

药物分析之西药分析维生素A测定法 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/18/2021_2022__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_18190.htm 本法是用分光光度法测定维生素A在特定波长处的吸收度来计算其含量，以单位表示，每单位相当于全反式维生素A醋酸酯0.344 μg 或全反式维生素A醇0.300 μg 。由于维生素A制剂中含有稀释用油和维生素A原料药中混有其他杂质，所测得的吸收度不是维生素A独有的吸收。在以下规定的条件下，非维生素A物质的无关吸收所引入的误差可以用校正公式校正，以便得到正确结果。校正公式系采用三点法，除其中一点是在吸收峰波长处测得外，其他两点分别在吸收峰两侧的波长处测定，因此仪器波长若不够准确时，即会有较大误差，故在测定前，应校正仪器波长。测定应在半暗室中尽速进行。合成维生素A和天然鱼肝油中的维生素A是酯式维生素A。如供试品中干扰测定的杂质较少，能符合下列第一法测定的规定时，可直接用溶剂溶解供试品后测定；否则应按第二法，经皂化提取，除去干扰后测定。第一法 取供试品适量，精密称定，加环己烷溶解并定量稀释制成每1ml中含9~15单位的溶液，照分光光度法（附录 A），测定其吸收峰的波长，并在下列各波长处测定吸收度，计算各吸收度与波长328nm处吸收度的比值和波长328nm处的E1% 1cm值。

波长, nm	吸收度比值
300	0.555
340	0.811
316	0.907
360	0.299
328	1.000

如果吸收峰波长在326~329nm之间，且所测得各波长吸收度比值不超过上表中规定的 ± 0.02 ，可用下式计算含量：每1g供试品中含有的维生素A的单位 = $E1\% 1\text{cm}(328\text{nm}) \times 1900$ 如果吸收

峰波长在326 ~ 329nm之间，但所测得的各波长吸收度比值超过表中规定值的 ± 0.02 ，应按下式求出校正后的吸收度，然后再计算含量。 $A(\text{校正}) = 3.52(2A - A - A)$ 如果校正吸收度与未校正吸收度相差不超过 $\pm 3.0\%$ ，则不用校正吸收度，仍以未经校正的吸收度计算含量。如果校正吸收度与未校正吸收度相差在 -15% 至 -3% 之间，则以校正吸收度计算含量。如果校正吸收度超过未校正吸收度的 -15% 或 3% ，或者吸收峰波长不在326 ~ 329nm之间，则供试品须按下述第二法测定。第二法精密称取供试品适量(约相当于维生素A总量500单位以上，重量不多于2g)，置皂化瓶中，加乙醇30ml与50% (g/g) 氢氧化钾溶液3ml，置水浴中煮沸回流30分钟，冷却后，自冷凝管顶端加水10ml冲洗冷凝管内部，将皂化液移至分液漏斗中(分液漏斗活塞涂以甘油淀粉润滑剂)，皂化瓶用水60 ~ 100ml分数次洗涤，洗液并入分液漏斗中，用不含过氧化物的乙醚振摇提取4次，每次振摇约5分钟，第一次60ml，以后各次40ml，合并乙醚液，用水洗涤数次，每次约100ml，洗涤应缓缓旋动，避免乳化，直至水层遇酚酞指示液不再显红色，乙醚液用铺有脱脂棉与无水硫酸钠的滤器滤过，滤器用乙醚洗涤，洗液与乙醚液合并，放入250ml量瓶中，用乙醚稀释至刻度，摇匀；精密量取适量，置蒸发皿内，在水浴上低温蒸发至5ml后，置减压干燥器中，抽干，迅速加异丙醇溶解并定量稀释制成每1ml中含维生素A9 ~ 15单位，照分光光度法(附录 A)，在300、310、325与334nm四个波长处测定吸收度，并测定吸收峰的波长。吸收峰的波长应在323 ~ 327nm之间，且300nm波长处的吸收度与325nm波长处的吸收度的比值应不超过0.73，按下式计算校正吸收度。 $A(\text{校正}) = 6.815A - 2.555A$

- 4.260A 每1g供试品中含有的维生素A的单位 = $E_{1\%}^{1\text{cm}}(325\text{nm}, \text{校正}) \times 1830$ 如果校正吸收度在未校正吸收度的 $\pm 3\%$ 以内,则仍以未经校正的吸收度计算含量。如果吸收峰的波长不在323 ~ 327nm之间,或300nm波长处的吸收度与325nm波长处的吸收度的比值超过0.73,则应自上述皂化后的乙醚提取液250ml中,另精密量取适量(相当于维生素A300 ~ 400单位),减压蒸去乙醚至约剩5ml,再在氮气流下吹干,立即精密加入甲醇3ml,溶解后,精密量取500 μl ,注入维生素D测定法(附录 K)第二法项下的净化用色谱柱系统,准确收集含有维生素A的流出液,在氮气流下吹干,而后照上述方法自“迅速加异丙醇溶解”起,依法操作并计算含量。【附注】(1)甘油淀粉润滑剂取甘油22g,加入可溶性淀粉9g,加热至140,保持30分钟并不断搅拌,放冷,即得。(2)不含过氧化物的乙醚照麻醉乙醚项下的过氧化物检查,如不合于规定,可用5%硫代硫酸钠溶液振摇,静置,分取乙醚层,再用水振摇洗涤1次,重蒸,弃去首尾5%部分,馏出的乙醚再检查过氧化物,应符合规定。100Test 下载频道开通,各类考试题目直接下载。详细请访问 www.100test.com