

吲哚美辛片含量测定方法的改进

寿文虹 许跃春 (浙江省金华县药品检验所, 金华 321017)

吲哚美辛片的含量测定方法, 中国药典(1990年版), 采用甲醇为溶剂的紫外分光光度法。甲醇易挥

发且毒性较大。作者改用以乙醇为溶剂的紫外分光光度法测定本品的含量, 结果较为满意。

1 仪器与试药

岛津 UV-240、260分光光度计,754型、752型、7520 型 分 光 光 度 计(上海第三分析仪器厂); 吡 噪 美 辛 精 制 品(金华市第三制药厂提供); 淀粉、糊精、硬脂酸镁均为药用规格; 所用试剂均为分析纯。

2 测定条件的确定

2.1 紫外吸收光谱 取吡噪美辛精制品适量,置量瓶中加乙醇适量微温使溶解并稀释至刻度,再用乙醇-pH 7.2 磷酸盐缓冲液(1:1)制成每 1 ml 中含 25 μg 的溶液,在 280~380 nm 波长范围扫描,绘制吸收图谱(见图 1),在 320 nm 波长处有最大吸收。取按处方量的辅料,同法制备成溶液。紫外扫描,实验证明 320 nm 波长处无吸收。

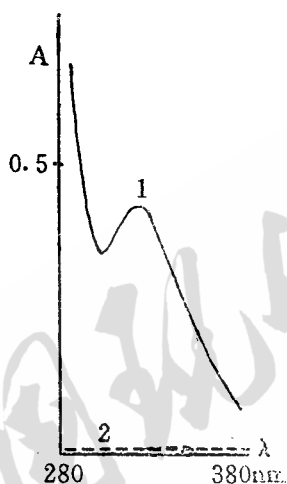


图 1 紫外吸收光谱

1 吡噪美辛溶液 2 辅料溶液

2.2 吸收度与浓度的关系精密称取吡噪美辛精制品适量,按上法用乙醇~pH 7.2 磷酸盐缓冲液(1:1)稀释制成每 1 ml 含 16、20、24、28、32、36、40 μg 的溶液,于 320 nm 波长测定吸收度,得回归方程为:

$$A = 0.00603 + 0.01936C \quad r = 0.9998$$

实验同时表明:上述溶液在 24 h 内吸收度稳定。

2.3 吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)的测定精密称取 105°C 干燥至恒重的吡噪美辛精制品 50 mg 置 100 ml 量瓶中,加乙醇适量微温溶解并稀释至刻度,再用乙醇-pH 7.2 磷酸盐缓冲液(1:1)制成每 1 ml 中含 20 及 40 μg 的溶液 4 份,分别用 5 台不同型号的紫外分光光度计,在 320 ± 2 nm 波长处测定吸收度,计算吸收系数,经统计分析确定吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 186, RSD 为 0.73%。

3 回收率试验

精密称取吡噪美辛精制品 25 mg,置 50 ml 量瓶中,加入处方量的辅料,加乙醇 35 ml 微温使溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5 ml,置 100 ml 量瓶中,加乙醇-pH 7.2 磷酸盐缓冲液(1:1)至刻度,摇匀,照分光光度法在 320 ± 2 nm 波长处测定吸收度,按吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 186 计算,求得平均回收率为 100.0%, RSD 为 0.28% ($n = 6$)

4 样品测定

取本品 20 片,除去肠溶衣后,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于吡噪美辛 25 mg),置 50 ml 量瓶中,照回收率试验项下测定,结果与中国药典(1990 年版)法测定比较,经 t 检验,无显著性差异。

表 1 样品测定结果(标示量%)

生产单位	批号	本法($n=3$)	药典法
金华市第三制药厂	931215	95.5	95.3
金华市第三制药厂	931217	95.2	95.4
江苏太仓县制药厂	930407	95.0	95.15
江苏太仓县制药厂	93C331	96.4	96.6

收稿日期:1995-01-20