

2000-02-28

Determination of Diclofenac in Voltalin Tablets by Differential Pulse Voltammetry

Gui-fen WANG

Yuan-zhe PIAO

Recommended Citation

Gui-fen WANG, Yuan-zhe PIAO. Determination of Diclofenac in Voltalin Tablets by Differential Pulse Voltammetry[J]. *Journal of Electrochemistry*, 2000 , 6(1): Article 18.

DOI: 10.61558/2993-074X.3216

Available at: <https://jelectrochem.xmu.edu.cn/journal/vol6/iss1/18>

This Article is brought to you for free and open access by Journal of Electrochemistry. It has been accepted for inclusion in Journal of Electrochemistry by an authorized editor of Journal of Electrochemistry.

研究简报

微分脉冲伏安法检测扶他林片 中的双氯芬酸钠

王桂芬*, 朴元哲

(延边大学理工学院化学系 延吉 133002)

摘要 用微分脉冲伏安法在 +0.6 ~ +1.2 V(vs. SCE) 范围内对双氯芬酸钠盐酸溶液进行循环扫描, 发现在电位 0.9 V 处有一灵敏的氧化峰. 该氧化峰的峰电流与双氯芬酸钠的浓度 (5.0×10^{-7} ~ 6.0×10^{-6} mol/L) 呈良好的线性关系. 在 2.0×10^{-6} mol/L 双氯芬酸钠溶液中进行 10 次实验, 该峰的峰电流相对标准偏差为 3.5%. 用此法检测扶他林片中的双氯芬酸钠, 所得结果与紫外分光光度法测定的结果一致.

关键词 双氯芬酸钠, 玻碳电极, 微分脉冲伏安法

中国分类号: O 657.1

文献标识码: A

双氯芬酸钠(Diclofenac)是一种新型的强效消炎镇痛药^[1]. 目前, 其含量的测定方法主要有色谱法^[2]、光度法^[3~5]. 近年来, 采用电化学方法测定医药的研究越来越多^[6,7], 其方法具有简便、快速等特点. 我们发现双氯芬酸钠在玻碳电极上具有电化学活性. 在电位为 0.91 V 处出现一灵敏的氧化电流峰, 该峰的峰电流与双氯芬酸钠的浓度 (5.0×10^{-7} ~ 6.0×10^{-6} mol/L) 呈良好的线性关系 ($r = 0.9939$). 对浓度为 2.0×10^{-6} mol/L 的双氯芬酸钠, 平行测定 10 次其标准偏差 (RSD) 为 3.5%. 在不经样品分离的前提下, 直接测定扶他林片中的双氯芬酸钠, 所得结果与紫外分光光度法分析结果相符合.

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

BAS-100A 电化学系统(美国 BAS 仪器公司), 玻碳电极 (GCE $A = 0.196 \text{ cm}^2$) 为工作电极, 饱和甘汞电极为参比电极, 铂丝为对电极.

岛津 UV-265 紫外分光光度仪.

双氯芬酸钠对照品, 含量 99% (延边医学院提供): 用二次蒸馏水配成 1.0×10^{-3} mol/L 的储备液.

收稿日期: 1999-05-02; 修订日期: 1999-07-30

* 通讯联系人

实验所用其他试剂均为分析纯. 实验用水为二次蒸馏水.

1.2 实验步骤

取含一定量双氯芬酸钠溶液于电解池,以玻碳电极为工作电极(每次测定前,玻碳电极均需在抛光仪上打磨),饱和甘汞电极为参比电极,铂丝为辅助电极,组成三电极系统. 在零电位搅拌富集 60 s,再于在 +0.6 ~ +1.2 V (vs. SCE) 范围内进行微分脉冲阳极扫描,记录伏安曲线. 电位扫描速率 20 mV/s,脉冲电压 50 mV,脉冲周期 0.2 s.

2 结果与讨论

2.1 双氯芬酸钠的电化学行为

在 0.1 mol/L 的 HCl 底液中,对双氯芬酸钠进行连续循环伏安扫描,结果表明,循环第一圈,在 +0.9 V (vs. SCE) 处出现一灵敏的氧化峰 $p_a(1)$,此峰为双氯芬酸钠在玻碳电极上发生不可逆氧化而产生;第二圈开始,在较负的电位出现一对氧化还原峰,其峰电位分别为 $E_{p_a(2)} = +0.64$ V (vs. SCE)、 $E_{p_c(2)} = +0.56$ V (vs. SCE). 随扫描次数增加, $p_a(1)$ 峰电流急剧下降,而 $p_a(2)$ 、 $p_c(2)$ 均逐渐增高. 图 1 为双氯芬酸钠的连续两次循环伏安图.

