

双氯灭痛片含量测定方法的改进

周 晖 (浙江省温州市药品检验所, 温州 325000)

双氯灭痛片是一种新型的非甾体强效抗炎镇痛药, 在我国大部分省药品标准中均有收载, 其含量测定方法基本上采用乙醇为溶剂, 双氯灭痛原料对照比较紫外分光光度法。本文作了改进使乙醇用量降低, 并改为吸收系数法, 使操作简化。

1 仪器与试剂

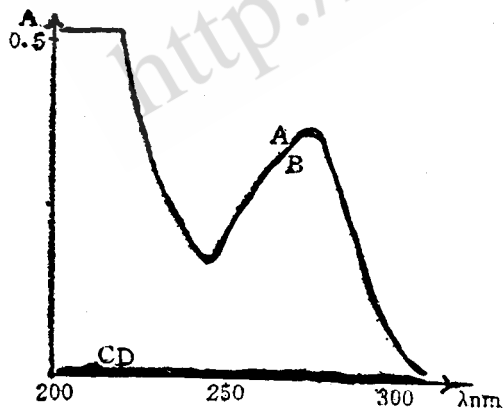
UV-260、UV-265型紫外—可见分光光度计(日本岛津), 751G、751GW、7520型紫外分光光度计(上海分析仪器厂)。

双氯灭痛精制品(含量100.0%)。

双氯灭痛片(A、温州××厂, 绿色片, 批号①950311; ②950901; ③950903; B、广州××厂, 兰绿片, 批号940411; C、河南省××地区厂, 兰色片, 批号941106; D、河南省××厂, 白色片, 批号940128), 规格25 mg/片。

2 方法与结果

2.1 紫外吸收光谱 精密称取105℃干燥至恒重的双氯灭痛精制品50 mg, 置100 ml量瓶中, 加乙醇20 ml使溶, 加水至刻度, 再精密量取2 ml, 用水稀释至100 ml刻度(每ml中约含双氯灭痛10 μg), 以水为空白, 在波长220~300 nm的范围内扫描, 结果在276 nm的波长处有最大吸收。(见附图)



2.2 吸收度与浓度的关系 精密称取干燥至恒重的双氯灭痛精制品50 mg置100 ml量瓶中, 加乙醇20 ml使溶, 加水至刻度, 再分别取0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 ml, 用水分别稀释至100 ml刻度, 在276 nm的波长处测定吸收度, 结果表明双氯灭痛浓度在每ml中含2.5~20 μg范围内, 线性关系良好, 其回归方程为:

$$A = 0.0327C - 0.0006 \quad r = 0.9998$$

2.3 溶液稳定性试验 同上述制成每ml中约含双氯灭痛10 μg的溶液, 并在室温下放置2、4、6、8、18 h分别测定吸收度, 结果表明其吸收度几乎无变化。

2.4 吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)的测定 精密称取干燥至恒重的双氯灭痛精制品4份, 同2.1法制成每ml中含双氯灭痛10 μg和20 μg的溶液各二份, 以水为参比, 用5台紫外分光光度计分别于276 nm的波长处测定吸收度, 经统计学处理, 计算双氯灭痛的吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为333 ($n=20$, $RSD=0.9\%$)。

2.5 回收率试验 按温州××厂处方比例精密称取双氯灭痛和辅料(淀粉、糊精、硬脂酸镁)、着色剂(亮兰, 柠檬黄)及肠衣材料(2号丙烯酸树脂)适量, 同2.1法制成每ml中约含双氯灭痛10 μg的溶液, 以水为空白, 在276 nm的波长处测定吸收度, 以($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为333计算回收率为99.5% ($n=4$, $RSD=0.25\%$)。

2.6 样品的测定 取本品20片, 剥衣或不剥衣, 精密称定重量, 研细, 精密称取适量(相当于双氯灭痛50 mg)置100 ml量瓶中, 加乙醇20 ml使双氯灭痛溶解, 加水至刻度, 摇匀, 滤过, 精密取续滤液2 ml, 加水至刻度, 摇匀, 照分光光度法(中国药典九〇年版二部附录第24页), 在276 nm的波长处测定吸收度, 按 $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$ 吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为333计算含量, 即得。

样品测定结果

厂 家	本 法		省版法 ^[1] (%)
	剥衣(%)	不剥衣(%)	
A①	97.9	98.8	97.3
②	102.9	102.0	101.2
③	103.6	103.8	102.9
B	94.6	94.4	94.3
C	98.1	99.4	98.6
D	94.6	96.3	96.1

以上均为 $n = 2$ 的平均值

3 讨论

3.1 双氯灭痛在乙醇中易溶, 在水中略溶, 样品测定时全部以乙醇为溶剂, 其 $\lambda_{\max}$ 为 284 nm, 而用

乙醇 20 ml 溶解, 然后用水稀释至适当浓度, 其 $\lambda_{\max}$ 为 276 nm, 其吸收图谱基本上与以单纯水为溶剂时一样。

3.2 溶剂改用稀碱 (0.02 mol/L NaOH 液), 亦在 276 nm 的波长处有最大吸收, 其测定结果与本法基本一致, 其回归方程为:

$$A = 0.0322C + 0.0013 \quad r = 0.9999$$

其测定稳定性在 18 h 内良好。但是笔者曾发现生产工艺不同会影响醇中溶出而不影响稀碱中溶出, 使前者为溶剂时含量测定结果偏低。

3.3 剥衣与不剥衣测定样品结果之间无显著性差异, 故建议含量测定时不剥衣, 以简化操作步骤。

收稿日期: 1995-12-28