

紫外分光光度法测定丹皮酚- β -环糊精包合物的含量

高杰* 张纯 林厚文

(第二军医大学长征医院 上海 200003)

摘要 本文建立了用紫外分光光度法测定丹皮酚- β -环糊精包合物含量的方法,用石油醚(90~120℃)作溶剂,检验波长为316nm,测定溶液的线性范围为4~20 μ g/ml, $r=0.9999$,吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为396。本法操作简便,重现性好,结果准确。

关键词 丹皮酚; β -环糊精包合物; 紫外分光光度法

Ultraviolet spectrophotometry in the determination of content of paeonol- β -cyclodextrin encapsuled

Gao Jie Zhang Chun Lin Houwen

(Changzheng Hospital, Second Military Medical University, Shanghai 200003)

ABSTRACT A ultraviolet spectrophotometric method for quantitative determination of paeonol- β -cyclodextrin encapsuled was established in the paper. Petroleum benzine was used as the solvent. The detective wavelength was 316nm. The method was linear within the concentration range of 4~20 μ g/ml, $r=0.9999$. Absorbivity ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$) was 396.

KEY WORDS paeonol, β -cyclodextrin, ultraviolet spectrophotometry

丹皮酚是常用中药牡丹皮、徐长卿、芍药等的主要挥发性成分之一,具有明显的降压、镇静和镇痛等药理作用^[1]。将丹皮酚用 β -环糊精(简称 β -CD)进行包合,制成的包合物有利于提高丹皮酚在固体制剂的稳定性和生物利用度^[2]。本文采用紫外分光光度法测定丹皮酚- β -环糊精包合物中丹皮酚的含量,具有快速、准确、简便的优点。

一、仪器与试剂

紫外分光光度计:UV-3000、UV-2100、UV-265FW、UV-240(日本岛津公司);751型(上海分析仪器厂);X-250型超声清洗器(上海超声波仪器厂)。

丹皮酚- β -环糊精包合物(简称丹皮酚- β -CD),自制,批号:930309-1、930309-2、930309-3、930310-1、930310-2、930310-3;丹皮酚对照品,购自中国药品生物制品检定所,批号:708-9003;石油醚(90~120℃),为分析纯。

二、测定条件的确定

(一)紫外吸收光谱 取丹皮酚对照品适量,精密称定,用石油醚配制成20 μ g/ml的溶液,作为对照品溶液。以石油醚为空白,置1cm石英杯中,在190~380nm的波长范围扫描,绘制吸收光谱(见图1)。在274nm和316nm的波长处有最大吸收,本法选择了316nm为测定波长。

* 本校药学院九五届本科毕业生

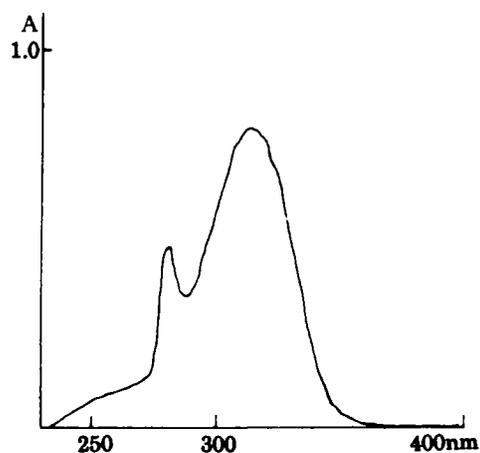


图 1 丹皮酚吸收光谱图

(二)线性关系 精密量取上述丹皮酚对照品溶液 2.0, 4.0, 6.0, 8.0ml。分别置 10ml 量瓶中,加石油醚至刻度。以石油醚为空白,在 316nm 处测定吸收度。结果表明浓度在 4~20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内,吸收率(A)与浓度(C)呈良好的线性关系。其回归方程为:

$$A = 0.0406C - 0.0117, r = 0.9999, n = 3$$

(三)稳定性考察 取本品 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的

表 1 对照品法和吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)法计算丹皮酚回收率

样品编号	对照品法			$(E_{1\text{cm}}^{1\%})$ 法		
	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
1	1.0020	0.9990	99.70	1.0020	0.9820	98.00
2	1.0020	0.9945	99.25	1.0020	0.9765	97.46
3	1.0020	0.9925	99.05	1.0020	0.9760	97.41
4	1.0020	0.9915	98.95	1.0020	0.9805	97.85
5	1.0020	0.9905	98.85	1.0020	0.9815	97.95
平均回收率(%)			99.16	97.73		
RSD(%)			0.336	0.279		

