

424:435

- [15] Kenley RA, et al. Multidimensional column - switching liquid chromatographic method for dissolution testing of enprostil soft elastic gelatin capsules. *J Pharm Sci*, 1986, 75(10):999
- [16] Conley D L, et al. Automated high - performance liquid chromatographic column switching technique for the online clean - up and analysis of drugs in topical cream formulations. *J. Chromatogr*, 1983, 257(2): 337
- [17] Hogendoorn EA, et al. Residue analysis of the herbicides J. cyanazine and bentazone in sugar maize and surface water using high - performance liquid chromatography and an on - line clean - up column - switching procedure. *J Chromatogr*, 1989, 475: 432
- [18] Billiet HA, et al. Separation and identification of illicit heroin samples by liquid chromatography using an alumina and C18 coupled column system and photodiode array detection. *J Chromatogr*, 1986, 368:351
- [19] Hirukawa M et al. Simple free amino acid separation by reversed - phase ion - pair liquid chromatography using column switching technique. *J Liq Chrom*, 1988, 11: 1741
- [20] Olsson M, et al. Comparasion of liquid chromatographic selectivity for polycyclic abomatic hydrocarbons on cyclodextrin and C18 bonded phases. *J Chromatogr*, 1989,

477:277

- [21] Fielden PR, et al. Selective determination fo benzo[α] pyrene in petroleum - based products using multi - column liquid chromatography. *J Chromatogr*, 1989, 479:117
- [22] van de Merbel NC, et al. On - line dialysis sample - preparation techinque for column liquid chromatography. *TrAC*, 1993, 12(6):249
- [23] Turnell DC, et al. Automated sequential process for preparing samples for analysis by high - performance liquid chromatography. *J Chromatogr*, 1987, 395:613
- [24] Aerts MML, et al. Monitoring of veterinary durg residues by a combination of continuous flow techniques and highperformance liquid chromatography. *J Chromatogr*, 1988, 435:97
- [25] Aerts MML, et al. On - line combination of dialysis and column - switching liquid chromatography as a fully automated sample preparation technique for biological samples. *J Chromatogr*, 1990, 500:453
- [26] Hagknaka J, et al. Automated precolumn derivatization of amino acids with ortho - phthalaldehyde using a hollow - fibre membrane membrane reactor. *J Chromatogr*, 1990, 502:317.
- [27] 吴玉田, 等. UV/Vis - W 褶合光谱仪研究. *光学仪器*. 1995, 17(2):21

吸收系数法测定尼美舒利片的含量

潘 旭 初

(湖北省药学会 武汉 430064)

尼美舒利是一种新的非甾体抗炎镇痛药物临床上用于治疗类风湿关节炎、骨关节炎、外伤和手术后的消炎、镇痛等,尤其适用于治疗急性炎症。该药疗效好、副作用小、安全性大^[1,2]。于1985年首先在意大利上市,随后美国、西德等国家相继上市。我国也已研制成功。有关尼美舒利及其片剂的含量测定方法,国内尚未见报道,本文研究紫外分光光度法的吸收系数法测定尼美舒利片的含量,结果表明本法简便、快速、准确,兹将结果报道如下。

一、仪器与试剂

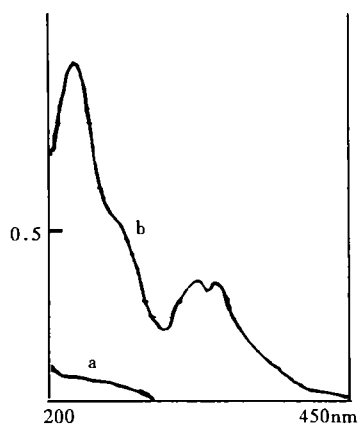
岛津 UV - 265 紫外分光光度计,岛津 UV - 260 紫外分光光度计,岛津 UV - 220 紫外分光光度计,751G 型紫外分光光度计,753W 型紫外分光光度计。乙醇(分析纯,上海振兴化工厂)。尼美舒利对照品:同济医科大学药学院提供,尼美舒利片,同济医科大学制药厂提供。

二、方法和结果

(一)测定波长的选择

精密称取干燥至恒重的尼美舒利对照品 500mg,置于 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L HCl 溶液 3ml,加乙醇溶解至刻度,即得 500 μ g/ml

的标准液,再稀释成 15 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液于 UV-260 型紫外分光光度计上扫描。尼美舒利在 298nm 处有最大吸收(附图),故以 298nm 作为检测波长,同时按处方量称取相应量的辅料,同样溶解过滤后,进行测定。可见辅料在 298nm 无吸收。



a 辅料 b 尼美舒利

附图:尼美舒利吸收图谱

(二)标准曲线的绘制

精密吸取尼美舒利标准液 2、3、4、5、6ml 分别置于 100ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸

液 3ml,用乙醇稀释至刻度,即得 10~30 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围的系列标准液,于 298nm 处测定吸收值,以吸收值和浓度进行线性回归,其回归方程为:

$$A = 0.0068 + 0.02510C \quad (r = 0.9999)$$

(三)吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)的测定

取标准曲线项下 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的两个样品分别于 5 台不同型号的紫外分光光度计上测定计算 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (如表 1)

表 1 不同型号仪器测定尼美舒利 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 值

仪器型号	$E_{1\text{cm}}^{1\%}$		平均 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$
	10($\mu\text{g}/\text{ml}$)	20($\mu\text{g}/\text{ml}$)	
UV-260	254.6	255.0	254
UV-265	255.0	254.8	
UV-2201	253.8	254.1	
751G	253.3	254.5	
753W	255.4	253.7	

(四)回收率试验

精密称取尼美舒利对照品适量,模拟片剂处方加入相应辅料,混合研细,加乙醇溶解、滤过、弃去初滤液,取续滤液用乙醇(含 3% 的 0.1mol/L HCl 溶液稀释成的 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$,于 298nm 处测定吸收值,按($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)254 计算,结果如表 2。

表 2 尼美舒利片剂回收率结果(n=3)

加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	$\bar{X} \pm S$ (%)	RSD(%)
25.1	25.13	100.1	99.7 ± 0.5	0.5
25.5	25.42	99.7		
50.2	50.01	99.6		
50.5	50.07	99.2		
100.9	101.3	100.4		
101.2	100.2	99.0		

(五)稳定性试验

取 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液于室温,正常光照情况下分别于 0、1、2、4、8、24h 测定,其吸收图谱和吸收值几无变化。

(六)样品含量测定

取尼美舒利片 10 片,精密称重、研细、精密称取适量(约含尼美舒利 20mg),于 100ml 量瓶中加乙醇溶解其药物(可微热),过滤,取

续滤液 5ml 于 500ml 量瓶中加乙醇(含 3% 的 0.1mol/L HCl)至刻度,摇匀,于 298nm 处测定吸收值,按 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 254 计算片剂的含量(如表 3)

三、讨论

1. 本法用于测定尼美舒利片的含量,方法简便、快速、结果准确。可作为尼美舒利片的含量测定方法。

表3 尼美舒利片含量测定结果

批号	标示量(%)
951105	99.2
960112	98.5
960313	101.3
960405	102.5

2. 由于尼美舒利在乙醇中紫外吸收光

谱有漂移。测定值不稳定,在乙醇中加入3%的0.1mol/L HCl可消除漂移,测定值至少24h内稳定。

参考文献

- [1] 汤文路. 新型消炎药—尼美舒利. 中国药理学通报, 1996;12(1):86
 [2] 裘军, 陈邦银, 张进芳, 等. 国产尼美舒利药效学研究. 中国药理学通报, 1993;9(6):468

转换曲线分光光度法测定止痒酊中水杨酸和苯酚的含量

冯志祥 李 记 郭 军

(解放军第153医院药剂科 郑州 450065)

摘要 采用转换曲线分光光度法,根据吸收度的加和性同时测定了止痒酊中水杨酸和苯酚的含量,测定波长范围为255~270nm。本方法简便,结果可靠。

关键词 转换曲线分光光度法;水杨酸;苯酚;止痒酊

Determination of salicylic acid and phenol in tinctura antipruritic by turnover curve spectrophotometry

Feng Zhixiang Li Ji Guo Jun

(Pharmacy Department, No. 153 Hospital of PLA Zhengzhou 450065)

ABSTRACT Based on the additivity of absorbances, a turnover curve spectrophotometry was used for the determination of salicylic acid and phenol in tinctura antipruritic in the range of wavelengths from 255nm to 265nm. The method was simple and reliable.

KEY WORDS turnover curve spectrophotometry, salicylic acid, phenol, tinctura antipruritic

止痒酊主要成分为水杨酸和苯酚^[1]。药典规定该二组分测定方法均为容量法^{[2],[3]},操作较繁琐。本文应用转换曲线分光光度法的原理和方法^[4]同时测定了止痒酊中水杨酸和苯酚的含量,方法简便,结果可靠。

一、仪器与试剂

岛津 UV-3000 紫外可见分光光度计(日本),水杨酸(药用规格,用丙酮重结晶2次,容量法测得含量为99.72%),苯酚

(AR),无水乙醇(AR),止痒酊(本院自制,处方为液化酚1g,薄荷脑1g,水杨酸2g,80%乙醇加至100ml)。

二、实验方法与结果

(一)测定波长的选择 分别精密称取干燥至恒重的水杨酸和苯酚及薄荷脑适量,以无水乙醇为溶剂,使成每ml分别含水杨酸105.0 μ g,苯酚40.24 μ g及薄荷脑40.35 μ g的溶液,在255~270nm波长内扫描,薄荷脑在该波长范围内几乎无吸收。再改变水杨酸吸