

HPLC 测定复方甲硝唑片中各组分的含量

杜 兴(兰州 730000 甘肃省药品检验所)

摘要 目的: 建立测定复方甲硝唑片中甲硝唑和维生素 B₆ 含量的方法。方法: 高效液相色谱法。选用 C₁₈ 柱, 流动相: 0.075 mol/L NaH₂PO₄-甲醇(7: 3), 对乙酰氨基酚为内标, 检测波长为 221 nm。结果: 同时测定甲硝唑和维生素 B₆ 的含量。甲硝唑平均回收率为 100.6%, n= 6, RSD= 1.02%。维生素 B₆ 平均回收率为 99.5%, n= 6, RSD= 1.19%。结论: 本法简便、快速、可靠, 可用于复方甲硝唑片中甲硝唑和维生素 B₆ 的含量测定。

关键词 HPLD; 甲硝唑; 维生素 B₆

Determination of complex metronidazole tablets by HPLC

Du Xing(Du X)(Gansu Institute for Drug Control. 730000)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To establish a method for the determination of metronidazole and vitamin B₆ in complex metronidazole tablets. **METHOD:** The HPLC method employed a C₁₈ column with the mobile phase 0.075 mol/L NaH₂PO₄-methanol(7: 3). Internal standard was paracetamol. The detection wavelength was set at 221 nm. **RESULTS:** The content of metronidazole and that of vitamin B₆ was assayed respectively. The average recovery for metronidazole was 100.6% (n= 6), RSD= 1.02%, and the average recovery for vitamin B₆ was 99.5% (n= 6). RSD= 1.19. **CONCLUSION:** The method is simple, fast and reliable. It was a good method for the determination of metronidazole and vitamin B₆ in the complex metronidazole tablets.

KEY WORDS HPLC, metronidazole, vitamin B₆

复方甲硝唑片由甲硝唑(200mg)和维生素 B₆(20mg)组成, 为抗毛虫药物。用于治疗面部毛囊虫皮炎、各型酒糟鼻、痤疮、脂溢性皮炎等^[1]。质量标准^[1~6]用丙酮提取、非水滴定测定甲硝唑含量、提取残渣用 0.1 mol/L 盐酸溶解、紫外法测定维生素 B₆ 含量, 方法较为繁琐。本文摸索用 HPLC 法进行分离测定, 以对乙酰氨基酚为内标, 考察了样品中各组分的线性关系, 并进行了回收率试验及样品含量测定。结果表明, 本法简便迅速, 流动相配比简单, 结果良好。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 SP8810 输液泵, SP100 可见-紫外检测器, SP4400 积分仪, 7125 定量进样阀。

1.2 试剂与样品 对乙酰氨基酚、甲硝唑对照品(中国药品生物制品检定所), 维生素 B₆(兰州制药厂, 99.6%), 样品(市售品), 甲醇磷酸二氢钠均为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱: Hypersil C₁₈(5μm, 4.6 mm × 250 mm, 大连化物所); 流动相: 0.075 mol/L 磷酸二氢钠-甲醇(7: 3); 流速 0.8 ml/min; 检测波长: 221 nm; 衰减: 128; 进样量: 10 μl。在本实验条件下, 维生素 B₆ 与内标、内标与甲硝唑的分离度分

别为 4.8、2.1。柱塔板数甲硝唑为 3867、维生素 B₆ 为 3471。样品与内标的色谱图见图 1。

3 方法与结果

3.1 对照贮备液与内标溶液的制备 精密称取甲硝唑、维生素 B₆ 对照品分别约为 100 mg、10 mg, 置 100 ml 量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 得对照品贮备液。另精密称取对乙酰氨基酚 15 mg 置 50 ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 得内标溶液。

