法》中相关规定和要求, 进行本试验。本试验结合我院的实际情况, 在保证制剂检验快速准确的条件下, 采用 HPLC 测定维生素 E 乳剂中维生素 E 的含量, 本方法操作简单、准确, 具有良好的重现性, 为该制剂的质量控制提供参考依据。

1 仪器和试剂

岛津高效液相色谱仪(SPD-10Avp 检测器、岛津 LC-10ATvp 泵、Class-VP 色谱数据工作站); XS105 型电子分析天平(梅特勒-托利多仪器有限公司); TDZ5-WS 多管架自动平衡离心机(长沙湘仪离心机仪器有限公司)。维生素 E 标准品(中国药品生物制品检定所, 含量: 98%, 批号: 100062-200608); 维生素 E 乳膏(医院自制制剂; 批号: 20080304, 20080527, 20080616, 20080617, 20080618); 甲醇(天津四友, 色谱纯), 纯化水。

2 方法和结果

2.1 色谱条件^[4]

Agilent ODS-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相为甲醇, 流速 1 mL·min⁻¹; 柱温: 室温; 检测波长为 285 nm; 进样量 20 μL。

2.2 标准储备溶液的制备

精密称取维生素 E 对照品 100 mg, 置 50 mL 量瓶中, 甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为储备液。

2.3 对照品溶液的制备

精密取标准储备溶液 2 mL, 置 10 mL 量瓶中, 甲醇稀释至刻度, 摇匀。

2.4 供试品溶液的制备

精密称取本品 0.5 g, 置 20 mL 具塞试管中, 加入 5 mL 甲醇, 80 ℃水浴中溶解, 置于冰箱中 10 min, 3 500 r·min⁻¹ 离心 10 min, 取上清液置于 25 mL 量瓶中, 沉淀加入甲醇同法提取 3 次, 合并提取液, 用甲醇定容, 过 0.45 μm 微孔滤膜, 取续滤液作为供试品溶液。

2.5 空白溶液的制备

取按工艺制备的除维生素 E 外的所有成分辅料适量, 按“2.4”项下方法制成空白溶液。

2.6 色谱条件及系统适用性试验

精密吸取对照品溶液、供试品溶液、空白溶

作者简介: 崔岩峥, 男, 药师 Tel: (010)58516857 E-mail: cuiyanzheng_2001@163.com

液各 20 μL ，分别注入液相色谱仪，按照“2.1”项下色谱条件进行测定。由色谱图可知，辅料不干扰含量的测定。保留时间约为 13.5 min，结果见图 1。

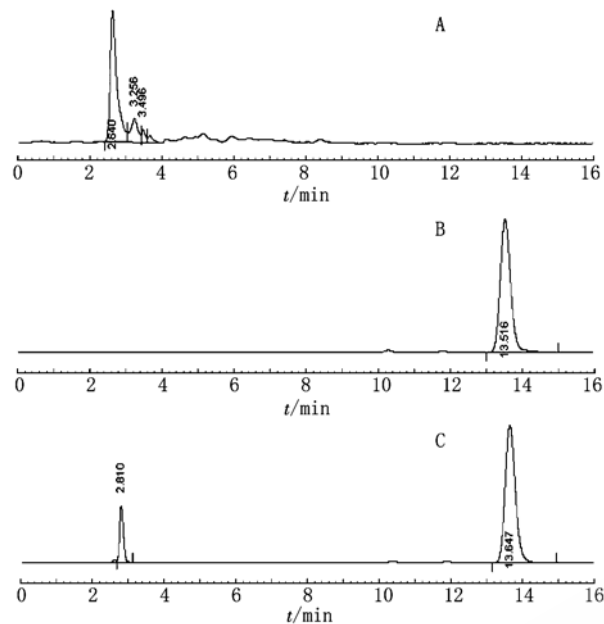


图 1 HPLC 色谱图
A-空白阴性；B-VitE 对照品；C-VitE 样品

2.7 线性关系考察

精密量取储备液 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 mL 分别置 10 mL 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，分别吸取 20 μL ，注入液相色谱仪，记录色谱图，以其峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，进行线性回归。 $Y=5\,000\,000X-8\,904.2$ ， $r=0.999\,6$ ，维生素 E 在 0.100 4~1.004 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 内与峰面积呈良好的线性关系。

2.8 稳定性试验

取供试品溶液，在室温条件下放置，于 0, 2, 4, 8 h 分别取样 20 μL 注入液相色谱仪，记录色谱图，计算 $\text{RSD}=1.28\%$ ，表明供试品在 8 h 内稳定。

2.9 仪器精密度

取浓度为 0.403 2 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 对照品溶液，过 0.45 μm 微孔滤膜，取续滤液，连续进样 5 次，峰面积 $\text{RSD}=0.25\%$ ，表明仪器精密度良好。

2.10 重复性试验

取样品 5 份，按“2.4”项下方法处理，进样测定，结果样品含量 RSD 为 1.74%，表明本方法重复性良好。

2.11 回收率试验

采用加样回收法，精密称取已知维生素 E 含量的同一批号的样品 (批号：20080617)，按高、

中、低浓度精密加入一定量的维生素 E 对照品溶液，按“2.4”项下方法制备，取上述溶液各 20 μL ，注入液相色谱仪，在“2.1”色谱条件下进行测定，结果见表 1，平均回收率为 99.09%， $\text{RSD}=0.66\%$ 。

表 1 维生素 E 的加样回收率试验结果($n=6$)

原含量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%
9.91	8.03	17.93	99.88
9.94	8.03	17.96	99.88
9.90	10.04	19.81	98.7
9.97	10.04	19.92	99.1
9.54	12.05	21.40	98.42
9.88	12.05	21.76	98.58

2.12 样品测定

精密称取本品 0.5 g，按“2.4”项下方法处理，进样测定，按外标法以峰面积计算含量。结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果

批号	含量/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$
20080304	18.2
20080527	19.9
20080616	19.2
20080617	20.8
20080618	19.3

3 讨论

对参考文献中维生素 E 的提取方法进行比较，超声提取效率稍低；而采用加热溶解后冰浴处理的方法，虽然可以除去该制剂中的基质的干扰，减少对色谱柱的污染，但是维生素 E 乳膏本身体积对定容准确有一定的影响，从而影响检测的准确度。本试验提取方法不但减少了基质对色谱柱的污染，保证了定容的准确性，减少过滤过程中滤纸吸附可能对含量测定的影响。

我院已经采用该方法作为维生素 E 乳膏的含量检测方法，经过近半年时间的应用，该方法确实体现出方法简便、快速、准确、重复性好等优点。

参考文献

[1] 庄志铨, 陈志良, 李国峰. 维生素 E 霜的含量测定[J]. 中国医院药学杂志, 1996, 16(9): 415-417.
[2] 陈雅, 陈钧, 何凤慈. 二阶导数光谱法测定维生素 E 乳膏含量[J]. 中国医院药学杂志, 2003, 23(1): 49-50.
[3] 中国药典 2005 年版. 二部[S]. 2005: 674.
[4] 熊全美, 张焱, 陈庆华. HPLC 法检测维生素 E(微囊)制剂的含量及稳定性[J]. 中国医药工业杂志, 1994, 25(9): 401-403.
[5] 候新. 维生素 E 霜的含量测定[J]. 中国临床药学杂志, 1999, 8(6): 375-376.
[6] 陈琳. 反相高效液相色谱法测定维生素 E 霜中维生素 E 的含量[J]. 中国药业, 2004, 13(3): 49.

收稿日期: 2009-10-12