

格列齐特胶囊的紫外分光光度法测定

缪华蓉

(浙江省嘉兴市药品检验所, 嘉兴 314001)

关键词 格列齐特; 格列齐特胶囊; 紫外分光光度法

格列齐特化学名称为 1-[3-氮杂双环

(3.3.0)辛基]-3-对甲苯磺酰脲, 是第二代口服磺脲类降血糖药。在卫生部批准的新药标准^[1]中, 原料药及胶囊剂的含量测定方法均采用非水溶液电位滴定法。本文采用紫外分光光度法, 测定了格列齐特胶囊的含量, 操作简便、快速、灵敏, 结果满意。

1 仪器与试药

1.1 仪器

岛津 UV-265 紫外分光光度计。

1.2 药品

格列齐特对照品(含量 99.6%, 由原料药精制而成)、格列齐特胶囊、乳糖、淀粉、硬脂酸镁等均由浙江穗轮药业有限公司提供; 95%乙醇为分析纯。

2 实验部分

2.1 测定条件的选择

2.1.1 紫外吸收光谱 精密称取格列齐特对照品适量, 用乙醇配制成 10 μg/ml 的溶液, 摆匀。另取乙醇为空白, 在 200~400 nm 波长范围内描绘紫外吸收光谱图, 结果在 228 nm 处有最大吸收, 故确定 228±1 nm 为测定波长。

2.1.2 干扰检查 按处方量制成模拟药粉(其中不含格列齐特), 取量为约相当于含格列齐特 12.5 mg 的处方量辅料, 不同回收试验项下操作, 测定紫外图谱, 见图 1, 辅料在

此波长范围内没有干扰吸收。



Fig 1. UV spectrum

1. auxiliary substances; 2. sample

2.1.3 稳定性考察 取上述格列齐特乙醇液(浓度 10 μg/ml), 分别于配制后 0.25、2、4、8、24 h, 在 228 nm 波长处测定吸收度, 结果表明, 本品在 24 h 内吸收度无变化。

2.1.4 线性关系 精密称取格列齐特对照品 0.02 g, 置于 200 ml 量瓶中, 加乙醇适量, 水浴微温溶解, 放冷至室温, 用乙醇定容至刻度, 摆匀。再精密吸取此溶液 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0 ml 分置于 25 ml 量瓶中, 加乙醇至刻度, 摆匀。以乙醇作空白, 于 228 nm 波长处测定其吸收度, 以吸收度(A)对浓度(C)作线性回归, 结果表明浓度在 6~16 μg/ml 范围内, 吸收度与浓度呈良好的线性关系, 其回归方程为: $A = 0.17346C - 0.0241$,

=0.9999($n=6$)。

2.2 回收试验

按该药处方量精密称取格列齐特适量与辅料(乳糖、淀粉、硬脂酸镁)配制成模拟药粉(取量约相当于含格列齐特12.5 mg)置于50 ml量瓶中,加乙醇适量,水浴微温溶解,放冷

至室温,加乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过。精密量取续滤液1.0 ml于25 ml量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。按紫外分光光度法^[2]试验,以乙醇作空白,在228 nm波长处测定吸收度,并代入回归方程,计算回收率,结果见表1。

Tab 1. Recovery of gliclazide in capsules($n=10$)

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Added, mg	12.50	12.24	13.20	11.70	12.84	15.60	15.48	15.71	15.45	14.70
Measured, mg	12.51	12.20	13.35	11.78	12.75	15.85	15.42	15.85	15.55	14.83
Recovery, %	100.1	99.7	101.1	100.7	99.3	101.6	99.6	100.9	100.6	100.9
Mean, %	100.4									
RSD, %	0.7									

2.3 样品测定

取本品20粒,倾出内容物,混匀,计算平均装量,精密称取适量(约相当于格列齐特12.5 mg),置50 ml量瓶中,加乙醇适量,水浴微温溶解,放冷至室温,加乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液1 ml于25 ml量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。测定吸收度(同“2.2”项下),以外标法计算,结果(标示量%)见表2。

本法的测定结果与卫生部批准的方法结果比较,见表2。

Tab 2. Results of sample analysis and compared with primary standard

Batch No.	This method, %	Primary standard, %
960101	107.0	106.6
960102	106.8	105.5
960103	104.5	103.4

3 讨 论

1) 格列齐特在水中不溶,在乙醇中微

溶^[1],故选用乙醇作紫外分光光度法测定的溶剂,水浴微温可使格列齐特在不到30 min内溶解完全。

2) 卫生部药品标准中,原料药及胶囊均采用非水溶液电位滴定法测定含量,方法较繁琐,并且经试验,终点突跃并不明显,而且非水溶剂及高氯酸滴定液受气温、环境影响较大,对实验室的环境要求较高,引入误差的因素较多。而本文方法操作简便、快速,适用于厂家的半成品及成品分析,与卫生部标准相比,测定结果略高于卫生部标准的测定值,但无明显差异。

参 考 文 献

- 中华人民共和国卫生部药品审评委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准(试行), 1993. WS-2401(X-200)-93
- 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典. 二部. 北京: 化学工业出版社; 广州: 广东科技出版社, 1995. 18

Ultraviolet Spectrophotometry of Gliclazide Capsule

Liao Huarong

Jiaxing Institute of Drug Control, Jiaxing 314001

Abstract This paper reports the ultraviolet spectrophotometry of Gliclazide in Capsule. The method is sensitive and rapid. There is a linear correlation in the range 6~16 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ($r=0.9999$), the coefficient of variation is less than 1.0% ($n=6$) and the average recovery is 100.5%. © 1994-2015 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. <http://www.cnki.net>

Key words Gliclazide; Gliclazide capsule; Ultraviolet spectrophotometry