

褶合曲线分析法和双波长法分别测定洁宝含漱液中两组分的含量

温金莲 黄庆华 梁兆熙¹ (广州 510224 广东药学院分析化学教研室;¹ 广东药学院 2001 届毕业生)

摘要 目的:建立洁宝含漱液主要成分的测定方法。方法:本文采用褶合曲线分析法和双波长法分别测定洁宝含漱液中甲硝唑和醋酸氯己啶的含量。结果:褶合曲线分析法测得甲硝唑平均回收率为 100.0%,RSD=0.31%($n=5$),醋酸氯己啶平均回收率为 99.60%,RSD=0.28%($n=5$);双波长法测得甲硝唑平均回收率为 100.9%,RSD=0.33%($n=5$),醋酸氯己啶平均回收率为 99.95%,RSD=0.61%($n=5$)。结论:两种分析方法简便快速,准确可靠。

关键词 褶合曲线分析法;双波长法;洁宝含漱液;甲硝唑;醋酸氯己啶

Determination of Jiebao Solution by Convolution Curve Method and Dual Wavelength Spectrophotometry

Wen Jinglian, Huang Qinghua, Lian Zhaoxi (Guandong College of pharmacy, Guangdong Guangzhou 510224)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To establish a method for the determination of Jiebao solution. **METHOD:** A convolution curve method and a dual wavelength spectrophotometry were described for the determination of metronidazole and chlorhexidine acetate in Jiebao solution. **RESULTS:** The average recovery of metronidazole by convolution curve method was 100.0% with RSD = 0.31% ($n=5$), while that of the chlorhexidine acetate was 99.60% with RSD = 0.28% ($n=5$). The average recovery of metronidazole by Dual wavelength spectrophotometry was 100.9% with RSD = 0.33% ($n=5$), while that of chlorhexidine acetate was 99.95% with RSD = 0.61% ($n=5$). **CONCLUSION:** The method is simple, rapid and accurate.

KEY WORDS convolution curve method, dual wavelength spectrophotometry, Jiebao solution, metronidazole, chlorhexidine acetate

洁宝含漱液主要成分是甲硝唑和醋酸氯己啶,是一种主要用于治疗牙龈炎、牙周炎、冠周炎等口腔疾病的含漱液。本文采用褶合曲线分析法和双波长法^[1]两种分析方法测定甲硝唑和醋酸氯己啶的含量,结果两种方法都可排除辅料的干扰,不经分离可同时测定两组分的含量。褶合曲线分析法测得甲硝唑平均回收率为 100.0%,RSD=0.31%($n=5$),醋酸氯己啶平均回收率为 99.60%,RSD=0.28%($n=5$);双波长法测得甲硝唑平均回收率为 100.9%,RSD=0.33%($n=5$),醋酸氯己啶平均回收率为 99.95%,RSD=0.61%($n=5$)。两法简便快速,准确可靠,可作为洁宝含漱液的质量检测方法。

1 仪器与试剂

6010 紫外-可见分光光度计(惠谱上分 CN00005214);BP-210D 电子天平(德国 SARTORIUS);褶合曲线分析软件包(上海玉田分析仪器公司);甲硝唑对照品(中国药品生物制品检定所);醋酸氯己啶对照品(中国药品生物制品检定所);洁宝含漱液(广东省人民医院,批号 001018;001205;010315);95%乙醇(分析纯);盐酸(分析纯)。

2 实验部分

2.1 吸收光谱绘制

按处方比例分别配制甲硝唑、醋酸氯己啶、辅料及洁宝含漱液样品的 50%乙醇溶液,以 50%乙醇溶液为空白,分别

绘制各溶液在 200nm~400nm 内的吸收光谱(见图 1)。按上述方法操作绘制醋酸氯己啶、甲硝唑与辅料混合液的吸收光谱(见图 2)。

2.2 褶合曲线分析法

2.2.1 标准溶液配制:按处方比例分别精密称取甲硝唑对照品、醋酸氯己啶对照品适量,以 50%乙醇溶液溶解并稀释成甲硝唑 15.0μg/ml,醋酸氯己啶 22.5μg/ml 的溶液,以及含甲硝唑 15μg/ml ± 10% 的 5 份不同浓度的甲硝唑标准溶液。

2.2.2 模拟溶液配制:精密称取处方中各成份,按处方配成 5 批模拟样品。分别用 50%乙醇溶液稀释成含甲硝唑 15μg/ml ± 10%,醋酸氯己啶 22.5μg/ml ± 10% 的溶液。

