

仙草风湿胶囊中吲哚美辛和吡罗昔康的含量测定

鲁秋红 符洪 谢世祺(海口 570102 海南省药品检验所)

摘要 目的:采用双波长分光光度法和单波长分光光度法测定仙草风湿胶囊中吲哚美辛和吡罗昔康的含量。方法:利用吲哚美辛和吡罗昔康溶解性能,采用氯仿溶解,碱液提取,用双波长分光光度法和单波长分光光度法,分别测定吲哚美辛和吡罗昔康的含量。结果:吲哚美辛和吡罗昔康的平均回收率分别为 99.7%和 100.7%,RSD 分别为 0.72%和 0.86%。结论:方法简便,可靠,重现性好,可消除中药成分的干扰。

关键词 吲哚美辛;吡罗昔康;双波长分光光度法;单波长分光光度法

Determination of Indometacin and Piroxicam in Xianchao Fengshi Capsules

Lu QiuHong, Fu Hong, Xie ShiQi(Hainan Institute for Drug Control, Haikou 570102)

ABSTRACT OBJECTIVE:To establish a method for the determination of Indometacin and Piroxicam in Xianchao Fengshi Capsules by dual-wavelength and single-wavelength UV. **METHOD:**To make use of solubility of Indometacin and Piroxicam, The sample was dissolved with chloroform and extracted with solution of $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ sodium Hydroxide. Indometacin and Piroxicam were separately measured by dual-wavelength and single-wavelength UV spectrophotometry. **RESULTS:**The average recovery were 99.7% and 100.7% for Indometacin and Piroxicam, respectively. The RSD were 0.72% and 0.86% for Indometacin and Piroxicam, respectively. **CONCLUSION:**This method is simple, reliable, reproducible and eliminate disturbance of chinese herbal medicine composition. **KEY WORDS** Indometacin, Piroxicam, dual-wavelength and single-wavelength Spectrophotometry

仙草风湿胶囊收载于海南地方标准 1993 年版 1997 年增补本,具有活血行气,祛风止痛功能,用于治疗腰膝浮肿,风湿骨痛,关节肿痛等症。本品于 1999 年通过由国家药典委员会组织的地标再评价第二批评审,拟升为国家药品标准。本品处方组成为川芎、木瓜、独活、吲哚美辛、吡罗昔康等。吲哚美辛、吡罗昔康收载于《中国药典》2000 年版二部,含量测定方法分别有酸碱滴定、非水滴定,制剂有紫外分光光度法(中国药典 2000 年版二部)等。但将二药合在一起与中药组成复方制剂,同时测定二组份含量的方法,未见报道。本文根据吲哚美辛和吡罗昔康溶解性能,采用氯仿溶解,碱液提取,再用双波长和单波长分光光度法分别测定吲哚美辛和吡罗昔康的含量。方法简便,可靠,重现性好,可消除中药组分的干扰。

实验部份

1 仪器与试剂

VU-265 型紫外分光光度计(日本岛津)。吡罗昔康(河南开封制药厂;含量 99.5%),吲哚美辛(江苏太仓制药厂;含量 99.1%),仙草风湿胶囊(批号:970410、970402、970403 海南博大药业有限公司提供),氯仿、氯化钠、氢氧化钠均为分析纯。

2 处方组成

川芎 50g,独活 50g,木瓜 50g,牛膝 50g,吲哚美辛 25g,吡罗昔康 10g。

3 方法

3.1 紫外吸收光谱的测定

3.1.1 对照品溶液的制备

以 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液为溶剂,分别制成每 1 ml 中含吲哚美辛 $20 \mu\text{g}$ 、吡罗昔康 $8 \mu\text{g}$ 的溶液,作为对照品溶液(1)与对照品溶液(2)。

3.1.2 供试品溶液的制备

精密称取本品内容物适量(约相当于吲哚美辛 100 mg,吡罗昔康 40 mg),置 100 ml 量瓶中,加氯仿适量,振摇使吲哚美辛和吡罗昔康溶解,加氯仿稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液 20 ml,置分液漏斗中,用氢氧化钠~氯化钠液(取浓度为 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液 200 ml 与氯化钠 4g,搅拌,溶解)提取 3 次,第 1 次 50 ml,第 2、3 次各 30 ml(提取第 4 次时,提前液在 400~200 nm 波长范围内扫描,结果在紫外区基本无吸收),提取液一并转入 200 ml 量瓶中,用浓度为 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液适量,稀释至刻度,摇匀,滤过。精密量取续滤液 10 ml,置 50 ml 量瓶中,加 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,即得。

3.1.3 阴性对照溶液的制备

除吲哚美辛、吡罗昔康外,按处方比例,投入各组分,配成模拟仙草风湿胶囊,取与供试品溶液制备量相当的内容物适量,置 100 ml 量瓶中,加氯仿适量,振摇溶解,并稀释至刻度,摇匀,照供试品液制备项下的方法,自“滤过,取续滤液 20 ml起”依法操作,即得。

