

pH 指示剂吸收度比值法测定罗通定含量

杭州市药物研究所(杭州, 310023) 黄成钢

广西百色地区药检所(533000) 石济亮

摘要 用 pH 指示剂吸收度比值法测定了七批罗通定含量。结果与药典法比较无显著性差异($P > 0.05$), 操作比药典法简便。

关键词 pH 指示剂吸收度比值法; 罗通定; 含量测定

罗通定(Rotundinum)为左旋四氢巴马丁(左旋延胡索乙素)。是从防己科植物圆叶千金藤(*Stephania rotunda* Lour)中提取的一种生物碱, 镇痛、催眠疗效肯定, 中国药典七七年版、八五年版均有收载。其含量测定方法除中国药典的间接滴定法外^[1], 还有紫外分光光度法^[2,3], 旋光法^[4]等。本文利用罗通定叔胺结构的弱碱性, 用 pH 指示剂吸收度比值法^[5,6,7]测定其含量, 获得满意结果。

实验部分

一、仪器与试剂

751-G 型紫外-可见分光光度计 上海分析仪器厂

分析纯试剂

样品由广西百色地区制药厂和广西凌云县制药厂提供

二、实验条件

1. 指示剂的选择 精密称取罗通定 0.1422 g (相当于 0.0004 mol)置 25 ml 量瓶, 加乙醇适量, 水浴温热, 振摇使溶解。准确加入 0.1 mol/L 盐酸滴定液 4.00 ml, 用乙醇稀释至刻度。用酸度计测得等当点时的 pH 值为 3.40。根据文献报道^[6,8], 我们选

用 pKa 值为 3.90 的溴酚兰作指示剂。吸收波长分别为 $\lambda_{\max}$ 437 nm 和 591 nm。

2. 指示剂的浓度及其加入量 指示剂浓度为 0.1%, 用 20% 乙醇配制。每份被测定溶液体积为 25 ml, 指示剂加入量为每份 0.50 ml。

3. 滴定液的加入量 选用刻度值为 0.02 ml, 总量为 5.00 ml 的滴定管。设计等当点时加滴定液 4.00 ml。标准系列中其它各份滴定液的加入量按式 (1) 计算, 结果见表 1。

$$x = \frac{V}{V'} \quad (1)$$

V: 等当点时所需加入的滴定液(ml)

V': 测定中实际加入等当点时的滴定液(ml);

x: 中和度倒数($x = 1$ 为等当点; $x > 1$ 为等当点前; $x < 1$ 为等当点后)。

三、测定方法

1. r-x 标准曲线的制作 先用药典法测定罗通定含量, 再折算出相当于纯品的量。精密称取相当于纯品 0.14229 的罗通定 9 份, 置 25 ml 量瓶中, 加乙醇适量, 水浴温热, 振摇使溶解。分别准确加入按 x 范围为 0.960~1.040 (间隔 0.01) 计算出的 0.1

mol/L HCl 滴定液。再分别准确加入 0.50 ml 溴酚兰指示液。用乙醇稀释至刻度，摇匀。在暗处静置半小时，用分光光度计 1 cm 比色杯于 437 nm 及 591 nm 波长处分别测定 A_{437nm} 和 A_{591nm} 。按式(2)计算吸收度比值 r ，列出 $r-x$ 关系表(表 1)，制作 $r-x$ 标准曲线(图 1)。

表 1 $r-x$ 关系及 V' 值

序 号	x	V'	r
1	0.960	4.17	0.930
2	0.970	4.12	0.910
3	0.980	4.08	0.885
4	0.990	4.04	0.854
5	1.000	4.00	0.830
6	1.010	3.96	0.733
7	1.020	3.92	0.675
8	1.030	3.88	0.629
9	1.040	3.85	0.598

表 2 两种方法测定结果

编 号	比 值 法 (%)	药 典 法 (%)
1	98.67	98.87
2	98.50	98.00
3	99.37	99.02
4	98.41	98.56
5	99.11	99.11
6	98.77	98.52
7	98.94	98.91

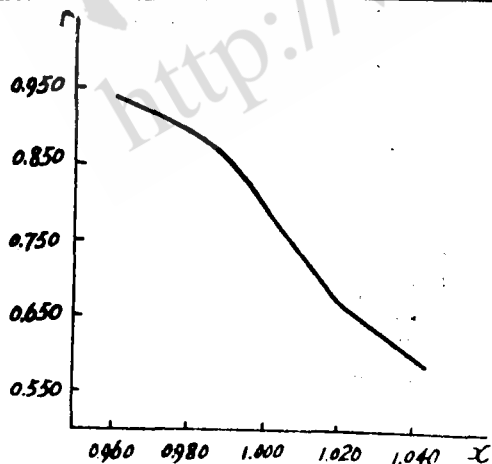


图 1 $r-x$ 标准曲线

$$r = \frac{A_{437}}{A_{437} + A_{591}} \quad (2)$$

2. 样品测定 精密称取罗通定样品(干燥品) $0.1407 \times f$ 克 $\sim 0.1436 \times f$ 克，用乙醇适量溶解。准确加入 0.1 mol/L HCl 滴定液 4.00 ml。同上法操作测定吸收度。计算出 r 值并在表(1)查出相应的 x 值后，按式(3)计算百分含量($z\%$)。

$$Z\% = \frac{V' \times x \times T \times f}{W} \times 100 \quad (3)$$

式中， V' ， x 的意义同式(1)

T ：0.1 mol/L HCl 滴定液的滴定度

f ：HCl 滴定液的浓度系数

W ：罗通定样品量(g)

四、本法与药典法结果比较

用本法和药典法对七批样品分别进行了测定，结果见表(2)。对两种结果进行 t 检验， $t = 1.126 < t_{0.05(6)} = 2.447$ ， $P > 0.05$ 。可见两种方法测得结果无显著性差异。因此作者认为吸收度比值法可作为罗通定含量测定的一种方法。

讨 论

1. 吸收度比值法准确，快速，简便。一旦列出 $r-x$ 表或建立了 $r-x$ 标准曲线，即可供较长时间使用。每次只需进行样品测定。尤其适合生产单位经常性，多批次测定使用。

2. 本品在水中难溶，其盐酸盐在水中的溶解度也不大，故样品用乙醇溶解。加热时水温不宜过高，以免变黄而影响结果。

3. 被测溶液配制好后应密闭在暗处静置半小时，以使反应完全，结果准确。

4. 本文的盐酸滴定液加入量(V ， V')、指示剂的加入量、称样量和稀释度等系根据作者现有条件而设计。实际应用时可根据条件另行设计。首先确定等当时滴定液的加入量(V)，再相应确定其它的量。

(下转第43页)

(上接第39页)

致谢 本文承蒙严济祥教授指导。施汉庭、孙萍二同志参加部分实验。

参 考 文 献

[1] 中国药典八五年版二部

[2] 曹丽修, 药物分析杂志1984, 4(1):39,

[3] 顾凌霞, 贵州药讯1982, (2): 4.

[4] 杨晓平, 药物分析杂志1986, 6(3):175.

[5] 姜心如, 国外医学参考资料(药学分册), 1978, (6):352.

[6] 袁慎中等, 药学通报, 1981, 16(7):10.

[7] 马广慈等, 中国医院药学杂志, 1984, 4(1):16.

[8] 黄秀荣, 医药工业, 1983, (1):15.