

表2 样品测定结果(n=3)

样品号	标示量(%)	
	单波长法($\bar{X} \pm SD$)	双波长法($\bar{X} \pm SD$)
1	100.7 \pm 0.17	100.3 \pm 0.20
2	101.9 \pm 0.28	101.2 \pm 0.23
3	100.3 \pm 0.24	99.8 \pm 0.0
4	102.4 \pm 0.19	102.1 \pm 0.16

四、讨论

1. 诺氟沙星葡萄糖注射液中,葡萄糖的分解产物 5-HMF 的量受多种因素(如灭菌的压力、温度、时间,溶液的 pH 值,贮存时间等)影响,不同批号 5-HMF 量不同,导致其对诺氟沙星含量测定的干扰程度亦不同,本文用双波长分光光度新算法,不经分离,直

接测定诺氟沙星的含量,有效地消除 5-HMF 的干扰。

2. 本法简便快速,以 0.1mol/L 盐酸为溶剂,吸收波长和吸收度都较稳定,测定结果准确可靠,适于该制剂的定量。

3. 本文所作工作方程在不同仪器、不同工作条件下可能有所不同,需另行校测。

参考文献

- [1] 胡昌良等. 中国药学杂志,1991,26(5):278
- [2] 张丽如等. 华西药学杂志,1993,8(3):179~180
- [3] 林峰等. 中国药学杂志,1990,25(3):161~162
- [4] 中国药典(二部). 1990. 601
- [5] 柏干荣等. 中国医院药学杂志,1993, 13(2): 7~73

紫外分光光度法测定双氯灭痛滴眼液的含量

湖北医科大学附一院药学部(武汉 430060) 潘细贵 王者芬 尹武华

摘要 本文采用紫外分光光度法测定了双氯灭痛滴眼液的含量,方法简便迅速,回收率高,重现性好

关键词 双氯灭痛 滴眼液 含量测定 紫外分光光度法

双氯灭痛(Diclofenac Sodium)是一种非甾类消炎镇痛药,国外已研制双氯灭痛滴眼液并用于临床,主要治疗结膜炎、角膜炎、巩膜炎等国内尚未见有关报道,笔者根据临床需要配制了双氯灭痛滴眼液,并用紫外分光光度法测定双氯灭痛滴眼液的含量,取得满意效果,兹将结果报告如下。

1 仪器与试剂

UV-265(日本岛津),UV-260(日本岛津),LIV-2201(日本岛津),UV-751G,(上海分析仪器厂),UV-751GA(上海分析

仪器厂)。

双氯灭痛对照品及原料(湖北潜江制药厂提供),双氯灭痛滴眼剂(本院制剂室生产),pH7.8 磷酸盐缓冲液按中国药典(90版)二部附录173页配制。

其它试剂均为AR。

2 方法及结果

2.1 测定溶剂及波长的选择 精密称取干燥至恒重的双氯灭痛对照品 0.0500g,于 100 ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度即得 500 μ g/ml 的标准液。再分别吸取 2.0ml 至 100 ml 量瓶中,分别以蒸馏水,0.01 mol/L NaOH,pH7.8 磷酸盐缓冲液,无水乙醇配成 10 μ g/ml 的溶液于 UV-265 上 200-400nm 范围内扫描(图 1)结果表明:以蒸馏水,0.01mol/L NaOH,pH7.8 磷酸盐缓冲液为

溶剂时在 276 ± 1 nm 有最大吸收, 但 pH7.8 缓冲液吸收值略高, 以无水乙醇为溶剂时在 284 ± 1 nm 有最大吸收, 同时配制不含双氯灭痛的空白溶液, 辅料对双氯灭痛测定无干扰、考虑到双氯灭痛为水溶液, 故选择 pH7.8 磷酸缓冲液为溶剂, 276 ± 1 nm 为测定波长。

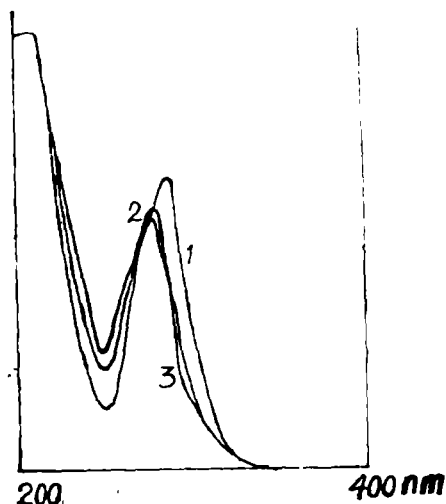


图1 双氯灭痛紫外吸收图谱

- 1 无水乙醇 2 pH7.8缓冲液
- 3 0.01mol/LNaOH或蒸馏水

2.2 线性范围确定 精密吸取双氯灭痛标准液适量, 以 pH7.8 磷酸盐缓冲液配成 6、8、10、12、16 $\mu\text{g/ml}$ 的溶液, 在 276 ± 1 nm 处测定吸收值, 以吸收度 A 和浓度 C 进行线性回归, 其回归方程为 $C = 29.62A - 0.014$ ($r = 0.9999$) 表明在 6-16 $\mu\text{g/ml}$ 范围内线性关系良好。

2.3 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ 测定 取上述 8、12 $\mu\text{g/ml}$ 两种浓度的溶液分别于五台不同型号仪器上测定, 计算 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ 如表 1。

2.4 回收率试验 按处方比例称取不含双氯灭痛的辅料, 精密加入双氯灭痛, 用 pH7.8 磷酸缓冲液配成 8、10、16 $\mu\text{g/ml}$ 的溶液测定吸收值 A 以 $E_{1\%}^{1\text{cm}}:339$ 计算回收率, 平均回收率 100.2% RSD 为 0.7% $n = 6$ 。

表1 不同仪器测定 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$

型号	$E_{1\%}^{1\text{cm}}$ 值		$E_{1\%}^{1\text{cm}}$
	8($\mu\text{g/ml}$)	12($\mu\text{g/ml}$)	
UV-265	337.6	338.2	
UV-260	339.5	339.9	
UV-2201	338.6	337.8	339
UV-751G	339.0	339.5	
UV-751GA	340.2	341.0	

2.5 稳定性试验, 取上述 12 $\mu\text{g/ml}$ 的溶液于室温, 正常光照条件下于 0、4、6 h 测定, 吸收光谱和吸收度均无变化。

2.6 样品的含量测定 精密吸取双氯灭痛滴眼液 1.0 ml 于 100 ml 量瓶中, 以 pH7.8 磷酸盐缓冲液稀释至刻度, 以 pH7.8 磷酸缓冲液为空白于紫外分光光度计 276 ± 1 nm 处测定吸收度, 按 $E_{1\%}^{1\text{cm}}:339$ 计算, 如表 2。

表2 样品测定结果 ($n = 3$)

批号	含量(%)
940315	99.3
940406	98.5
940514	101.4
940520	100.2

3 讨论

3.1 本文采用紫外分光光度法测定双氯灭痛滴眼液的含量, 准确快速, 稳定, 回收率为 100.2%, RSD% 为 0.7%。

3.2 由于双氯灭痛滴眼液 pH 在 7.5 左右, 故选择 pH7.8 磷酸盐缓冲液为溶剂, 276 ± 1 nm 为测定波长。

参考文献

- [1] 陈云飞. 双氯灭痛制剂研究进展. 1991, 26(12);