2.2.3 回收率试验

以 50%乙醇溶液为空白,用紫外-可见分光光度计分别扫描上述标准溶液及模拟溶液。

采集 256nm~295nm(间隔 0.4nm)范围内甲硝唑(15μg/ml)、醋酸氯己啶(22.5μg/ml)及 5 份模拟样品溶液的吸光度信息,用褶合曲线分析软件中双组分定量功能系统进行数据处理,测得醋酸氯己啶的平均回收率为 99.60%,RSD=0.28%($n=5$),并由此选择的最佳测定条件为 $N=28$, $J=1$, $W_m=262.9nm$ (N 为测试点数, J 为褶合阶次, W_m 为波长);最佳褶合光谱见图 3。

作者简介:温金莲,女 38 岁。1986 年毕业于华南师范大学化学系化学专业。讲师。

采集 310nm~350nm(间隔 0.4nm) 范围内甲硝唑(15 μ g/ml) 标准溶液以及 5 份甲硝唑(15 μ g/ml $\pm$ 10%) 标准溶液和模拟溶液的吸光度信息,用褶合曲线分析软件中单组分定量

功能系统进行数据处理,测得甲硝唑平均回收率为 100.0%, RSD=0.31%($n=5$),并由此选择的最佳测试条件为 $N=30$, $J=0$,最佳褶合光谱见图 4。

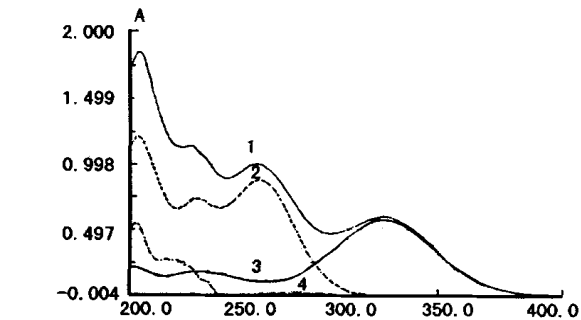


图 1 洁宝含漱液各组分吸收光谱

1.洁宝含漱液 2.醋酸氯已啶 3.甲硝唑 4.辅料

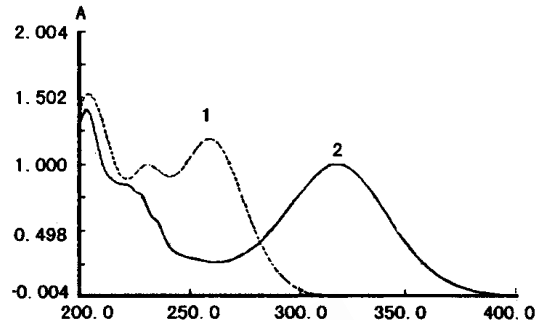


图 2 醋酸氯已啶及甲硝唑与辅料混合液吸收光谱

1.醋酸氯已啶 2.甲硝唑+辅料

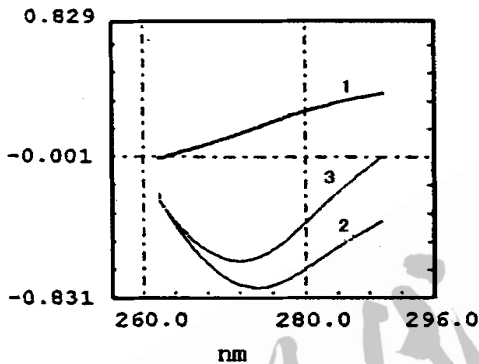


图 3 醋酸氯已啶最佳褶合光谱

1.甲硝唑 2.醋酸氯已啶 3.洁宝含漱液模拟样品

2.2.4 样品测定

精密吸取样品溶液 3.5 ml,用 50%乙醇溶液稀释至 50.00 ml,按回收率试验项下操作,测定样品含量,结果见下表。

表 样品测定

批 号	组 分	褶合曲线分析法		双波长法	
		平均含量 (μ g/ml)	RSD(%) ($n=5$)	平均含量 (μ g/ml)	RSD(%) ($n=5$)
001018	甲硝唑	0.204	1.20	0.210	0.37
	醋酸氯已啶	0.353	0.87	0.354	0.55
001205	甲硝唑	0.205	0.84	0.203	0.45
	醋酸氯已啶	0.362	0.74	0.346	0.58
010315	甲硝唑	0.193	1.40	0.188	0.30
	醋酸氯已啶	0.347	0.97	0.330	0.34

2.3 双波长法

2.3.1 线性范围测定

精密称取甲硝唑对照品适量,用 50%乙醇溶液溶解并稀释,配制浓度为 5~25 μ g/ml 的系列溶液,用 50%乙醇溶液作参比,于 317.3nm 处测其吸光度并与相应浓度求回归,得回归方程: $A=0.6878C-2.709 \times 10^{-3}$, $\gamma=0.9997$ 。可见在 317.3nm 处,甲硝唑浓度在 5~25 μ g/ml 范围内与吸光度呈良好的线性关系。

