

利福平口腔膜含量测定方法的改进

潘晞陵 张 玫 (江苏省药品检验所 南京 210008)

利福平口腔膜的含量测定方法系用分光光度法在 $474 \pm 2 \text{ nm}$ 的波长处测定吸收度(江苏省药品标准1985年)。由于杂质在此波长也有吸收,影响了含量测定的准确性。因此,中国药典(1990年版)利福平原料及其制剂的含量测定方法采用薄层色谱法先将利福平与杂质分离,再将利福平斑点刮下,用甲醇洗脱后,再测定吸收度。此法操作较繁琐,且易造成误差。笔者对利福平口腔膜采用薄层色谱法先将利福平与杂质分离,再用薄层扫描仪直接对利福

平斑点进行扫描,得到积分值,从而计算出利福平口腔膜的含量。本法完全排除了杂质对利福平含量测定的干扰,操作简便,得到了满意的结果。

实 验 部 分

1 仪器及实验条件

岛津CS-930双波长薄层扫描仪

扫描参数扫描方式:锯齿扫描 $SX = 3$ 狭缝:

$1.2 \times 1.2 \text{ mm}$ 灵敏度:中 $\lambda_s = 470 \text{ nm}$

对照品：由中国药科大学制药厂精制。

薄层板制备：取硅胶H15g，加含5%磷酸氢二钠与0.2%羧甲基纤维素钠的溶液40 ml，选磨均匀后铺板(10×20 cm)，经105°C活化1 h，放在干燥箱内备用。

2 标准曲线

精密称取利福平对照品0.5 g，置50 ml量瓶中，用氯仿溶解并稀释至刻度，摇匀，分别精密量取上述溶液1.0、3.0、5.0、7.0、9.0 ml，置90 ml量瓶中，用氯仿稀释至刻度，摇匀。照薄层色谱法(中国药典1990年版二部附录30页)，精密量取上述溶液各50 μl，点于薄层板上，以氯仿-甲醇(9:1)为展开剂，展开至溶剂前沿到达17 cm处时，取出薄层板，晾干。于薄层扫描仪上，在500~450 nm的波长范围内扫描，按峰面积积分值计算含量。结果见表1。

表1

浓度(mg/ml)	积分值
0.201	37228
0.603	122578
1.005	211728
1.407	304868
1.809	379561

得回归方程： $Y = -5546 + 215661x$

$r = 0.9995$

在测定浓度为0.2~1.8 mg/ml的范围内，本法有较好的线性关系。

3 回收率试验

精密称取利福平对照品约10 mg，置10 ml量瓶中，按处方配比投入计算量的辅料，加氯仿适量，振摇使利福平溶解，再用氯仿稀释至刻度，摇匀，静置。另取利福平对照品约10 mg，精密称定，置10 ml量瓶中，用氯仿溶解并稀释至刻度。照标准曲线的方法，自“照薄层色谱法”起，依法测定。结果见表2。

CV = 3.7%

结果与小结

1 用本法测定了3批利福平口腔膜，结果均在合

表2

编号	利福平投入量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)
1	10.82	11.56	106.8
2	10.17	10.71	105.3
3	11.14	11.93	107.1
4	10.47	10.44	99.7
5	11.16	11.03	98.8
6	9.92	9.98	100.6
7	12.37	12.56	101.5
8	10.45	10.24	98.0
9	11.93	12.81	107.4
平均			102.8

格范围内(应为标示量的90.0~120.0%)。

方法：取本品40片，精密称定，剪碎，精密称取适量(约相当于利福平10 mg)，置10 ml量瓶中，加氯仿适量，振摇使利福平溶解，再用氯仿稀释至刻度，摇匀，静置。另取利福平对照品约10 mg，精密称定，置10 ml量瓶中，加氯仿溶解并稀释至刻度，摇匀。照标准曲线的方法，自“照薄层色谱法”起，依法测定。结果见表3。

表3

批号	测得含量 (%)	平均含量 (%)	CV(%)
930613	97.4	95.9	3.3
	92.1		
	98.2		
930618	104.7	101.4	2.9
	99.9		
	99.6		
930623	118.6	116.4	3.1
	112.9		
	117.7		

2 小结

本品供试品测定浓度在线性范围内，回收率结果较满意，操作省时、简便。利福平斑点不需显色，适宜薄层扫描。

收稿日期：1994-06-20