

20 μ l, 分别注入液相色谱仪, 按外标法以峰面积计算, 并与现行国家标准测定的结果相比较, 见表 1。

表 1 样品含量测定结果(标示量%, $n=2$)

批号	葡萄糖酸钠		二氯醋酸二异丙胺	
	本法	国标法	本法	国标法
050317	104.9	/	100.3	102.7
050318	105.3	/	100.6	103.1
050319	104.8	/	99.9	103.0

三、讨论

1. 流动相的选择, 本试验采用 0.9% NaCl 溶液为流动相, 方法简单且葡萄糖酸钠和二氯醋酸二异丙胺两组份分离效果好。

2. 色谱柱的选择, 本文采用氰基键合硅胶色谱柱, 其目的是减小葡萄糖酸钠和二氯醋酸二异丙胺保留时间的差异, 使两组份出峰时间相对集中。

3. 波长的选择, 由于葡萄糖酸钠和二氯醋酸二异丙胺在 200 ~ 300nm 波长范围没有最大吸收, 所以检测波长选为 220nm, 利用末端吸收来分析。

4. 本法比现行标准采用的含量测定方法操作简便, 快速、灵敏, 适用于复方二氯醋酸二异丙胺注射液的质量控制。

参考文献

- [1] 国家药典委员会编. 国家药品标准化学药品地标升国标第十四册[S]. 2003: 108 ~ 109

GC 法测定盐酸左旋咪唑片的含量

邱 涵(厦门市药品检验所 厦门 361012)

摘要 目的: 建立 GC 法测定盐酸左旋咪唑片中盐酸左旋咪唑的含量。方法: 毛细管气相色谱法, 以联苯胺为内标。结果: 线性范围 0.5 ~ 2.5mg/ml; $r=0.9991$ 。回收率为 99.4%, $RSD=0.74\%$ 。结论: 方法简便, 精确, 重现性好, 可很好地控制盐酸左旋咪唑的内在质量。

关键词 盐酸左旋咪唑; 联苯胺; 气相色谱

中图分类号: 921.2 文献标识码: A 文章编号: 1009-3656(2007)-5-45-2

Determination of Levamisole Hydrochloride in Levamisole Hydrochloride Tablets by Gas Chromatography

Qiu Han(Xiamen Institute for Drug Control, Xiamen 361012)

Abstract Objective: To establish a method for determination of Levamisole Hydrochloride Tablets by Gas Chromatography.

Methods: GC/FID. The concentration of Levamisole Hydrochloride was quantified by internal standard method. Benzidine was used as internal standard. **Results:** The method was linear within the range of 0.5 ~ 2.5mg/ml, $r=0.9991$. The average recovery was 99.4% ($RSD=0.74\%$). **Conclusion:** The method was easy, rapid, accurate and reproducible. It can be a quality control standard of Levamisole Hydrochloride Tablets.

Key words Gas Chromatography; Levamisole Hydrochloride; Benzidine

盐酸左旋咪唑为抗肿瘤药, 驱虫药物^[1]。其含量测定的方法目前药典采用的是提取后非水滴定法^[2]。该方法较繁琐, 且在实验过程中大量使用二氯甲烷。有报道采用紫外分光光度法^[3], 一阶导数分光光度法^[4]及示波极谱滴定法^[5]。本文采用气相色谱法将盐酸左旋咪唑分离并测定其含量方法简便, 稳定性好。

一、仪器与试药

VARIAN CP-3800 气相色谱仪, 盐酸左旋咪唑对照品(中国药品生物制品检定所), 盐酸左旋咪唑片(市售, 25mg/片), 联苯胺(化学原料药, 含量大于 98%), 所用化学试剂均为分析纯。

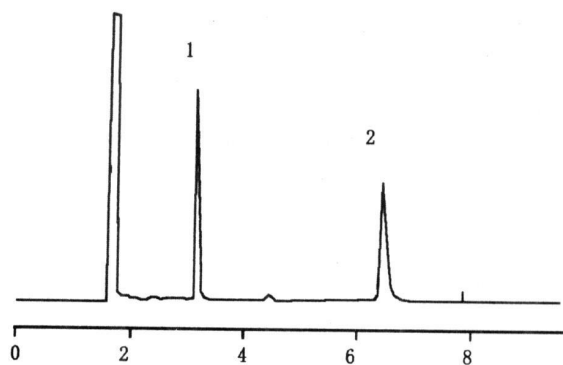
二、方法和结果

1. 色谱条件 25m \times 0.53 μ m CB-5 石英毛细管柱; 检测器: FID, 氢气 50ml/min, 空气 500ml/min;