循环伏安扫描后,将三电极用蒸馏水冲洗干净,置于 0.1 mol/L 的空白 HCl 底液中,再进行循环伏安扫描 $p_a(1)$ 消失,但仍出现 $p_a(2)$ 、 $p_c(2)$. 如将工作电极打磨抛光,再置于 0.1 mol/L 的空白 HCl 底液中循环扫描,则 $p_a(2)$ 、 $p_c(2)$ 消失. 芳胺类物质可发生电化学聚合^[8,9]. 上述实验表明, $p_a(2)$ 、 $p_c(2)$ 为双氯芬酸钠在玻碳电极形成的聚合物的电流峰.

2.2 双氯芬酸钠的检测

1) 底液的选择

对不同酸度的双氯芬酸钠溶液进行循环伏安扫描,结果表明,峰电流随底液酸度减小逐渐减小,最后氧化峰消失.

以 0.1 mol/L HCl 为底液时,测定双氯芬酸

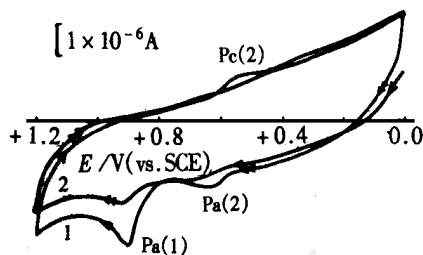


图 1 双氯芬酸钠在 0.1 mol/L HCl 溶液中玻碳电极上的连续两次扫描循环伏安图

Fig. 1 The twice continual sweeping scheme of diclofenac by cyclic voltammetry in 0.1 mol/L HCl solution at glassy carbon electrode

Base solution: 0.1 mol/L HCl
= 100 mV/s; Concentration of diclofenac: 1.0×10^{-5} mol/L;
CV (curve): <—first scan cycle
<<—second scan cycle

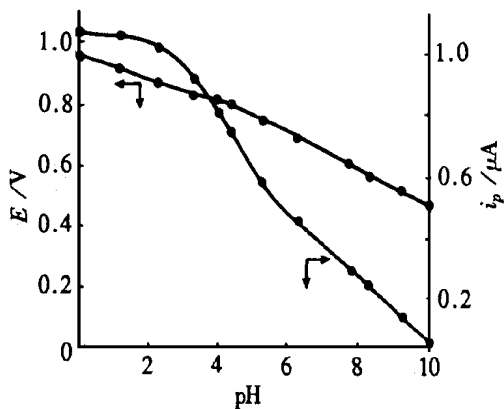


图 2 底液 pH 值对双氯酸钠伏安扫描 $p_a(1)$ 峰电位、峰电流的影响

Fig. 2 Effects of base solution pH on peak potential and peak current for the diclofenac by cyclic voltammetry

Concentration of the diclofenac: 1×10^{-5} mol/L; deposit time: 60 s Scanning rate; $v = 100$ mV/s

钠的灵敏度高,峰稳定,干扰较少.所以本文选用 0.1 mol/L HCl 为测定双氯芬酸钠的底液.图 2 示出底液 pH 值对双氯酸钠峰电位、峰电流的影响.

2) 实验结果

a) 体系的重现性 对于 1×10^{-5} mol/L 双氯芬酸钠溶液,若电极表面不经逐次处理而进行连续测定,其 $p_a(1)$ 将随测定次数增多而不断下降.如将工作电极浸于含较浓双氯芬酸钠的溶液中,在比 $E_{Pa(2)}$ 更正的电位下恒定 1 分钟,搅拌之后再继续进行 CV 扫描,则 $p_a(1)$ 变得很小.而将电极在抛光仪上打磨抛光后再测定,则 $p_a(1)$ 又恢复至原来的高度.因此每次测定前均需对电极进行打磨.对于 2.0×10^{-6} mol/L 的双氯芬酸钠进行平行测定(每次测定前均对电极进行抛光)10 次的相对标准偏差(RSD)为 3.5%.见表 1.

