

导数光谱法测定石杉碱甲片中的石杉碱甲的含量

郑力行 王以俭 周洁¹(上海 200032 上海医科大学仪器分析中心; ¹上海第一人民医院药剂科)

摘要 采用一阶导数紫外光谱法中的峰-零法测定石杉碱甲片(双益平)中石杉碱的含量,测定波长为 318nm。三组不同量样品的平均回收率为 98.25%,平均 RSD 为 2.4%(样品总数 $n=30$)。测定方法简便准确。

关键词 石杉碱甲;一阶导数光谱法;峰-零法

Determination of the content of Huperizini-A in tabellae huperizinz-A by the first-derivative spectrophotometry

Zheng Lixing (Zheng LX), Wang Yijian (Wang YJ), Zhou Jie (Zhou J) (Shanghai Medical University, Department of Instrumental Analysis Centre, Shanghai 200032)

ABSTRACT A first derivative UV-spectrophotometric method was successfully used by peak-zero method for the determination of Huperizini-A in tabellae huperizinz-A, the wave length of determination was 318nm. The average recovery of three groups was 98.25%, the average RSD was 2.4% ($n=30$). The method is simple and accurate.

KEY WORDS first derivative UV-spectrophotometry, Peak-zero method, Huperizini-A

石杉碱甲从天然植物千层塔中提取,可明显提高脑内乙酰胆碱水平,有明显促进学习、记忆过程,现正在研究其人工合成^[1]。石杉碱甲片(双益平)中每片仅

含石杉碱甲 0.05mg,对老年良性衰老健忘症和阿尔采末病症有良好疗效^[2]。部颁质量标准含量测定法为:取本品 20 片,置 10ml 具塞试管中,精密加入盐酸液(0.

0.1mol/L) 10ml, 振摇溶解, 用垂熔玻璃漏斗滤过, 精密量取滤液 8ml, 加氢氧化钠液和氯仿, 用氯仿提取 3 次, 每次 10ml, 合并提取液, 在 45℃ 以下的水浴中减压蒸干, 精密加入无水乙醇 10ml, 照分光光度法, 在 313nm 的波长处测定吸收值, 按 $C_{15}H_{18}N_2O$ 的百分吸收系数为 331 计算, 即得^[3]。此法操作复杂费时, 部颁质量标准含量均匀度测定法为: 取本品 1 片置 10ml 具塞试管中, 精密加入盐酸液 (0.01mol/L) 6.0ml, 振摇溶解, 用微孔薄膜 (0.8 μ) 滤过, 取续滤液, 照分光光度法, 在 305 \pm 2nm 的波长处测定吸收度。因含量不能从吸收度中获得, 所以用均值法而不采用标示量法, 即每片的吸收度与 10 片的平均吸收度相比较, 其差异大于 $\pm 15\%$ 的不得多于 1 片, 并不得超过 20%。本法利用部颁含量均匀度标准中的提取方法, 结合一阶导数紫外光谱法后可准确测定每片含量, 结果准确, 且操作简便, 并可用标示量法作为含量均匀度的参考值。

1 仪器与药品

1.1 药品与试剂: 石杉碱甲标准品, 石杉碱甲片, 空白混和辅料 (以上均由上海医科大学红旗药厂提供), 盐酸 (分析纯)。

1.2 仪器: 751 型紫外分光光度计 (上海分析仪器厂), 930 型荧光光度计 (上海第三分析仪器厂), 岛津 UV-269 型紫外分光光度计。

2 方法与结果

2.1 测定方法的建立: 用 0.01mol/L 盐酸液配制石杉碱甲浓度为 8.0mg/L 的样品液。同时称取 0.086mg 的空白辅料, 加入 6.0ml 0.01mol/L 的盐酸振摇提取, 经 0.8 μ m 滤膜过滤, 取续滤液 5ml 为空白辅料液。以 0.01mol/L 盐酸液为空白, 测定上述两种溶液的零阶光谱和一阶导数光谱, 见图 1。

