

Determination of diclofenac sodium by HPLC method

Gong Wentao Chen Chen*

Shenyang Normal University, Shenyang

Abstract: Objective: to determine the content of diclofenac sodium in diclofenac sodium suppository by high performance liquid chromatography (HPLC). Methods: the chromatographic column was Hypersil GOLDC1s (250 mm×4.6 mm, 5μm), the mobile phase was 0.1 mol/L glacial acetic acid solution - ethylene (50:50), and the detection wavelength was 282 nm. Results: the average recovery rate of diclofenac sodium was 99.31%, RSD=0.83% (n=5), and the mass concentration had a good linear relationship with the peak area in the range of 63.2~ 147.2ug /mL. Conclusion HPLC method is simple, fast and accurate.

Key words: High performance liquid chromatography; Diclofenac sodium suppository; Diclofenac sodium; Content determination

Received: 2019-07-28; Accepted: 2019-08-15; Published: 2019-08-17

基于 HPLC 法的双氯芬酸钠测定

龚文涛 陈 晨*

沈阳师范大学, 沈阳

邮箱: cc2019@163.com

摘 要: 目的: 采用高效液相色谱 (HPLC) 法测定双氯芬酸钠栓中双氯芬酸钠的含量。方法: 色谱柱为 Hypersil GOLD C1s 柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 以 0.1 mol/L 冰醋酸溶液 - 乙腈 (50: 50) 为流动相, 检测波长为 282 nm。结果: 双氯芬酸钠的平均回收率为 99.31%, RSD=0.83% (n=5), 质量浓度在 63.2~147.2 μg/mL 范围内与峰面积线性关系良好。结论 HPLC 法简便、快捷、准确。

关键词: 高效液相色谱法; 双氯芬酸钠栓; 双氯芬酸钠; 含量测定

收稿日期: 2019-07-28; 录用日期: 2019-08-15; 发表日期: 2019-08-17

Copyright © 2019 by author(s) and SciScan Publishing Limited

This article is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/).

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>



部颁标准中双氯芬酸钠栓的含量测定采用容量法, 但需多次提取, 操作烦琐, 且采用紫外可见分光光度法测定的误差较大。笔者采用高效液相色谱 (HPLC)

法测定其含量，报道如下。

1 仪器与试药

Waters 高效液相色谱仪，包括 515 高效液相输液泵、2487 紫外检测器、NS2000 色谱工作站。双氯芬酸钠对照品（中国药品生物制品检定所，批号为 100334-200302，供含量测定用）；双氯芬酸钠栓（市售品）；乙腈（色谱纯）；水（重蒸馏水），冰醋酸、乙醇（分析纯）。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱：Hypersil GOLDC1s 柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）；流动相：0.1 mol/L 冰醋酸溶液-乙腈（50：50）；检测波长：282 nm；流速：1 mL/min；进样量：20 μL。在此条件下，理论塔板数按双氯芬酸钠峰计不少于 2000，分离度大于 2，色谱图见图 1。

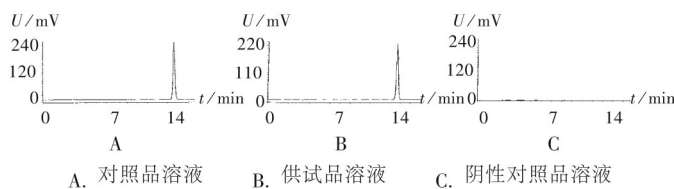


图 1 高效液相色谱图

2.2 溶液制备

取对照品 25 mg，精密称定，置 50 mL 量瓶中，加水适量，振摇使溶解，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取适量，用 50% 乙醇溶液稀释制成 0.1 mg/mL 的对照品溶液。取样品 10 粒，精密称定，在水浴上温热融化，在不断搅拌下冷却至室温，切碎，混匀，精密称取适量（约相当于双氯芬酸钠 25 mg），置 50 mL 量瓶中，加水适量，置水浴加热使双氯芬酸钠溶解，放冷至室温，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5 mL，置 25 mL 量瓶中，用 50% 乙醇溶解并稀释

至刻度，摇匀，即得供试品溶液。取双氯芬酸钠的空白样品 0.5 g，照供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。

2.3 方法学考察

线性关系考察：精密称取对照品适量，用水溶解成质量浓度为 0.5 mg/mL 的溶液，精密量取该溶液 3, 4, 5, 6, 7 mL，分别置 25 mL 量瓶中，用 50% 乙醇稀释至刻度，摇匀，取 20 μ L 注入高效液相色谱仪，以峰面积 Y 对质量浓度 X 进行线性回归，回归方程为 $Y=38091X-71021$ ， $r=0.9995$ ($n=5$)。结果表明，双氯芬酸钠质量浓度在 63.2~147.2 μ g/mL 范围内与峰面积线性关系良好。

精密度试验：分别取 0.1 mg/mL 的对照品溶液，重复进样 5 次。结果峰面积的 RSD 为 0.67% ($n=5$)。

稳定性试验：取同一供试品溶液，于放置 0.5, 2.0, 4.0, 8.0, 12h 时进样测定。结果峰面积的 RSD 为 1.6% ($n=5$)，表明供试品溶液在 12h 内稳定。重复性试验：取同一批号的样品 5 份，依法测定。结果平均含量为 98.2%，RSD=1.1% ($n=5$)，表明方法重复性良好。

加样回收试验：精密称取已知含量的样品，分别精密加入双氯芬酸钠适量，照供试品溶液制备方法制备溶液并测定，计算回收率。结果见表 1。

表 1 双氯芬酸钠加样回收试验结果 ($n=6$)

称样量(g)	样品含量(μ g/mL)	加入量(μ g/mL)	测得量(μ g/mL)	回收率(%)	\bar{X} (%)	RSD(%)
0.255 4	49.76	60.04	109.13	98.88	99.31	0.83
0.261 0	50.32	60.04	110.24	99.80		
0.260 2	50.00	50.04	99.31	98.54		
0.255 7	48.92	50.04	99.34	100.76		
0.257 0	49.76	40.03	89.33	98.85		
0.258 5	49.92	40.03	89.56	99.03		

2.4 样品含量测定

依法测定 3 批样品，按外标法以峰面积计算含量，并与原方法比较。结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果($n=3$)

批号	含量(标示量的%)	
	HPLC 法	原方法
071109	98.8	96.8
071111	99.1	96.4
071110	98.4	95.8

3 讨论

用不同的液相色谱仪和不同厂家的 C18 柱进行测定, 均能获得较好的色谱行为, 表明本法适用性强、重现性好。HPLC 法简便、快捷、准确, 可用于该产品的质量控制在。

参考文献

- [1] WS1-(x-162)-97Z, 中华人民共和国卫生部药品标准·新药转正标准(第十一册) [S].
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(二部) [M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 60.
- [3] 张晓春. 滴定法测定双氯芬酸钠栓含量 [J]. 中国药业, 1999, 8(2): 18.