

双波长分光光度法测定复方吲哚美辛栓中吲哚美辛的含量

王春艳¹, 张志² (1. 唐山市妇幼保健院, 河北 唐山 063000; 2. 太阳石药业有限公司, 河北 唐山 063000)

摘要:目的 建立复方吲哚美辛栓中吲哚美辛的含量测定方法。方法 采用等吸收双波长消去法, 吲哚美辛的测定波长为 237 nm, 参比波长为 309.6 nm。结果 吲哚美辛的吸收度 $\Delta A (A_{237\text{nm}} - A_{309.6\text{nm}})$ 与浓度呈良好的线性关系, 吲哚美辛的平均回收率为 99.86%, RSD 为 0.40%, 相关系数 $r = 0.9996$, 并可消除盐酸达克罗宁的干扰。结论 本法快速、简便、结果准确。

关键词: 等吸收双波长消去法; 吲哚美辛; 盐酸达克罗宁

中图分类号: R917.02; R971.1 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2004)04-0303-02

Determination of indomethacin in compound indomethacin suppositories by dual wavelength spectrophotometry

WANG Chun-yan¹, ZHANG Zhi² (Women and Children's Hospital of Tangshan, Tangshan 063000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for determination of indomethacin in compound indomethacin suppositories.

METHOD Dual-wavelength spectrophotometry was used. The selected determining wavelength was 237 nm and the reference wavelength of indomethacin was 309.6 nm.

RESULTS The average recovery of indomethacin was 99.86%, RSD was 0.40%. The correlation coefficient was 0.9996. **CONCLUSION** This method is quick, simple and accurate.

KEY WORDS: dual-wavelength spectrophotometry; indomethacin; dyclonine hydrochloride

复方吲哚美辛栓为我院自制制剂, 处方组成为: 吲哚美辛 10g, 盐酸达克罗宁 3g, 聚山梨酯 80 2.4g, 半合成脂肪酸甘油酯适量, 制成 100 粒。本品具有镇痛止痒、消炎杀菌作用, 主要用于早期妊娠的人工流产手术, 诊断性刮宫术、清宫术、节育环安取手术及子宫内窥镜检查手术的镇痛, 也可用

于子宫腔手术后的镇痛, 效果较好。为建立该制剂的质量控制方法, 本实验采用等吸收双波长消除法测定处方中吲哚美辛的含量, 并消除了盐酸达克罗宁对测定的干扰。本方法简便易行, 结果满意。

1 仪器与试药

日本岛津 UV-2501 型分光光度计; 吡哌美辛对照品(中国药品生物制品检定所); 吡哌美辛(上海大众药业有限公司); 盐酸达克罗宁(上海轻工实验厂, 测得含量为 99.6%); 甲醇(天津化学试剂有限公司); 复方吡哌美辛栓(自制)。

2 方法与结果

2.1 吸收光谱的测定

按处方比例精密称取 105℃ 干燥至恒重的吡哌美辛和盐酸达克罗宁适量, 分别用甲醇制成 $12.5 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 和 $7.5 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的溶液, 另按处方比例精密称取辅料适量(该栓置换价为 1.16), 按样品测定项下的方法, 用甲醇制成阴性对照液, 以甲醇为空白, 在 200~400nm 的波长范围内测定吸收度, 并绘制吸收图谱。

2.2 测定波长与参比波长的选择

由图可知, 吡哌美辛在 320nm 波长处有最大吸收, 而盐酸达克罗宁在此波长处有干扰吸收, 故吡哌美辛可考虑用等吸收双波长消去法测定。由于盐酸达克罗宁在 320nm 处的吸收与 X 轴作平行线无交叉点, 因此不能选用 320nm 为测定波长, 而选用盐酸达克罗宁的波谷处, 即 237nm 为测定波长。用作图法在图上粗选消除干扰的等吸收波长在 309nm 附近, 然后精选, 即在分光光度计上, 用 3 个不同浓度的盐酸达克罗宁($7.5, 8.0, 8.5 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$) 溶液, 先在 237nm 波长处测定吸收度, 再在 309nm 波长上下, 每隔 0.2nm 波长处测定吸收度, 经反复测试, 等吸收波长在 309.6nm 处, 故选用测定波长 237nm, 参比波长 309.6nm 为测定吡哌美辛的波长对, $\Delta A = A_{237\text{nm}} - A_{309.6\text{nm}}$ 。

2.3 标准曲线的制备

精密称取 105℃ 干燥至恒重的吡哌美辛对照品 125mg, 置 100mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 精密量取此溶液 0.8, 0.9, 1.0, 1.1, 1.2mL, 分别置于 100mL 量瓶中, 另精密称取盐酸达克罗宁及辅料适量, 按样品测定过程制成同比浓度的盐酸达克罗宁和辅料溶液, 定量加入上述量瓶中, 再分别加甲醇至刻度, 摇匀。按上述条件测定吸收度, 以 ΔA 为纵坐标, 吡哌美辛的浓度 C 为横坐标, 做标准曲线, 得回归方程为 $\Delta A = 0.0353C + 0.0313$, $r = 0.9996$ 。结果表明, 吡哌美辛在 $10 \sim 15 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内, 吸收度与浓度呈良好线性关系。

2.4 回收率试验

精密称取吡哌美辛对照品, 按处方比例加入盐酸达克罗宁和辅料适量, 照样品测定方法, 用甲醇稀释制成不同浓度的供试液, 照上述测定方法, 分别测定吸收度, 计算 ΔA 值, 代入回归方程, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

Tab 1 Result of recovery test

加入量 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	测得量 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
10.02	10.01	99.90		
11.26	11.24	99.82		
12.51	12.53	100.16	99.86	0.40
13.77	13.66	99.20		
15.02	15.05	100.20		

2.5 样品测定

取 3 种不同批号的复方吡哌美辛栓各 10 粒, 精密称定, 在水浴上微热使熔化, 在不断搅拌下冷却至室温, 精密称取适量(约相当于吡哌美辛 25mg), 置烧杯中, 加甲醇 30mL, 置 60℃ 水浴中, 振摇使溶解, 置冰浴中冷却 1~1.5h, 放至室温, 过滤, 滤液置 100mL 量瓶中, 用甲醇分次洗涤烧杯及滤器, 洗液并入量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5mL, 置 100mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 照上述方法测定, 计算 ΔA 值, 代入回归方程, 计算样品含量, 结果见表 2。

表 2 样品测定结果

Tab 2 Result of the sample determination

批号	相当于标示量/%	RSD/%
020518	102.40	0.5
020603	99.06	0.6
020611	101.25	0.5

3 讨论

由于复方吡哌美辛栓的各组分吸收光谱重叠, 故不能采用经典方法^[1]测定含量, 本实验通过不分离两组分, 采用等吸收双波长消去法测定吡哌美辛的含量, 获得了满意的结果。测定过程中, 如选用 304nm 为测定波长, 328.06nm 为参比波长, 同理可测定盐酸达克罗宁的含量($\Delta A > 0.05$), 本实验不再详细叙述。本法具有简易, 快速, 准确可靠的特点, 适合医院制剂的质量控制。

参考文献

- [1] 中国药典 2000 年版二部[S]. 2000. 297.
- [2] 孙毓庆. 分析化学[M]. 第三版. 北京: 人民卫生出版社, 1995.

收稿日期: 2003-09-30