在一阶导数光谱中, 空白辅料液在 250~350nm 的吸收曲线基本位于基线, 而样品液在 318nm 处测得值的灵敏度虽低一些, 但其准确度和重现性均较好。所以确定实验方法为: 取石杉碱甲 (双益平) 1 片, 精密加入 6.0ml 0.01mol/L 盐酸液振摇提取, 经 0.8 μ m 滤膜过滤后, 以岛津 UV-260 型紫外分光光度计测其一阶导数光谱, 测定的参数: $\Delta\lambda = 2$ nm, 幅值 0.12, 扫描速度快。并以 318 \pm 2nm 处一阶导数紫外光谱的峰-零值作为定量依据。

2.2 标准曲线和稳定性: 用 0.01mol/L 的盐酸液配制石杉碱甲浓度分别为 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5mg/L 的标准溶液, 并以 0.01mol/L 盐酸液为空白, 用前述确定条件测定一阶导数紫外光谱的峰-零值, 得回归方程为 $A = 0.0372 + 4.8624c$, $r = 0.9999$ 。结果表明, 石杉碱

甲的盐酸溶液在 2.5~12.5mg/L 的浓度范围内有良好的线性关系。

将上述标准液放置 14d, 每 2d 测定其一阶导数紫外光谱的峰-零值, 结果显示标准溶液稳定。

2.3 回收率和精密度: 称取 0.086g 空白辅料, 分别加入用 0.01mol/L 的盐酸液配制的含石杉碱甲 12.5mg/L 的标准溶液 3.0, 4.0, 5.0ml, 随后精密加入 0.01mol/L 的盐酸液至 6.0ml, 按前述的测定方法测定, 结果见表 1。

表 1 回收率和精密度 ($n = 10$)

| 标准品 (mg) | 回收率 (%) | RSD (%) |
|----------|---------|---------|
| 0.0375 | 99.01 | 2.4 |
| 0.0500 | 97.96 | 1.8 |
| 0.0625 | 97.79 | 3.1 |

2.4 模拟样品的测定: 由于每片药片所含的药物本身可能存在差异, 所以做模拟样品的测定, 以考察方法的可行性。方法如下: 称取 0.086g 空白辅料, 精密加入 1ml 0.05mg/ml 的石杉碱甲盐酸溶液 (0.01mol/L 的盐酸液), 再精密加入 5ml 0.01mol/L 盐酸液, 混匀后按前述方法进行测定, 结果见表 2。

表 2 模拟样品的测定结果 ($n = 10$)

| 编号 | 平均值 (mg/片) | 天内精密度 | 天间精密度 |
|----|------------|---------|---------|
| | | RSD (%) | RSD (%) |
| 1 | 0.0490 | 1.72 | |
| 2 | 0.0499 | 1.87 | 1.05 |
| 3 | 0.0490 | 1.07 | |

从测试结果得到天内与天间的精密度均理想。

2.5 样品测定: 取 3 批样品, 每片精密加入 6.0ml 0.01mol/L 盐酸液, 振摇过滤后, 按前述方法测定, 结果见表 3。

表 3 3 批样品测定结果 ($n = 10$)

| 批号 | RSD (%) | 含量 (%) |
|--------|---------|--------|
| 960401 | 2.89 | 105.8 |
| 960402 | 3.7 | 102.2 |
| 960501 | 4.3 | 105.1 |

参考文献

- 徐振容, 何煦昌, 白东鲁, 等. 石杉碱甲类似物的研究 III N-甲基吡啶酮石杉碱甲类似物的合成. 药学报, 1996, 31(5): 364.
- 严伟民, 沈慷, 姚笃卿. 石杉碱甲的药理作用及临床应用. 中国临床药理学杂志, 1996, 5(3): 124.
- 中华人民共和国卫生部颁标准 (试行). 石杉碱甲片. WS-446(X-386) - 95.

收稿日期: 1997-06-23