

比色法测定盐酸环丙沙星片含量

唐湘红 徐浩嘉 屠婕红 (浙江省嘉兴卫生学校, 嘉兴 314001)

盐酸环丙沙星为新一代氟喹诺酮类抗菌药, 其含量测定美国药典^[1]采用 HPLC 法, 我们利用盐酸环丙沙星与 FeCl_3 呈色反应, 在最大吸收波长 432 nm^[2] 对片剂进行比色测定, 结果满意。

1 仪器与试药

1.1 仪器 751-G 紫外分光光度计(上海分仪厂)。

1.2 试药 盐酸环丙沙星对照品(浙江省药检所提供); 盐酸环丙沙星原料药(上海第二制药厂); 盐酸环丙沙星片(0.2 g)(浙江某药厂试制品);

1% FeCl_3 溶液(取 1g FeCl_3 , 加 0.01M HCl 溶解并稀释至 100 ml)。

实验中所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 标准溶液的制备

精密称取盐酸环丙沙星对照品 0.1250 g, 加少量 0.01M HCl 溶解, 移入 250 ml 量瓶中, 用 0.01M HCl 稀释至刻度, 摇匀, 即得(1ml 含盐酸环丙沙星 500 μg)。

2.2 标准曲线的制备

精密量取上述标准溶液(500 $\mu\text{g}/\text{ml}$)1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0、8.0 ml 分别置25 ml 量瓶中, 各加1% FeCl_3 溶液 1.0 ml, 摇匀, 5 min 后, 分别用0.1M HCl 稀释至刻度, 摇匀。以溶剂平行操作所得溶液为空白, 于 432 nm 处测定吸收度(A)。结果表明, 盐酸环丙沙星溶液的浓度在20~160 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内与吸收度呈线性关系, 符合比尔定律, 回归方程为: $A = 5.353C + 0.010S$, 相关系数 $r = 0.9988$ 。

2.3 溶液的稳定性

取上述测定溶液, 在放置24 h 内测定吸收度, 结果表明, 吸收度无明显变化(在室温下进行)。

2.4 回收率试验

按处方比例分别精密称取盐酸环丙沙星原料和各辅料研磨混合均匀, 精密称取适量(约相当于盐酸环丙沙星120 mg)置100 ml 量瓶中, 用0.01M HCl 溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液, 精密量取续滤液1.0 ml, 置25 ml 量瓶中, 按标准曲线的制备自“加1% FeCl_3 1.0 ml”起操作, 测定吸收度, 按回归方程, 计算其回收率。5次测定结果回

收率 $\bar{x}$ 为99.61%, $\text{CV}\% = 1.27$ 。

2.5 样品测定

取本品20片, 除去糖衣, 精密称重, 研细后按回收率项下测定, 计算含量。测定结果与HPLC法进行比较见表1。

表1 片剂含量测定结果(标示量%, $n=6$)

批 号	比 色 法	HPLC
900721	95.36	95.98
900722	95.77	95.15
900723	100.5	100.1

3 讨论

试验结果表明: 盐酸环丙沙星与 FeCl_3 的呈色溶液在24 h 内稳定, 因本品为黄色糖衣, 对测定结果有明显影响, 为此必须除尽糖衣, 采用本法测定片剂含量, 仪器简单, 操作方便, 结果满意。

参 考 文 献

- 1 USP XX I First Supplement. 1990. 2114.
- 2 Anal Abstr. 1991, 53(1): 73.