3.1.4 测定

以上三种溶液分别在 400~200 nm 波长范围内测定紫外吸收光谱,结果:(1)阴性对照液在紫外区几乎无吸收;(2)吲

咪美辛对照品液在 282nm 波长处有最大吸收,在 400 ~ 320nm 波长范围内,吸收度为零;(3)吡罗昔康对照品液最大吸收波长为 353nm;在 282nm 波长处与 327nm 波长附近为等吸收点。

3.2 稳定性试验

取对照品溶液(2),以 282nm 为测定波长(λ_2),在 327nm 波长附近(每间隔 0.2nm)选择等吸收点波长为参比波长(λ_1),要求 $\Delta A = A_{\lambda_2} - A_{\lambda_1} = 0$,再在 λ_2 和 λ_1 波长处分别于 0、1、2、3、24h 时间点内测定供试品溶液的吸收度,求出吸收度(ΔA);在 353nm 波长处,于上述同时间点内测定同一溶液吸收度(A),结果在 24h 内吸收度差值(ΔA)和吸收度(A)基本不变,表明供试品溶液的稳定性良好。

3.3 线性试验

精密称取在 105℃干燥至恒重的咪美辛对照品 40mg,吡罗昔康对照品 16mg,分置 100ml 量瓶中,各加 0.1 mol·L⁻¹ 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀;分别精密量取上述溶液 1、2、3、4、5、6、7ml,各置 50ml 量瓶中,加 0.1 mol·L⁻¹ 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,分别得咪美辛和吡罗昔康对照品溶液稀释液。取吡罗昔康对照品溶液稀释液,以 282nm 为测定波长(λ_2) 在 327nm 波长附近选择等吸收点波长为参比波长(λ_1),在 λ_2 和 λ_1 波长处测定咪美辛对照品溶液稀释液的吸收度。以浓度(C)与吸收度差值(ΔA)做回归分析,得方程

$$\Delta A = 0.0209C - 0.0112 \quad r = 0.9999$$

表明咪美辛在 8 ~ 56 $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 范围内与吸收差值(ΔA)呈良好的线性关系。

在 353nm 波长处测定吡罗昔康对照品溶液稀释液的吸收度。以浓度(C)与吸收度(A)做回归分析,得方程

$$A = 0.0458C + 0.0786 \quad r = 0.9996$$

表明吡罗昔康在 3.2 ~ 22 $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 范围内与吸收度呈良好的线性关系。

3.4 回收率试验

精密称取已知含量的同一批样品适量(约含咪美辛 50mg,吡罗昔康 20mg),置 100ml 量瓶中,分别精密加入咪美

辛 50mg 和吡罗昔康 20mg 加氯仿适量使溶解,并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液 20ml,置分液漏斗中,按供试品溶液制备项下的方法自“用氢氧化钠~氯化钠提取 3 次……起”依法操作,得样品液。精密称取咪美辛对照品与吡罗昔康对照品适量,分别配制成每 1ml 中含咪美辛 20 μg 、吡罗昔康 8 μg 的溶液,作为对照品溶液(1)与对照品溶液(2),照分光光度法,在 353nm 的波长处,分别测定样品液与对照品溶液(2)的吸收度,计算,即得吡罗昔康的回收率,另取对照品溶液(2),以 282nm 为测定波长(λ_2),在 327nm 波长附近(每间隔 0.2nm)选择等吸收点波长为参比波长(λ_1),要求 $\Delta A = A_{\lambda_2} - A_{\lambda_1} = 0$,再在 λ_2 和 λ_1 波长处分别测定供试品溶液与对照品溶液(1)吸收度,求出各自的吸收度差值(ΔA),计算,即得咪美辛的回收率,结果吡罗昔康的平均回收率为 100.7%,RSD 为 0.86%($n=6$);咪美辛平均回收率为 99.7%,RSD 为 0.72%($n=6$)。

3.5 重复性试验

取同一批号的样品 20 粒,倾出内容物,混匀。精密称取内容物适量(相当于咪美辛 100mg,吡罗昔康 40mg),按回收率试验项下的方法自“置 100ml 量瓶中……起”同法操作,结果咪美辛和吡罗昔康的 RSD 分别为 0.62%和 0.77%($n=5$)。

3.6 样品测定

方法同重复性试验,结果如表 1。

表 1 样品测定结果(标示量 %)($n=2$)

批号	咪美辛	吡罗昔康
970401	97.2	98.3
970402	97.6	98.7
970403	98.4	100.0

3 批样品均符合规定

4 小结

由于仙草风湿胶囊为中西药复方制剂,咪美辛和吡罗昔康的溶解性质又相似,因而采用经典方法分别测定含量较困难,用双波长分光光度法和单波长分光光度法分别测定咪美辛和吡罗昔康的含量,方法可行,简便、快速。