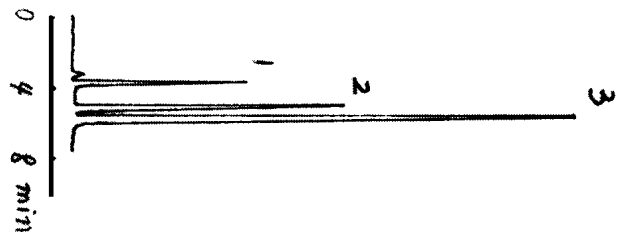


图 1 样品色谱图

1. 维生素 B₆; 2. 对乙酰氨基酚(内标); 3. 甲硝唑
3.2 精密量取对照品贮备液 1、2、3、4、5 ml 分置 50 ml 量瓶

中,各精密加入内标溶液 2 ml,用流动相稀释至刻度,摇匀,照上述色谱条件进样 10 μ l,记录色谱峰面积,以组分与内标峰面积比值为纵坐标,组分浓度(μ g/ml)为横坐标,得回归方程分别为:

$$Y_{\text{甲}} = 2.554 \times 10^{-2} X - 1 \times 10^{-4} \quad r = 0.9997$$
$$Y_{\text{B}_6} = 4.684 \times 10^{-2} X + 7.18 \times 10^{-3} \quad r = 0.9998$$

结果表明甲硝唑浓度为 41.44 μ g~207.2 μ g/ml、维生素 B₆ 浓度为 4.04 μ g/ml~20.2 μ g/ml 范围内、线性关系良好。

3.3 精密度及稳定性试验 取样品测定项下配制成的供试溶液与日内不同时间和日间进行测定,结果日内 RSD_甲 = 1.04%、RSD_{B₆} = 1.46%、n = 5; 日间 RSD_甲 = 1.38%、RSD_{B₆} = 1.66%、n = 5。

3.4 回收率试验 按处方^[1]量的 80%、100%、120% 配制成模拟片粉,按“含量测定”方法测定,结果平均回收率甲硝唑 100.6 $\pm$ 1.03%、RSD = 1.02%,维生素 B₆ 99.5 $\pm$ 1.18%、RSD = 1.19%,n = 6。

3.5 样品测定 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于甲硝唑 100 mg)置 100 ml 量瓶中,加流动相 70 ml,振摇使之溶解,加流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,量取续滤液 2 ml 置 50 ml 量瓶中,加入内标溶液 2 ml,加流动相稀释至刻度,摇匀,按上述色谱条件进样 10 μ l 进行测定。四批样品结果见表 1。

表 1 样品测定结果(n = 4,标示量%)

样品编号	甲硝唑		维生素 B ₆	
	非水法	本法	μ l 法	本法
1	100.1	100.8	97.7	100.6
2	102.8	103.1	96.5	99.9
3	98.5	99.3	98.3	100.9
4	98.0	98.7	97.9	99.5

4 讨论

4.1 对甲硝唑和维生素 B₆ 进行紫外扫描,结果见图 2。甲硝唑最大吸收波长为 228nm,维生素 B₆ 的最大吸收波长为 221nm,考虑到甲硝唑在片剂中含量较大,而维生素 B₆ 含量较小,故选择 221 nm 为检测波长。本法测得样品中维生素 B₆ 含量略高于原法,可能是由于原方法多次提取所致。

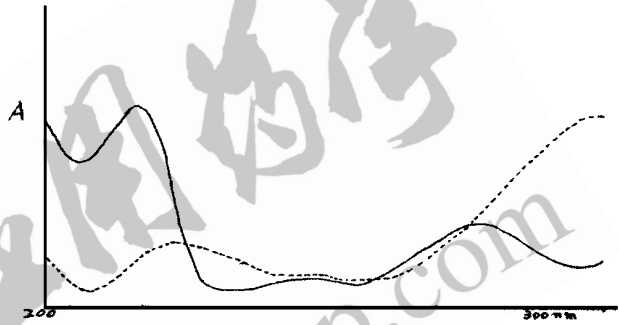


图 2 紫外吸收图谱
—— 维生素 B₆ 甲硝唑

4.2 实验中比较了两种不同牌号的 C₁₈ 柱,对分离测定无影响。比较了甲醇-水、甲醇-磷酸二氢钠(0.05 mol/L、0.075 mol/L、0.1 mol/L)不同配比的流动相,结果选用甲醇-0.075 mol/L 磷酸二氢钠(3:7)为最佳流动相。测定表明,结果良好,可用于该制剂的质量控制。

参考文献

- 1 北京市药品标准.1996.187.
- 2 湖南省药品标准.1992.353.
- 3 山西省药品标准.1990.311.
- 4 河北省药品标准.1991.418
- 5 黑龙江省药品标准.1993.221.
- 6 鲁卫药字(1995)第 44 号