按处方比例精密称取醋酸氯已啶对照品、甲硝唑对照品及辅料适量,加水配成模拟样品。用 50%乙醇溶液稀释成含甲硝唑(5~25 μ g/ml),醋酸氯已啶(8~40 μ g/ml)的系列标准

溶液,以 50%乙醇溶液作参比,分别测 $A_{259.2nm}$ 与 $A_{358.4nm}$, $\Delta A=A_{259.2nm}-A_{358.4nm}$,用 ΔA 与相应浓度求回归,得回归方程: $\Delta A=0.05352C-7.401 \times 10^{-5}$, $\gamma=1.000$ 。可见在上两波长处,醋酸氯已啶浓度在 8~40 μ g/ml 范围内与 ΔA 呈良好线性关系。

2.3.2 回收率试验

按 2.2.2 步骤配制 5 份模拟溶液,再按 2.3.1 步骤测定吸光度,经回归方程求得甲硝唑平均回收率为 100.9%,RSD=0.33%($n=5$);醋酸氯已啶平均回收率为 99.95%,RSD=0.61%($n=5$)。

2.3.3 样品测定

按 2.2.4 步骤配制样品溶液,再按 2.3.1 步骤测定吸光度,经回归方程求得样品含量,结果见上表。

3 讨论

3.1 溶剂的选择:甲硝唑、醋酸氯已啶在水、pH5 的 HCl 溶液、50%乙醇水溶液中的溶解性和稳定性有差异,其中在 50%乙醇溶液中易溶解并在 4h 内稳定,故选用 50%乙醇溶液为溶剂。

3.2 测定波长的选择:褶合曲线分析法应用双组分定量系统时应该选择两个被测组分的吸收曲线有明显区别且吸收值变化大的波长范围作为测量波长段。由图 1 可见,在 250nm~300nm 范围内,醋酸氯已啶的吸收值变化大,辅料基

本不干扰,故在此波长段用双组分定量系统测定醋酸氯己啶含量。甲硝唑在此波长段吸收值变化不大且吸收值低,用双组分定量系统处理,所得结果较差,而在 310.0nm ~ 400.0nm 范围内,甲硝唑吸收值变化大,辅料和醋酸氯己啶无干扰,故用单组分定量系统处理所得结果很理想。

由图 2 可见醋酸氯己啶在波长 259.2nm 处有最大吸收,而甲硝唑与辅料混合液在 358.4nm 处吸收值相等,甲硝唑在波长 317.3nm 处有最大吸收,而醋酸氯己啶与辅料在 317.3nm 处无吸收,对甲硝唑无干扰,故可采用等吸收双波长消去法,在波长 259.2nm 与 358.4nm 处测量醋酸氯己啶的含量,在 317.3nm 处测量甲硝唑的含量。

3.3 褶合曲线分析法是根据待测样品的回收率接近 100% 和相对标准差接近于零选择最佳测试条件^[2]。

3.4 将褶合曲线分析法与双波长法测得的甲硝唑及醋酸氯己啶的回收率结果进行比较,经统计学检验,结果两种分析方法精密度相当,但两方法之间存在系统误差。双波长法在样品测定中虽然 RSD 小于褶合曲线分析法,但双波长法测定醋酸氯己啶时,等吸收波长的确定受辅料含量影响大,只

有模拟样品中辅料含量与供试样品中辅料含量相同,才能获得准确结果,否则有较大误差。而褶合曲线分析法则不受此影响。因褶合曲线分析法是一种新的数字变换方法,它采用多项式回归的褶合变换技术,将物质对光的吸收特征的变化,以数学分量($Q_0 \sim Q_5$)形式分离提取出来,并记录各数学分量随平均波长的变化轨迹,构成一种成百上千条褶合曲线组合起来的光谱体系,这个光谱体系揭示了物质对光吸收特征的细微变化,减少混合体系中共存组分的数学相关性,所以褶合曲线分析法优于双波长法,在混合物定量方面有更明显的优势^[3]。

参考文献

- 1 李小华,吴美香,周凯,等,紫外-双波长法测定复方甲硝唑漱口水的含量[J].西北药学杂志,1998,13(2):96.
- 2 宋洪杰,吴玉田,胡晋红.褶合光谱分析法测定呋喃西林共存条件下盐酸麻黄碱的含量[J].中国药房,1998,9(5):227.
- 3 史德懿,刘怡,朱臻宇.褶合光谱法同时测定抗敏 I 号中双主药含量[J].中国药房,1999,10(3):136.