

表 1。可见 3 种方法的回收率均比较理想,其中 A 法的回收率最好,C 法次之。

表 1 回收率实验结果($n=5$)

方法	回收率(%)				\bar{x} (%)		RSD(%)
A	96.92	100.78	100.66	98.80	102.76	99.98	2.21
B	101.23	102.61	102.09	102.00	104.89	102.56	1.36
C	97.03	98.72	98.16	98.85	97.90	98.13	0.74

3.2 重复性 3 种方法重复性实验结果见表 2。可见 C 法的重复性最好,A 法和 B 法重复性相当。此外,B 法测得的含量值明显比 A、C 法高。

表 2 重复性实验结果($n=5$)

方法	蒽醌含量均值(%)	RSD(%)
A	1.95	2.86
B	2.16	1.78
C	1.91	1.20

3.3 精密度 A、B、C 3 种方法的精密度分别为 0.74%、0.89%、0.45%。

3.4 稳定性 A 法在比色后 1~2h 内稳定,B 法在比色后 0~2h 内稳定,C 法基本上不存在稳定性问题,48h 内的吸收度均保持稳定。

4 讨论

有报道^[7]比较了 2 种比色法测定大黄中蒽醌类成分含量的结果,结果发现 B 法测得的含量为(2.60±0.07)%,而 A 法为(2.31±0.17)%,前者明显高于后者。本文的实验结果与这一报道基本相符。这一现象可能与 B 法的回收率偏高有关。

大黄蒽醌类成分的总量测定目前仍普遍采用经典的比色方法,但比色法由于操作较为繁琐,影响测定结果的人为因素较多,造成精密度和重复性不太

理想。更重要的是两种比色法的稳定性不佳,给实验操作带来诸多不便。因此,有人^[6]采用 HPLC 法分别测定 5 种蒽醌类单一成分的含量并计算总和来测定蒽醌类成分的总量,虽然可以解决上述问题,但需要同时应用 5 种标准品且工作量成倍增加,难以得到推广应用。本文实验结果证明,作者首次发现的直接测定法和比色法一样可用于测定逐瘀扶正胶囊中蒽醌类成分含量,而且与比色法相比具有以下优点:①省去了比色操作,更为简便快捷。②不存在比色法所存在的稳定性差的问题。③重复性和精密度优于比色法。直接测定法不仅可用于逐瘀扶正胶囊的含量测定,而且对于其它含有大黄的中药制剂的定量分析亦具有良好的方法学意义。

参考文献:

- [1] 张旭红,梅贤良. 大黄治疗慢性肾功能衰竭临床应用近况[J]. 时珍国医国药,2001,12(3):275.
- [2] 蒋工伟,陈香美,黎磊石. 大黄对体外肾小球系膜细胞生长的影响[J]. 中华肾脏病学杂志,1990,6(3):133.
- [3] 王跃生,陈馥馨,刘雪峰,等. 十种煎煮方法对大黄煎液中有有效成分含量的影响[J]. 中成药,1990,12(9):5.
- [4] 蒋孟良. 大黄总蒽醌含量测定方法的研究[J]. 湖南中医学院学报,1995,15(3):44.
- [5] 徐彦贵,何振海,高仲阳,等. 大黄滴眼剂的研制[J]. 中国药师,2001,4(2):92.
- [6] 魏俊峰,王乃婕,伍孝先,等. 测定大黄蒽醌类成分样品制备方法的研究[J]. 中草药,2001,32(11):993.
- [7] 郭澄,张纯,邵元福. 大黄蒽醌类成分含量测定方法的探讨[J]. 时珍国药研究,1998,9(3):223.

收稿日期:2003-05-26

旋光法测定盐酸左氧氟沙星片的含量

齐 菲(中国人民解放军第 406 医院,大连 旅顺 116041)

摘要 目的:对盐酸左氧氟沙星片剂的含量测定方法进行研究。**方法:**用旋光法测定盐酸左氧氟沙星片剂的含量,并将测定结果与紫外分光光度法比较。**结果:**在 2.5~15mg/mL 范围内,旋光度与浓度呈线性关系, $r=0.99996$,方法平均回收率为 99.89%, $RSD=0.92\%$ ($n=5$),与分光光度法相符。**结论:**本法简便快速准确,适于医院制剂的快速检验。

关键词 旋光法;盐酸左氧氟沙星片;含量测定

中图分类号:R927.2

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)05-0291-02

1 材料与试剂

自动指示旋光仪(上海物理光学仪器厂);53W

分光光度计(上海分析仪器厂);盐酸左氧氟沙星片(浙江新昌制药厂,规格:100mg)

