

倍增差示分光光度法测定复方甲硝唑溶液含量

汤强华 陈仲英 徐仙娥

(浙江省黄岩市第一人民医院, 浙江黄岩 317400)

摘要 选择 $\lambda_{278\text{nm}}$ 和 $\lambda_{300\text{nm}}$ 作为甲硝唑和氯霉素二药的定量波长, 通过两波长下吸光系数和配平倍数的测算, 由工作曲线方程求得样品含量。实验测得甲硝唑和氯霉素的回收率分别为100.13%和99.73%, 变异系数分别为0.3%和0.17%, 说明方法可行。

关键词 倍增差示法 甲硝唑 氯霉素

复方甲硝唑溶液系文献^[1]收载的上颌窦冲洗液的改方制剂, 含甲硝唑0.2%、氯霉素0.25%、氯化钠0.9%。原处方中尚含糜蛋白酶0.5mg/dl, 因后者在水中不稳定, 且与氯霉素配伍可能会失活^[2], 故将其在临用时溶入。该制剂经我院临床验证, 疗效确切, 故被列为常备制剂, 但其定量方法未见报道。用分光光度法^{[3][4]}或化学法^[5]测定则因互相干扰而无法进行。本文试用倍增差示分光光度法测定, 取得了满意结果, 现提供参考。

1 实验方法与结果

1.1 波长选择: 甲硝唑和氯霉素水液的紫外光谱峰值分别为319 nm和278 nm (图1)。因本法选择定量波长时既要顾及灵敏度, 又不宜使两波长相隔太远, 经实验考察, 以取278和300两波长较为理想。

1.2 吸光系数和配平倍数: 取105℃干燥至恒重的氯霉素和甲硝唑, 分别精密配制氯霉素标准水液10、15、20、25、30 $\mu\text{g/ml}$ 系列浓度和甲硝唑标准水液8、12、16、20、24 $\mu\text{g/ml}$ 系列浓度, 在选定波长下用1 cm石英吸光池分别测定吸光度, 所得标准曲线 (图2) 表明线性良好, r 均为0.9999。由测得的吸光度及相应的浓度计算吸光系数 a_{278}^{Cl} 、 a_{300}^{Cl} 、 a_{300}^{M} 、 a_{278}^{M} 以及配平倍数 m 、 n , 结果见表1。

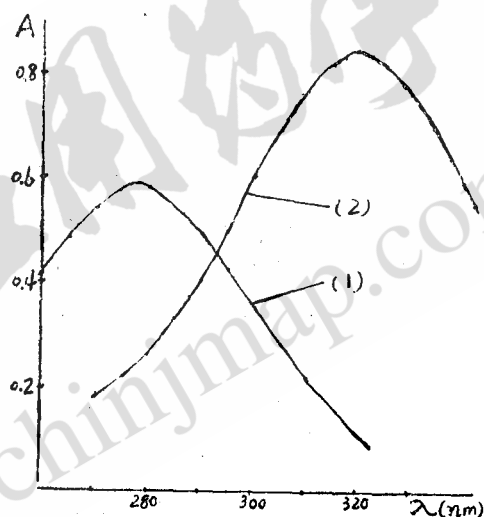


图1 紫外光谱

(1) 氯霉素 (2) 甲硝唑

表1 氯霉素和甲硝唑吸光系数和配平倍数

	吸光系数* ($\mu\text{g}^{-1} \cdot \text{ml}^{-1}$)		配平倍数
	300nm	278nm	
氯霉素	0.0178	0.0296	$m = 1.66$
甲硝唑	0.0389	0.0158	$n = 2.46$

* 五次测定均值

1.3 工作曲线绘制: 甲硝唑定量曲线斜率 $\alpha = m a_{300}^{\text{M}} - a_{278}^{\text{M}} = 1.66 \times 0.0389 - 0.0158 = 0.049$; 氯霉素定量曲线斜率 $\beta = n a_{278}^{\text{Cl}} - a_{300}^{\text{Cl}}$

$$-A_{278} = 0.049C_M; 2.46A_{278} - A_{300} = 0.055 \\ C_{Cl} \text{ (图 3)}。$$

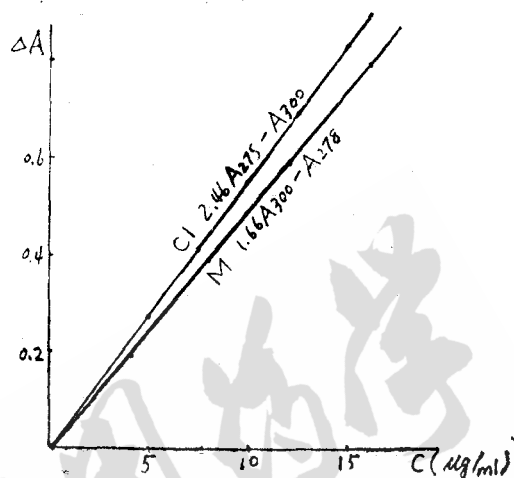
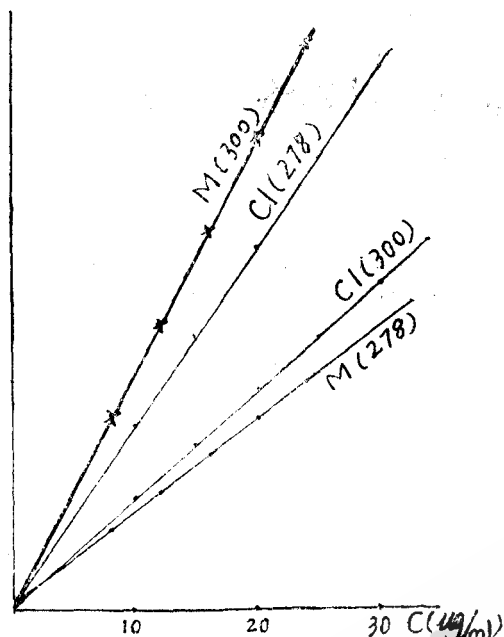


