

药物分析之西药分析维生素D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_18197.htm 本法系用高效液相色谱法(附录 D)测定维生素D(包括维生素D和D,下同)及其制剂、维生素AD制剂或鱼肝油中所含维生素D及前维生素D经折算成维生素D的总量，以单位表示，每单位相当于维生素D0.025 μg。测定应在半暗室中及避免氧化的情况下进行。无维生素A醇及其他杂质干扰的供试品可用第一法测定，否则应按第二法处理后测定；如果按第二法处理后，前维生素D峰仍受杂质干扰，仅有维生素D峰可以分离时，则应按第三法测定。第一法对照品贮备溶液的制备 根据各制剂中所含维生素D的成分,精密称取相应的维生素D或D对照品25mg,置100ml棕色量瓶中，加异辛烷80ml，避免加热，用超声处理助溶1分钟使完全溶解，加异辛烷至刻度，摇匀，充氮密塞，避光，0℃以下保存。测定维生素D时，应另取维生素D对照品25mg，同法制成维生素D对照品贮备溶液，供系统适用性试验用。内标溶液的制备 称取邻苯二甲酸二甲酯25mg，置25ml量瓶中，加正己烷至刻度，摇匀。色谱条件与系统适用性试验 用硅胶为填充剂，正己烷 - 正戊醇（997 : 3）为流动相，检测波长为254nm。量取维生素D对照品贮备溶液5ml，置具塞玻璃容器中，通氮后密塞，置90℃水浴中加热1小时，取出迅速冷却，加正己烷5ml，摇匀，置1cm具塞石英吸收池中，在2支8W主波长分别为254和365nm的紫外光灯下，将石英吸收池斜放成45°，并距灯管5~6cm,照射5分钟,使溶液中含有前维生素D、反式维生素D、维生素D和速甾醇D；取此

溶液注入液相色谱仪，测定维生素D的峰值，先后进样5次，相对标准偏差应不大于2.0%；前维生素D(与维生素D的比保留时间约为0.5)与反式维生素D(与维生素D的比保留时间约为0.6)以及维生素D与速甾醇D(与维生素D的比保留时间约为1.1)的峰分离度均应大于1.0。校正因子测定 精密量取对照品贮备溶液和内标溶液各5ml,置50ml量瓶中，加正己烷至刻度，摇匀；取一定量注入液相色谱仪，计算维生素D的校正因子f。另精密量取对照品贮备溶液5ml置50ml量瓶中，加入2,6 - 二叔丁基对甲酚结晶1粒,通氮排除空气后，密塞，置90℃水浴中加热1.5小时，取出迅速冷却至室温，精密加内标溶液5ml，加正己烷至刻度，摇匀；取一定量注入液相色谱仪，计算前维生素D折算成维生素D的校正因子f。 $f = (A_m - fmA) / Am$ 式中 A为内标的峰值； m为加入对照品的量； f为维生素D的校正因子； m为加入内标物质的量； A为维生素D的峰值； A为前维生素D的峰值。 含量测定 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