

非洛地平缓释胶囊的含量测定

王家骅 (安徽六安师专化学系, 六安 237012)

胡容峰 (安徽中医学院药剂教研室, 合肥 230038)

非洛地平是血管选择性二氢吡啶类钙离子拮抗剂, 主要用于高血压患者。以前是需口服二次的普通片剂。本实验研制的非洛地平缓释胶囊, 每天一次, 24 h 内可明显降低血压, 且具有剂量相关性。对于多数病人, 每天一次是足够的。与给予剂量相同的片剂, 每天二次, 可产生相同的作用。

本文根据该品在紫外光谱区域有最大吸收的特点, 研究以紫外吸收系数法测定主药非洛地平的含量。本法操作简便, 快速, 目前尚未见文献报道。

1 仪器与材料

日本岛津 UV-2100, 美国 PE. Lambda 2, 日本岛津 UV-250, 日本岛津 UV-260, 日本岛津 UV-240, 上海751-GW 型可见紫外分光光度计; 非洛地平对照品: 中国药科大学提供; 按干燥品计含量为99.7%, 非洛地平缓释胶囊: 安徽中医学院药剂教研室提供。

2 测定波长的选择

精密称取非洛地平对照品 适量于 500 ml 容量瓶中, 加无水乙醇, 制成每 ml 含 20 μg 的溶液。在 PE Lambda2 紫外分光光度计上扫描, 在 361 nm 处有最大吸收。同时称取处方量的辅料, 用乙醇溶解, 过滤, 弃初滤液取续滤液在 PE Lambda 2 分光光度计上扫描。辅料在上述波长范围内基本无吸收。

3 吸收度与浓度的关系: 精密称取本品适量加乙醇溶解并稀释成系列浓度在 361 $\pm$ 1 nm 处测定吸收度, 得回归方程 $A = 0.0028 + 0.0181C$, 相关系数 $r = 0.9999$, 线性范围为 5 ~ 50 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

4 吸收系数 ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$) 的测定

精密称取经 105°C 干燥至恒量的非洛地平适量, 配制成 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 及 40 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 溶液各 3 份, 在五台不同型号的紫外分光光度计上, 于 361 $\pm$ 1 nm 处测定吸收度, 测定结果见表 1。

表 1 吸收系数 ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$) 测定结果

仪 器	UV-260	UV-250	UV-240	UV-2100	Perkin Elmer Lambda 2	$\bar{x} \pm SD$
λ_{max}	361.9	362.1	361.8	362.6	361.0	
$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (21.2 $\mu\text{g}/\text{ml}$)	180.19	180.66	180.66	180.80	180.24	180.51 $\pm$ 0.28
$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (42.4 $\mu\text{g}/\text{ml}$)	179.95	180.42	180.66	180.62	180.42	180.41 $\pm$ 0.28

对表 1 数值进行统计学处理后, 浓溶液和稀溶液吸收系数 ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$) 平均值为 180.4, $CV = 0.166\%$

5 含量测定

取胶囊内容物研细, 精密称取适量 (约相当于非洛地平 10 mg) 置 25 ml 容量瓶中, 加无水乙醇, 振摇 15 min, 用无水乙醇稀释至刻度, 过滤, 弃去

初滤液, 精密吸取续滤液 1.0 ml 于 10 ml 容量瓶中, 用无水乙醇稀释至刻度, 摇匀, 依照分光光度法, 在 361 $\pm$ 1 nm 的波长处测定吸收度, 按非洛地平 [$\text{C}_{18}\text{H}_{19}\text{Cl}_2\text{NO}_4$] 的吸收系数 ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$) 为 180.5 计算, 结果见表 2

6 回收率测定

表2 含量测定结果

批 号	940912	941006	941008
百分含量(%)	100.62 ± 0.18	102.34 ± 0.09	101.25 ± 0.21

精密称取非洛地平对照品20.5、22.3、21.2、20.3、22.1 mg 分别加入处方量的辅料,混合研磨,加乙醇溶解,滤过,弃初滤液取续滤液用乙醇精密稀释成每 ml 含 20 μg 左右的溶液,在 361 nm 波长处测定吸收度,计算回收率分别为100.19%,

100.31%、99.81%、100.94%、101.22%、平均回收率为100.5%, RSD 为5.7%。

7 重现性试验

将按上述回收率试验方法制得的样品,反复进行测试($n=6$), RSD 为4.3%

8 讨 论

我们从选择性和回收率两方面对本品进行考察发现,主药最大吸收波长 361 nm 处辅料几乎无吸收,可见该法选择性好,从回收率结果看回收率理想,操作简单、快速、准确。

收稿日期:1996—04—24