

UV 法测定双氯芬酸钠凝胶剂的含量

刘 荣 冯端浩 邓夕军 张 翼(北京 100091 中国人民解放军第 309 医院药剂科)

摘要 目的: 建立双氯芬酸钠凝胶剂的含量测定方法。方法: 采用紫外分光光度法于 276nm 波长处测定其吸收度并计算含量。结果: 线性范围在 5~ 30 $\mu\text{g}/\text{m l}$, 回归方程: $A = 0.03185c - 0.01323$; $r = 0.9999$ ($n = 6$), 平均回收率为 100.42%, $\text{RSD} = 0.88\%$ 。结论: 方法简便, 准确, 适合双氯芬酸钠凝胶剂的含量测定。

关键词 紫外分光光度法; 双氯芬酸; 含量测定

Determination of diclofenac sodium gel preparation by UV spectrophotometry

Liu Rong(Liu R), Feng Duanhao(Feng DH), Deng Xijun(Deng XJ), Zhang Xi(Zhang X) (Department of pharmacy, the PLA 309th Hospital, Beijing 100091)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To establish a method for the determination of diclofenac sodium gel. **METHOD:** An ultraviolet spectrometric method has been adopted. The absorbance of the preparation was measured at 276nm, and the content of diclofenac sodium was calculated. **RESULTS:** The linear range was 5~ 30 $\mu\text{g}/\text{m l}$, the regression equation: $A = 0.03185c - 0.01323$; $r = 0.9999$ ($n = 6$). The average recovery from the sample was 100.42%, $\text{RSD} = 0.88\%$. **CONCLUSION:** The method is simple, reliable and suitable for the assay of the preparation.

KEY WORDS UV spectrophotometry; Diclofenac sodium; Determination

1% 双氯芬酸钠凝胶剂是我院研制的院内制剂, 用于镇痛和治疗关节炎及类风湿关节炎。本文以紫外分光光度法测定双氯芬酸钠的含量, 为控制药品质量提供了依据。

1 仪器与试剂

美国 HP-8452A 紫外分光光度仪; 双氯芬酸钠对照品(中国医药研究开发中心提供); 双氯芬酸钠粉(北京医药物资供应公司); 双氯芬酸钠凝胶剂(本院自制)。

2 方法与结果

2.1 测定波长的选择

精密称取双氯芬酸钠原料适量, 用 0.002mol/L 氢氧化钠液溶解于 100ml 容量瓶中, 定容, 制成每 ml 含双氯芬酸 20 μg 的溶液。以上述氢氧化钠溶液为空白, 在 200~320nm 波长间进行扫描, 双氯芬酸钠在 276nm 波长处有最大吸收; 另精密称取双氯芬酸钠凝胶制成相同浓度的溶液, 同法操作在 276nm 波长处有相同的最大吸收, 故选择 276nm 为测定波长。

2.2 辅料对测定的干扰试验

按处方比例, 精密称取除主药外的卡波姆-940, 三乙醇胺, 氮酮, 甘油等适量, 制成相当于主药浓度的溶液, 在 200~320nm 波长范围内扫描, 在 276nm 波长处, 辅料的吸收曲线为一直线, 无吸收峰, 对测定无干扰。

2.3 标准曲线的制备 参照文献^[1]精密称取 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的双氯芬酸钠对照品约 25mg, 置 100ml 容量瓶中, 加

0.002mol/L 氢氧化钠液溶液, 定容, 摇匀。精密量取本液 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0ml, 分别置 50ml 容量瓶中, 加上述氢氧化钠液至刻度, 摇匀, 在 $276 \pm 1\text{nm}$ 波长处分别测定吸收度(A), 以 A 对浓度 C 进行线性回归, 得回归方程为 $A = 0.03185c - 0.01323$; $r = 0.9999$ ($n = 6$)。结果表明, 双氯芬酸在 5~ 30 $\mu\text{g}/\text{m l}$ 浓度范围内, 吸收度与浓度呈良好的线性关系, 符合比尔定律。

2.4 稳定性试验 取上项四个不同浓度的溶液(1.0, 2.0, 3.0, 4.0ml) 于室温下立即测定与放置 2, 4, 6, 8, 24h 测定, 吸收度几乎无变化, 说明本品的氢氧化钠溶液在 24h 内稳定。

2.5 样品测定与回收率试验 含量测定方法 精密称取凝胶剂 0.15g (含双氯芬酸 1.5mg) 于 100ml 容量瓶中, 用 0.002mol/L 氢氧化钠液溶解, 定容, 过滤, 取续滤液于 276nm 波长处测定吸收度, 以上述氢氧化钠液作空白, 测得吸收度 A 代入回归方程, 求出浓度 C, 按 $C \times 6.6667$ 计算主药的百分标示量。

2.5.1 样品测定 用上述方法对 5 批样品进行含量测定, 每批二份平行操作, 计算结果见表 1。

表 1 样品测定结果

批号	981006	981026	981102	981130	981225
相当标示量%	101.24	98.26	96.45	101.38	102.40

2.5.2 回收率试验 按处方比例配成空白凝胶, 精密加入

双氯芬酸钠, 照样品测定方法操作, 结果见表 2, 平均回收率为 100.42%, RSD= 0.88% (n= 5)。

表 2 回收率试验结果(n= 5)

编号	加入量 (mg)	实测值 (mg)	回收率 %	平均回收率 %	RSD %
1	1.0531	1.0498	99.69		
2	1.0237	1.0429	101.88		
3	1.0122	1.0336	100.14	100.42	0.88
4	1.0100	1.0084	99.84		
5	1.0346	1.0405	100.57		

3 小 结

用本法测定双氯芬酸含量, 操作简便, 有良好的重现性, 用于凝胶剂中测定结果尚为满意。

收稿日期: 2000- 08- 07