表 1 双氯芬酸钠伏安扫描重现性实验

Tab. 1 Experiment of repeatability for the diclofenac by cyclic voltammetry

测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	RSD/ %
峰电流/ 10^{-7} A	3.24	3.12	3.05	3.19	2.96	3.23	3.00	3.16	3.03	3.27	3.5

b) 线性 双氯芬酸钠的浓度在 $5.0 \times 10^{-7} \sim 6.0 \times 10^{-6}$ mol/L 范围内与 $p_a(1)$ 的微分脉冲伏安峰电流呈良好的线性关系 ($r=0.9939$).见图 3.

c) 检测限 方法的检测限为 1.0×10^{-7} mol/L.

d) 实际样品的检测与对比实验 取扶他林片 10 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于双氯芬酸钠 0.1 g),用二次蒸馏水溶解定容于 250 mL 容量瓶.

取该溶液 5 mL,用 0.1 mol/L HCl 定容于 1 L 容量瓶,摇匀.

取该溶液 10 mL 于电解池中,在上述条件下进行测定,七次测定的平均结果为 24.8 mg/片,紫外分光光度法测得结果为 24.9 mg/片,表明本方法的测定结果与紫外分光光度法的测量结果相一致.

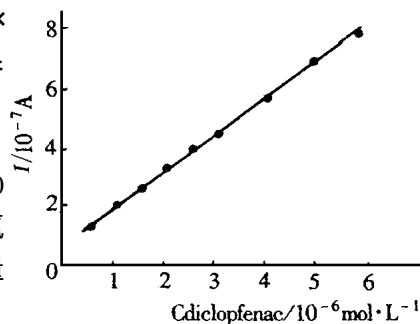


图 3 I_{p_k} 与双氯芬酸钠浓度的线性关系

Fig. 3 Linear dependence between I_{p_k} and Cdiclofenac for the diclofenac by Cyclic Voltammetry at GCE

厦门大学化学系胡荣宗副教授对本文提出宝贵意见,谨表谢意.

Determination of Diclofenac in Voltalin Tablets by Differential Pulse Voltammetry

WANG Gui-fen^{*}, PIAO Yuan-zhe

(*Department of Chemistry, College of Science and Technology,
Yanbian University, Yanji 133002*)

Abstract: Diclofenac, dissolved in a base solution of chlorhydric acid, showed a sensitive oxidation peak at 0.91 V (vs. SCE) when the solution was cyclically swept from +0.6 to +1.2 V (vs. SCE) by differential pulse voltammetry at GCE. There was a good linear relationship between the differential pulse peak current and the concentration of diclofenac in the range from 5.0×10^{-7} to 6.0×10^{-6} mol/L, and the relative standard deviation is 3.5% (n = 10). When determining the content of diclofenac in voltalin tablets, we have got the same results by this method as ultraviolet spectrophotometry.

Key words: Diclofenac, Glassy carbon electrode, Differential pulse voltammetry

References:

- [1] 新编药理学[M]. 人民卫生出版社, 第十四版, 1998, 158.
- [2] Santos S R C J, Donzell H, Bertoline M A, Pereira M D, Omosako C E, Porta V. Simplified micromethod for the HPLC measurement of diclofenac in plasma[J]. Braz. J. Med. Biol. Res., 1992, 25(2): 125.
- [3] Shakya Ashok K, Joshi Gopal K, Mishra Rradeep. Spectrophotometric determination of diclofenac sodium in pharmaceutical dosage forms[J]. Indian. J. Pharm. Sci., 1992, 54(1): 44.
- [4] 黄声勇, 李国香. 紫外分光光度法测定复方双氯灭痛注射液的含量[J]. 药物分析杂志, 1990, 10(4): 242.
- [5] 汤长明. 络合萃取-分光光度法测定复方制剂中双氯灭痛的含量[J]. 药物分析杂志, 1992, 12(5): 299.
- [6] 谭学才, 李耀华, 吴少尉. 托美汀的吸附伏安法研究[J]. 分析化学, 1998, 26(4): 439.
- [7] 于素华, 冷宗周, 胡效亚, 杨晨. 秋水仙碱在碳糊电极上的吸附伏安行为[J]. 分析化学, 1997, 25(10): 1217.
- [8] 董绍俊, 车广礼, 谢远武. 化学修饰电极[M]. 北京: 科学出版社, 1995: 342, 388.
- [9] 李元光, 袁倬斌. 聚 3,3'-二氨基联苯二胺修饰电极的制备及性质研究[J]. 分析化学, 1997, 25(1): 41.