

高效液相色谱法测定复方甲硝唑漱口液中两组分的含量

钱丽华 王秋明(无锡 214021 无锡市药品检验所)

摘要 目的:测定复方甲硝唑漱口液中甲硝唑和醋酸氯己定的含量。方法:采用高效液相色谱法,色谱柱为 Shim-Pack CLC-ODS;流动相为 0.3% 庚烷磺酸钠甲醇液/水(5:2),用冰醋酸调节 pH 至 3.2;流速为 1.0 ml/min;检测波长为 260 nm。结果:甲硝唑和醋酸氯己定的回收率分别为 99.7%,RSD=0.51%;99.5%,RSD=0.59%。结论:方法简便,准确,可作为该制剂的质量控制标准。

关键词 高效液相色谱;甲硝唑;醋酸氯己定;漱口液

Determination of Co-Metronidazole Gargle by HPLC

Qian Lihua, Wang Qiuming(Wuxi Institute For Drug Control, Wuxi 214021)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To determine the content of Metronidazole and Chlorhexidine Acetate in composite Metronidazole Gargle. **METHOD:** HPLC method has been developed. The mobile phase is solution of 0.3% (g/ml) sodium heptanesulfonate in methanol-H₂O(5:2). The flow rate is 1.0 ml/min. The detective wavelength is 260 nm. **RESULTS:** The average recovery and relative standard deviation is 99.7% and 0.51% for Metronidazole, 99.5% and 0.59% for Chlorhexidine Acetate. **CONCLUSION:** This method is simple and accurate. The method is suitable for the quality control of this preparation.

KEY WORDS HPLC, Metronidazole, Chlorhexidine Acetate, Gargle.

复方甲硝唑漱口液为医院常用制剂,主要用于牙龈炎,牙周炎,牙龈出血等的治疗。内含甲硝唑(I),醋酸氯己定(II),薄荷油等组分。《无锡医院制剂规范》采用紫外分光光度法及比色法分别测定其中 I、II 的含量。本文采用高效液相色谱法,以丙酸倍氯米松(III)为内标,同时对该制剂中 I 和 II 进行定量,方法简便准确,结果较为满意。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪:岛津 LC-10AD 泵,SPD-10A 紫外-可见分光光度检测器;C-R7A 数据处理器。

I、II、III均由中国药品生物制品检定所提供;复方甲硝唑漱口液由无锡某医院提供;所用试剂均为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱:Shim-Pack CLC-ODS(150 mm × 6.0 mm);流动相:0.3% 庚烷磺酸钠的甲醇溶液-水(5:2),用冰醋酸调节 pH 至 3.2;检测波长:260 nm;柱温:30 °C;流速:1.0 ml/min;进样量:20 μl。

3 溶液的配制

内标溶液的制备:精密称取 III 对照品 25 mg 于 100 ml 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀即得。

对照品溶液的制备:精密称取 105 °C 干燥至恒重的 I 对

照品 25 mg 及 II 对照品 10 mg,置 50 ml 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀即得。

4 线性范围

精密量取对照品溶液 0.5、0.8、1.0、1.2、1.5 ml 分别置 50 ml 量瓶中,加入内标溶液 2.0 ml,用流动相稀释至刻度,取 20 μl,注入色谱仪,记录峰面积,以样品与内标峰面积比(Y)对浓度(C)回归,I 与 II 的回归方程式分别为:

$$Y = -4.151 \times 10^{-3} + 0.08604C \quad r = 0.9998$$

$$Y = -4.376 \times 10^{-3} + 0.3904C \quad r = 0.9997$$

结果表明,I 在 5.0-15 mg/l,II 在 2.0-6.0 mg/l 浓度范围内呈良好的线性关系。

5 回收率试验

精密量取已测定含量的样品溶液 0.5 ml,置 50 ml 量瓶中,分别加入对照品溶液 0.3、0.5、0.7 ml,每个浓度各做二份,各加入内标溶液 2.0 ml,用流动相稀释至刻度,进样 20 μl,记录峰面积,按内标法计算,I 和 II 的平均回收率和 RSD 分别为 99.7%、0.51% 和 99.5%、0.59%,n=6。

6 样品测定

分别精密量取样品溶液和对照品溶液各 1.0 ml,按回收率试验项下操作,结果见表 1。

表 1 两种测定方法的结果($n = 3$)

批号	甲 硝 唑		醋 酸 氯 己 定	
	原法 %	本法 %	原法 %	本法 %
011024	103 .7 %	103 .2 %	99 .8 %	99 .0 %
011017	107 .4 %	106 .6 %	95 .7 %	95 .4 %
010911	101 .1 %	101 .8 %	94 .2 %	94 .9 %

7 讨论

7.1 采用离子对试剂庚烷磺酸钠及调节 pH 来改善 II 的峰形,并筛选出 III 为内标,在本文试验条件下, I 、II 、III 得到了较好的分离,并避免了其它组分的干扰。

7.2 可适用于医院中其它含相同组分制剂的测定。

收稿日期:2001 - 03 - 14