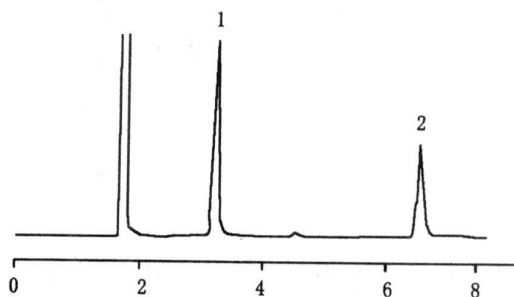
载气:高纯氮,流速0.1ml/min,分流比1/20;柱温230;进样口/检测器温度:250。

2. 内标溶液的配制 取联苯胺适量,加乙醇溶解并稀释成10mg/ml的溶液,即得。

3. 对照品溶液的配制 取盐酸左旋咪唑适量,精密称定,加乙醇溶解并稀释成5mg/ml的溶液。即得。



(A)



(B)

图1 对照品(A) 样品(B)色谱图

1—内标 2—盐酸左旋咪唑

4. 线性关系 精密量取对照品溶液1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0ml, 分别精密加内标溶液1ml, 用乙醇稀释至10ml, 在上述色谱条件下进样记录色谱图(见图1A), 以浓度为(mg/ml)横坐标, 以对照品峰面积

与内标峰面之比为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程和系数 $Y = 0.04987X - 0.007983$ ($r = 0.9991, n = 5$)

5. 加样回收率 在空白片中加入盐酸左旋咪唑对照品依样品含量方法测定, 结果平均回收率为99.4% RSD= 0.74% ($n = 6$)。

6. 稳定性试验 取同份样品分别在0, 1, 3, 6, 24小时分别进样测定含量, 结果基本一致

7. 精密度试验 取同一份对照品溶液(1.5mg/ml) 2 μ l 分别连续进样6次, 记录峰面积, 其RSD= 0.51%。

8. 样品测定 按选定的方法测定3批样品, 记录样品色谱图, 结果见表1、图1。

表1 样品测定结果(为标示量%)

样品批号	气相色谱法	药典方法
1	98.1	98.9
2	98.9	97.3
3	100.2	99.1

三、讨论

1. 在本试验条件下1, 2完全分开, 在色谱图中内标峰所处位置无杂质峰, 不影响测定结果。

2. 气相色谱法测定样品含量的结果与药典的方法基本一致, 且方法简便, 快速, 准确有实用价值。

参考文献

- [1] 王泽民. 当代结构药物全集. 上册. 北京科学出版社. 1993: 251 ~ 252
- [2] 中国药典2005年版二部: 476
- [3] 陈如进, 丁寅芬, 郑子端. 紫外分光光度法测定盐酸左旋咪唑片含量. 福建医药杂志 1989, 11(4) 33 ~ 34
- [4] 梁李广, 陶宙容. 一阶导数光谱法测定盐酸左旋咪唑片的含量. 药物分析杂志 1992, 12(4) 238 ~ 239
- [5] 李秀珍, 潘德敏. 示波极谱滴定法测定盐酸左旋咪唑及其在制剂中的含量. 药学通报 1988, 23(12) 737 ~ 739

中药成方制剂中含结晶水的药材或辅料对水分测定的影响

倪 龙(国家药典委员会 北京 100061)

摘要 本文对中药成方制剂中含结晶水的药材或辅料对水分测定的影响进行了讨论。文章主要对石膏、北寒水石、乳糖的含结晶水的情况进行了分析, 若上述三种药材或辅料在成方制剂中占比例较大时, 采用常规的水分测定方法—烘干法或甲苯法测定水分时, 其所含结晶水将对测定结果产生影响。

关键词 中成药; 水分测定; 结晶水

中图分类号: 921.2 文献标识码: A 文章编号: 1009-3656(2007)-5-46-3