2 方法与结果

2.1 回归方程的建立

精密称取盐酸左氧氟沙星对照品 0.125, 0.250, 0.375, 0.500, 0.625, 0.750g, 分别置于 50mL 量瓶中, 加水溶解后, 摇匀, 按中国药典 2000 版二部旋光法测其旋光度, 得回归方程: $A = -0.01133 + 0.08781C$, $r = 0.99996$ 。结果表明, 浓度在 2.5 ~

15mg/mL 范围内与旋光度呈良好的线性关系。

2.2 回收率试验 精密称取盐酸左氧氟沙星对照品适量, 并按处方配比加入辅料制成 5 份模拟样品, 置于 50mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 测定旋光度, 根据回归方程计算回收率。结果见表 1。由表 1 可知, 本品含量测定方法可行。

表 1 回收率试验结果 ($n=3$)

编号	加入量(g)	测得量(g)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	0.1189	0.1203	101.2		
2	0.2531	0.2513	99.29		
3	0.3819	0.3880	99.72	99.89	0.92
4	0.5015	0.4961	98.92		
5	0.6311	0.6328	100.3		

2.3 稳定性试验

2.3.1 放置时间对旋光度的影响 将 2.1 制得的盐酸左氧氟沙星溶液室温下避光放置, 测定 0, 1, 2, 4, 8, 12, 16, 20, 24h 后的旋光度。结果表明, 24h 内旋光度基本无变化。

2.3.2 温度对旋光度的影响 精密称取盐酸左氧氟沙星对照品 1g 左右, 置于 100mL 量瓶中, 加水至刻度摇匀, 分别在 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45℃ 测定其旋光度, 结果表明, 温度对旋光度的影响较小。

2.4 样品的测定

取盐酸左氧氟沙星片 20 片, 研细, 称取适量 (约相当于盐酸左氧氟沙星 0.3g), 置于 50mL 量瓶中, 加水溶解至刻度, 摇匀, 过滤。弃去初滤液, 取续滤液, 测其旋光度, 根据回归方程求浓度, 并求出相当于盐酸左氧氟沙星标示量的百分含量。结果见表

2。由表 2 可知, 主药含量均在标示量范围内 (90.0 ~ 110.0)。

表 2 样品测定结果及与紫外法比较 (相当标示量)

批号	旋光法(%)	紫外法(%)
000119	95.15	95.11
000526	99.71	99.65
000709	98.18	98.66
000911	100.1	100.2
001117	100.8	99.72

3 讨论

旋光法与紫外法测得的结果经 t 检验, 无显著性差异。用旋光法测盐酸左氧氟沙星片的含量, 操作简便迅速, 重现性好, 为药厂、医院对产品快速分析提供了另外一种可行的方法。

收稿日期: 2003-06-30

《药物流行病学杂志》2004 年征订启事

《药物流行病学杂志》由中国药学会主办, 是此边缘学科在我国乃至亚洲第一本公开发行的专业期刊。该刊为医药科研、生产、经营、使用和管理全面提供对药物有效性、安全性、经济性、适用性的评价信息。设有述评、药效评价、药物不良反应与安全用药、药物利用、国外进展、药物经济学、方法资源、讲座论坛和病例报道病案分析等栏目, 大 16 开本 60 页码, 每期定价 5 元, 全年 30 元。欢迎到当地邮局订阅, 邮发代号 38-187, 漏订者可向编辑部补订, 地址: 湖北省武汉市兰陵路 2 号《药物流行病学杂志》发行部, 邮编: 430014, 电话: 027-82778580, 82835077, 82782449。电子信箱: acjpe077@public.wh.hb.cn, ywlbxzz@periodicals.net.cn。网址: <http://www.cjpe.com.cn>。现有少量近年杂志的精装合订本, 欲购者请与编辑部联系。

欢迎订阅《中国医院药学杂志》

《中国医院药学杂志》系中国药学会主办, 中国科协主管的国内外公开发行的专业性学术期刊。栏目有: 研究论文 (包括药理研究、新药研究、药物的血药浓度监测、药物动力学、药物含量测定)、药物与临床 (包括新药在临床的应用、药物的相互作用、药物的配伍、老药新用)、药物临床评价、综述、医院制剂、医院调剂、经验介绍、药事管理、药物不良反应、读者园地、信息动态、医药企业及产品介绍等。欢迎广大医院药学工作者、医师、医药院校师生、医药研究单位专业人员、药厂研究人员等订阅。本刊为月刊, 每月 18 号出版。大 16 开本, 每期定价 8.5 元。2004 年征订工作已经开始, 请到当地邮局订阅。邮发代号: 38-50。如系漏订, 可向编辑部邮购。编辑部地址: 武汉市胜利街 155 号, 邮政编码: 430014, 电话: 027-82836596, 广告经营许可证武工商广字: 01-7 号, E-mail: pharmacy@public.wh.hb.cn。