五、样品测定

取丹皮酚- β -CD 包合物样品适量(约含丹皮酚 1mg),精密称定,置 25ml 分液漏斗中,加 5ml 水,振摇使溶解,用 40ml 石油醚分三次萃取,合并石油醚萃取液,置 50ml 量瓶中,加石油醚至刻度,摇匀。以石油醚为空白,在 316nm 波长处测定吸收度,分别用对照品法和按吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 396($E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 法)计

对照品溶液在 316nm 波长处分别于 0, 2, 4, 8, 24 小时测定吸收度。结果基本无变化,说明在 24 小时内稳定。

三、吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)测定

精密称取丹皮酚对照品适量(按无水物计),用石油醚溶解并制成 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 和 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液,以石油醚为空白,置 1cm 石英杯中,用 5 台不同型号的紫外分光光度计,在 316nm 波长处测定吸收度,并计算得丹皮酚的吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 396, RSD=0.76%, n=50。

四、回收率实验

取丹皮酚对照品约 1mg,精密称定,加 β -环糊精约 0.1g,置 25ml 分液漏斗中,加 5ml 水,振摇使溶解,用 40ml 石油醚分三次萃取,合并石油醚萃取液,置 50ml 量瓶中,加石油醚至刻度,摇匀。以石油醚为空白,在 316nm 波长处测定吸收度。分别按上述回归方程(对照品法)和按吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 396($E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 法),计算回收率。结果见表 1。

算。另外,用经典法^[3](水蒸汽蒸馏提取丹皮酚后测吸收度)进行含量测定比较。结果见表 2。

六、讨论

表 1 结果显示,对照品法和吸收系数法的平均回收率均高于 97%,其重现性均较好。本品包合物的辅料对本测定方法无干扰。从表 2 结果可看出,本法测定结果

表 2 样品含量测定结果(n=3)

批号	丹皮酚含量(%)		
	对照品法	E _{1%} ^{1cm} 法	经典法
950309-1	12.14	11.98	12.39
950309-2	11.76	11.65	11.92
950309-3	6.08	6.01	6.20
950310-1	5.02	4.98	5.11
950310-2	5.36	5.28	5.44
950310-3	5.42	5.36	5.55

略低于水蒸汽蒸馏法,但由于分光光度法操作简便,结果较准确,适合于丹皮酚-β-环糊精包合物的质量控制。

参考文献

- [1]国家医药管理局中草药情报中心站编. 植物药有效成分手册. 第1版. 北京:人民卫生出版社,1986:799
 [2]王铮等. 中国药学杂志,1989;24(7):410~12
 [3]中华人民共和国药典:1990年版,一部:145

紫外分光光度法测定对乙酰氨基酚泡腾片含量

王 锦 杨丽彬 韩家荣* 李忠义* 于占荣*

(沈阳军区后勤部药品检验所 沈阳 110026)

摘要 本文用紫外分光光度法在 $257 \pm 1\text{nm}$ 波长处测定对乙酰氨基酚泡腾片的含量,其浓度与吸收度的线性关系良好,相关系数 $r=0.99998$ 。平均回收率为 99.94%,变异系数为 0.20%。本法简便、快速、结果准确。

关键词 对乙酰氨基酚;泡腾片;紫外分光光度法

UV-Spectrophotometric determination of paracetamol in its effervescent tablet

Wang Jin Yang Libin Han Jiarong Li Zhongyi Yu Zhanrong

(Institute for Drug Control of Shen Yang Military Region, Sheng Yang 110026)

ABSTRACTS A UV-Spectrophotometric method was successfully used at $257 \pm 1\text{nm}$ for determination of paracetamol in its effervescent tablet. The linear relationship between concentration and absorbance was well. The correlation coefficient was 0.99998, the average recovery 99.94%, and the coefficient of variation was 0.20%. The results show that method is simple, rapid and accurate.

KEY WORDS paracetamol, effervescent tablet, UV-Spectrophotometric method

对乙酰氨基酚为常用的解热镇痛药,其泡腾片具有崩解快、便于服用、生物利用可靠等优点,收载于卫生部标准^[1],含量测定用高效液相色谱法。该法要求设备高,操作繁琐费

时,且需用对照品作内标。本文依据对乙酰氨基酚在紫外区有稳定的紫外吸收的特点,采用紫外分光光度法测定其含量,结果满意。

一、仪器、药品及试剂

UV-260 型紫外分光光度计,(日本岛津);LC-4A 型高效液相色谱仪,(日本岛

* 沈阳建华制药厂(沈阳 110026)