

# 紫外分光光度法测定抗风湿灵片的含量

陶学舜 陈时骅<sup>1</sup> (无锡 214021 无锡市药品检验所;<sup>1</sup> 无锡 214041 无锡市医药研究所)

抗风湿灵片为非甾体抗炎药,主药为 N-(3-氯苯)邻氨基苯甲酸,具有类似激素作用。临床上用于治疗类风湿性关节炎及风湿性关节炎。抗风湿灵片的含量测定方法收载在江苏省药品标准(1977年版)中,是采用以中性乙醇为溶媒的酸碱滴定法。本文试用紫外分光光度法测定抗风湿灵片的含量,方法简便易行。

## 1 仪器与试剂

岛津 UV-260;岛津 UV-2100;上海 7520;上海 UV-755B;上海 751 型紫外分光光度计。

抗风湿灵对照品(反复精制,含量 99.87%);抗风湿灵(厦门二药厂);乙醇(分析纯)。

## 2 测定条件选择

**2.1 紫外吸收光谱** 取抗风湿灵对照品适量,用乙醇稀释成约  $5\mu\text{g}/\text{ml}$  的溶液,以乙醇为空白,照分光光度法在  $220\sim 360\text{nm}$  之间扫描,于  $291.4\text{nm}$  的波长处有最大吸收,故选择  $291.4\text{nm}$  为测定波长。

**2.2 线性关系** 精密称取抗风湿灵对照品(经  $105^\circ\text{C}$  干燥至恒重)适量,用乙醇制成  $75\mu\text{g}/\text{ml}$  溶液后,用滴定管精密放取该溶液 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12 和 13ml 分别置于 8 个 100ml 量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀,在  $291\text{nm}$  波长处测定吸收度。结果表明,在  $4.50\sim 9.75\mu\text{g}/\text{ml}$  范围内吸收度与浓度呈现良好的线性关系。其回归方程为:  $c = 15.89A - 0.61$ ,  $r = 0.9998$ 。

**2.3 稳定性实验** 将浓度为  $4.5$  和  $9.0\mu\text{g}/\text{ml}$  2 种抗风湿灵乙醇溶液,分别放置 4 和 6h 后测定,其吸收度基本

上无变化。

**2.4 吸收系数( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ )的测定** 精密称取抗风湿灵对照品(经  $105^\circ\text{C}$  干燥至恒重)适量,加乙醇配制成  $9.0$  和  $4.5\mu\text{g}/\text{ml}$  2 种溶液,用 5 台不同型号的分光光度计在  $291\text{nm}$  波长处测定吸收度并计算,经统计分析,吸收系数( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ )为  $680.9$ ,  $RSD$  为  $0.27\%$  ( $n=5$ )。

**2.5 回收率试验** 按抗风湿灵片生产工艺处方,分别配制 7 批抗风湿灵片,充分混匀后,精密称取适量(约相当于抗风湿灵  $40\text{mg}$ )置  $100\text{ml}$  量瓶中,加乙醇适量,振荡使抗风湿灵溶解后,再加乙醇至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液  $2\text{ml}$  置  $100\text{ml}$  量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀,照分光光度法在  $291\text{nm}$  波长处测定吸收度,按  $\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{O}_2\text{NCl}$  的吸收系数( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ )  $680.9$  计算即得。测得回收率平均值为  $99.90\%$ ,  $RSD=0.55\%$ ,见表 1。

表 1 抗风湿灵加样回收率试验

编号	加样量 / $\mu\text{g}/\text{ml}$	回收量 / $\mu\text{g}/\text{ml}$	回收率 / %	平均回收 率/ %	RSD/ %
1	8.31	8.29	99.76		
2	8.38	8.40	100.24		
3	7.73	7.76	100.39		
4	6.35	6.34	99.84	99.90	0.55
5	6.12	6.15	100.49		
6	9.71	9.60	98.87		
7	9.64	9.61	99.69		

## 3 样品的含量测定

中国现代应用药学杂志 1999 年 12 月第 16 卷第 6 期

取样品 10 片精密称定,研细。精密称取适量(约相当于抗风湿灵 40 mg),置 100 ml 量瓶中,照回收率试验项下方法,自“加乙醇适量,振摇使抗风湿灵溶解后,……”起依法测定即得。同时与酸碱滴定法比较,结果

批号为 970201,970202 和 980302 的紫外分光光度法和酸碱滴定法的标示量分别为 99.8%,99.2%,100.1% 和 99.3%,98.9%,100.5%。

收稿日期:1998-08-10