

最小二乘一分光光度法测定 痤疮搽剂中甲硝唑和氯霉素的含量

刘洪海 李 博 (山东德州地区药品检验所, 德州 253015)

痤疮搽剂^[1]是由甲硝唑和氯霉素为主要成分组成的复方制剂。文献报道用单波长分光光度法和差示分光光度法测其含量^[2]。本文应用最小二乘一分光光度法^[3,4], 选择 6 个波长, 不经分离, 同时测定甲硝唑和氯霉素的含量, 简便, 准确, 可靠。

1 实验和结果

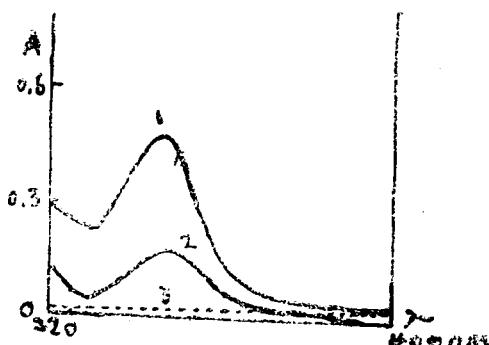
1.1 仪器和试剂

岛津 UV-260 可见紫外分光光度计; IBM-PC 微机(使用 Basic 语言编程); 甲硝唑, 氯霉素, 乙

烯雌酚(符合中国药典规格), 乙醇, 盐酸(AR); 痤疮搽剂(自制)。

1.2 吸收光谱与测定波长的选择

用 0.1 mol/L 的 HCl 溶液分别配制含甲硝唑约 12 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 和氯霉素 6 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液, 分别在 220—400 nm 范围内扫描, 同时对相应浓度的乙烯雌酚的 0.1 mol/L 的 HCl 溶液扫描, 无紫外吸收。(如附图)甲硝唑, 氯霉素分别在 $277 \pm 1 \text{ nm}$ 和 $278 \pm 1 \text{ nm}$ 波长处有最大吸收, 故选择 273, 275, 277,



附图 吸收光谱

1. 甲硝唑 2. 氯霉素 3. 乙烯雌酚

278, 280, 283 nm 6个波长为测定波长。

1.3 求算回归系数

用0.1 mol/L HCl溶液按处方配制模拟甲硝唑和氯霉素的标准溶液5份，使其浓度分别在5—15 ug/ml和4—10 ug/ml范围内。在所选波长处分别测

定吸收度值，将测得的吸收度值在微机上以最小二乘法回归，求得6组回归系数(如表1)。

表1 6组回归系数及R

| 波 长 (nm) | K ₀ | K ₁ | K ₂ | R |
|-------------|----------------|----------------|----------------|--------|
| 273 | 0.02143508 | 0.03498567 | 0.02855605 | 0.9996 |
| 275 | 0.0224099 | 0.03535751 | 0.02911108 | 0.9997 |
| 277 | 0.02196166 | 0.03555375 | 0.02922936 | 0.9997 |
| 278 | 0.02204973 | 0.03529531 | 0.0295081 | 0.9996 |
| 280 | 0.02217743 | 0.03494572 | 0.02919072 | 0.9996 |
| 283 | 0.02197005 | 0.033607 | 0.02871632 | 0.9996 |

1.4 回收率试验

用0.1 mol/L HCl溶液按处方配制五个不同浓度的甲硝唑和氯霉素的溶液，并加入适量的乙烯雌酚，在上述6个波长处测定吸收度值，利用测得结果和上面求得的回归系数，再次应用最小二乘法求得各组分的回收率(n=5)：甲硝唑：99.91±0.50%，氯霉素：99.73±0.66%。见表2

表2 回 收 率 试 验

| 样 品 序 号 | 甲 硝 唑 | | | | | 氯 霉 素 | | | | |
|--------------|--------|-------|--------|-------|-------|--------|-------|--------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 投 入 量(ug/ml) | 7.94 | 9.06 | 10.14 | 11.31 | 12.37 | 4.17 | 4.55 | 5.32 | 5.60 | 6.21 |
| 测 得 量(ug/ml) | 7.96 | 9.03 | 10.20 | 11.21 | 12.36 | 4.20 | 4.50 | 5.33 | 5.58 | 6.16 |
| 回 收 率(%) | 100.25 | 99.67 | 100.59 | 99.12 | 99.92 | 100.72 | 98.90 | 100.19 | 99.64 | 99.19 |
| 平 均 值(%) | | | 99.91 | | | | | 99.73 | | |
| CV % | | | 0.50 | | | | | 0.66 | | |

表3 重 现 性 试 验

| 实 验 次 数 | 甲 硝 唑 | | | | | 氯 霉 素 | | | | |
|---------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|--------|--------|--------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 标 示 量 % | 98.65 | 98.21 | 99.16 | 99.49 | 99.21 | 100.32 | 100.89 | 98.95 | 101.13 | 99.45 |
| 平 均 % | | | 98.94 | | | | | 100.15 | | |
| CV % | | | 0.46 | | | | | 0.84 | | |

表4 样 品 测 定 结 果

| 样 品 批 号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|-----------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 甲硝唑(标示量%) | 98.94 | 100.31 | 99.74 | 102.19 | 98.75 |
| 氯霉素(标示量%) | 100.15 | 96.25 | 101.58 | 99.76 | 101.94 |

1.5 重现性试验

取一批样品，按回收率试验项下方法依法测定5次，结果见表3。

1.6 样品测定

按处方自制5批样品，按回收率试验方法测定甲硝唑和氯霉素的含量，结果见表4。

参考文献

- 王幼珍、伍继军、韩德奎. 痤疮搽剂的疗效观察.

中国医院药学杂志, 1988, 8(7): 326

- 费寿善. 紫外分光光度法测定痤疮搽剂中甲硝唑和氯霉素的含量. 中国医院药学杂志, 1994, 12(2): 75

- 尚宏伟、李好枝、张清艳等. 最小二乘分光光度法测定安纳咖注射液的含量. 沈阳药学院学报, 1990, 7(4): 280

- 魏旭、张丽明. 计算分光光度法在多组分药物分析中的应用. 中国药学杂志, 1992, 27(11): 679

收稿日期：1995—06—13

Determination of Metronidazole and Chloromycin in acne Liniment
by Least Square-Spectrophotometric Method

Liu Hong-Hai

(Dezhou Institute for Drug control, Shandong 253015)

Abstract This paper reportsthe determination of metronidazole and chloromycin in acne liniment by least square-spectrophotometric method. The Average recovery was $99.67 \pm 0.92\%$ for metronidazole and $100.15 \pm 0.85\%$ for chloromycin. This method was accurate and rapid.

Key words liniment,metronidazole,chloromycin,least square-spectrophotometric method.

(on page 45)