图 2 甲硝唑、氯霉素标准曲线
 $= 2.46 \times 0.0296 - 0.0178 = 0.055$ 。将 m 、 n 、 α 、 β 数据代入倍增差示工作方程得 $1.66A_{300}$

图 3 样品工作曲线

1.4 回收率试验: 精密配制一系列标准溶液, 在选定波长处用 1 cm 石英吸光池测吸光度, 并计算浓度, 结果见表 2。

表 2 回收率试验

序号	投入量($\mu\text{g/ml}$)		测定含量($\mu\text{g/ml}$)		回收率(%)		平均回收率及 CV	
	M	Cl	M	Cl	M	Cl	M	Cl
1	16.00	9.50	16.06	19.41	100.38	99.54		
2	15.60	20.50	15.57	20.49	99.81	99.95		
3	15.20	21.00	15.28	20.95	100.53	99.76	100.13%	99.73%
4	16.80	19.00	16.84	18.94	100.24	99.68	0.3%	0.17%
5	16.00	20.00	16.01	19.91	100.01	99.55		
6	16.10	19.80	16.07	18.78	99.81	99.90		

1.5 样品测定与浓度计算: 模拟处方配制中, 摇匀, 依法测定, 按下式计算样品百分数批溶液, 精取 2 ml, 定容于 250 ml 量瓶中, 结果见表 3。

表 3 样品测定结果

序号	A 值		测算浓度%(g/ml)		相当于标示量(%)	
	278nm	300nm	M	Cl	M	Cl
1	0.858	0.981	0.197	0.256	98.5	102.4
2	0.846	0.978	0.198	0.250	99.0	100.0
3	0.852	0.970	0.193	0.256	96.5	102.4
4	0.842	0.983	0.201	0.247	100.5	98.8
5	0.855	0.988	0.200	0.253	100.0	101.2
6	0.840	0.985	0.203	0.245	101.5	98.0

$$C_6H_9N_3O_3 \% (g/ml) = \frac{1.66A_{300} - A_{278}}{0.049}$$

$$\times 125 \times 10^{-4} = (1.66A_{300} - A_{278})$$

$$\times 0.255$$

$$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5 \% (g/ml)$$

$$= \frac{2.46A_{278} - A_{300}}{0.055} \times 125 \times 10^{-4}$$

$$= (2.46A_{278} - A_{300}) \times 0.227$$

1.6 稳定性考察: 取2号样品分别在1、2、4、8、16、24h后重测吸光度, 基本无变化(见表4)。

表4 稳定性考察结果

波 长	0 h	1 h	2 h	4 h	8 h	16 h	24 h
278nm	0.846	0.846	0.847	0.848	0.847	0.848	0.849
300nm	0.978	0.978	0.979	0.979	0.978	0.980	0.980

2 讨论

2.1 测定多组分的分光光度法可用解联立方程或用双波长分光光度计测定, 但因计算麻烦或缺乏仪器而难以推广, 本法简化了分析手续和计算程序, 实可谓为快速、简便、准确、经济的理想方法, 值得推广。

2.2 本法准确度的关键在于吸光系数的确定。本实验测得氯霉素在 λ_{278nm} 处的吸光系数为 $0.0296/\mu g \cdot ml^{-1}$, 与文献^[7]记载的(0.0298)略有误差, 故样品测定时所用仪器必须与建立工作方程的仪器相同, 以免影响结果的准确性。

2.3 氯化钠对本测定无影响。工作方程中的截距分别为 $mA_{300}^{M=0} - A_{278}^{M=0} = -0.0005$ 和

$nA_{278}^{C1=0} - A_{300}^{C1=0} = -0.0003$ (图3), 在样品含量计算时可忽略不计。

参 考 文 献

- 1 黄兆选主编. 耳鼻喉科学. 第三版. 北京: 人民卫生出版社, 1989, 347.
- 2 Martindale. The Extra Pharmacopoeia. ed 27. 1977, 576.
- 3 中华人民共和国药典二部. 1990, 126.
- 4 中华人民共和国药典二部. 1990, 746.
- 5 浙江省卫生厅. 浙江省医院制剂规范. 杭州: 浙江科技出版社, 1986, 399.
- 6 左本成, 查建蓬, 陈国儒. 用二乙胺二硫代 甲酸测定Cu(II)和Bi(III)的新萃取光度法. 分析化学, 1983, 11(11): 833.
- 7 中华人民共和国卫生部药政局. 中国医院制剂规范. 天津: 天津科技翻译出版公司, 1989. 146.

Determination of the Content of Compound Metronidazole Solution by Double Differential Spectrophotometry

Tang Qianhua, Chen Zhongying, Xu xiane

(No.1 People's Hospital of Huangyan, Zhejiang Huangyan, 317400)

Abstract In accordance with the principle of two wavelength coefficient double spectrophotometry, the Double Differential Spectrophotometry was used for the determination of the component, metronidazole and Chloramphenicolis, that is interferential each other. The determining wavelength was choosed at 278nm and 300nm. The sample's content was calculated by the working curve equation on the basis of the determination of absorbent coefficient and match multiple at this two wavelength. The method was easier, simpler, faster and accurate. The average recovery rate of metronidazole and Chloramphenicolis was separately 100.13% and 99.73%, CV 0.3% and 0.17%, explaining the method useful.

Key words Double Differential Spectrophotometry metronidazole chloramphenicolis

收稿日期: 1992-09-17