

荧光分光光度法测定萘丁美酮胶囊的含量

李玉兰 黄俊杰(深圳 518029 深圳市药品检验所)

摘要 目的:建立萘丁美酮胶囊的荧光测定法。方法:以无水乙醇为溶剂,采用荧光分光光度法测定萘丁美酮胶囊的含量,测定波长为 $E_x = 274.0\text{nm}$, $E_m = 355.0\text{nm}$ 。结果:平均回收率 99.91%, RSD 为 0.75%, 线性范围为 $0.01 \sim 2\mu\text{g/ml}$ 。结论:该方法简便、灵敏、准确,适用于萘丁美酮胶囊的含量测定。

关键词 荧光分光光度法;萘丁美酮胶囊;含量测定

Quantitative determination of nabumetone in the nabumetone capsules by spectrophotofluorimetry

Li Yulan(Li YL) , Huang Junjie(Huang JJ) (*Shenzhen Institute for Drug Control , Shenzhen 518029*)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the determination of nabumetone capsule by fluorescent spectrophotometry.

中国现代应用药学杂志 2001 年 2 月第 18 卷第 1 期

Chin JMAP, 2001 February, Vol. 18 No. 1 • 63 •

METHOD:Spectrophotofluorimetry was used to determine the content of nabumetone capsules at the fixed wavelength, $E_x = 274.0\text{nm}$, $E_m = 355.0\text{nm}$, in anhydrous ethanol. **RESULTS:**The average recovery is 99.91%, $RSD = 0.75\%$. The liner range is between $0.01 \sim 2\mu\text{g/ml}$.

CONCLUSION:The method is simple, sensitive and accuracy.

KEY WORDS spectrophotofluorimetry, nabumetone capsules, quantitative determination

萘丁美酮胶囊为一新型非甾体抗炎药,该药是一种非酸性药物前体,在肝脏内被迅速代谢为作用更强的化合物,其体内主要活性代谢物能抑制前列腺素的生物合成,具有较强的解热镇痛和抗炎作用。临床上主要用于治疗类风湿性关节炎,骨关节炎。该药对胃的刺激远远小于萘普生、吲哚美辛和阿司匹林。其含量测定主要采用紫外分光光度法^[1]。本文采用荧光分光光度法测定萘丁美酮胶囊的含量,该法稳定性好,操作简便、快速、灵敏,适用于萘丁美酮胶囊的含量测定。

1 仪器与试剂

RF-5000 荧光分光光度计(日本岛津);UV-2201 紫外可见分光光度计(日本岛津);萘丁美酮对照品(西南制药股份有限公司,纯度为100.0%);萘丁美酮胶囊(市售品,规格为0.25g/粒);无水乙醇(分析纯);辅料均为药用辅料。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备

精密称取105℃干燥至恒重的萘丁美酮对照品10mg置于100ml量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制成100 $\mu\text{g/ml}$ 的萘丁美酮对照品溶液。

2.2 激发波长和发射波长的选择

精密吸取对照品溶液适量,用无水乙醇稀释至适当浓度,在RF-5000荧光分光光度计上,以1cm石英池进行激发波长和发射波长的扫描。结果表明:萘丁美酮的荧光光谱有两个激发波长236.8和274.0nm,发射波长为355.0nm。选择波长274.0nm为激发波长,可减少光分解的量。因此,测定条件选用以无水乙醇为溶剂,激发波长和发射波长分别为 $\lambda_{ex} = 274.0\text{nm}$ 和 $\lambda_{em} = 355.0\text{nm}$ 为萘丁美酮胶囊荧光光度法的测定条件。

2.3 标准曲线的绘制

精密吸取萘丁美酮对照品溶液适量,用无水乙醇稀释至不同浓度(0.01,0.05,0.5,1.0和2.0 $\mu\text{g/ml}$),以无水乙醇为空白。测定荧光强度 F ,按上述测定条件求得 c 与 F 的线性回归方程为: $F = 361.994c + 8.5166$, $r = 0.9999$ 。

结果表明,萘丁美酮溶液在0.01~2.0 $\mu\text{g/ml}$ 浓度范围内线性良好。

2.4 萘丁美酮在无水乙醇溶剂中的荧光稳定性

取萘丁美酮对照品溶液适量,加无水乙醇稀释至浓度1.0 $\mu\text{g/ml}$,室温下放置0.5,1,2,4,8,2,36和48h,测定荧光强度 F ,其 RSD 为0.56%,表明萘丁美酮溶液的荧光强度至少可以稳定48h。

2.5 回收试验

精密称取萘丁美酮对照品适量,按处方比例加入辅料,混匀制成模拟制剂。在上述分析条件下按样品含量测定法测定,其平均回收率为99.91%, RSD 为0.75%。见表1。

表1 回收率实验结果

加入量/g	测得量/g	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
0.2507	0.2503	99.84		
0.2521	0.2543	100.87		
0.2496	0.2466	98.80	99.91	0.75
0.2512	0.2509	99.88		
0.2543	0.2547	100.16		

2.6 重复性试验

为考察方法的重复性,取批号990202的样品6份,照“样品测定”项下的方法试验,对测定结果进行数据处理 $RSD = 0.73\%$ 。

2.7 方法专属性试验

在所用的分析条件下,经试验样品辅料无荧光,对萘丁美酮的测定不产生干扰。

2.8 样品测定

取萘丁美酮胶囊20粒,按药典方法^[2]测定其平均装量,再将内容物混合均匀,并研细。精密称取适量(约相当于萘丁美酮50mg),置100ml量瓶中,用无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,过滤。精密吸取续滤液适量,用无水乙醇稀释至约1 $\mu\text{g/ml}$,按平均装量计算,求得胶囊中萘丁美酮的含量,与部颁标准紫外法相比较,结果表明,本法与紫外法结果相近。见表2。

表2 样品测定结果/ $n = 5$

批号	荧光法	紫外法
980303	99.53	99.49
980702	100.81	100.82
990102	98.73	98.77
990202	99.86	99.90
平均 RSD/%	0.53	0.66

参考文献

- 1 卫生部药品标准(试行). WS-008(X-8)92.
- 2 中国药典. 二部. 1995: 附录6.

收稿日期:2000-03-07