

# 高效液相色谱法测定硝酸咪康唑栓的含量

金 蕴 孙晓文<sup>1</sup>(杭州 310006 浙江大学医学院附属妇产科医院,<sup>2</sup>杭州 310016 浙江大学邵逸夫医院)

**摘要** 目的:建立一种用高效液相色谱法检测栓剂中硝酸咪康唑含量的方法。方法:高效液相色谱法,采用 ODS 柱,流动相为甲醇-0.1%醋酸(98:2),检测波长为 230nm。结果:咪康唑在 4.04~202.0ug·ml<sup>-1</sup>(r=0.9996)浓度范围内呈良好线性关系。平均加样回收率和相对标准偏差(RSD)为(99.36±0.83)%。结论:此法简便、快速、准确。可作为该制剂含量测定的方法。  
**关键词** 高效液相色谱法;咪康唑

## Determination of Miconazole in Miconazole Suppository by HPLC

Jin Yun, Sun Xiaowen(*The Women's hospital, Zhejiang University, and sir Run Run Shaw hospital, Hang Zhou 310006*)

**ABSTRACT OBJECTIVE:**To establish a determination method for miconazole in miconazole suppository. **METHOD:**RP-HPLC was applied with a C18 column and the mobile phase of methanol 0.1% acetic acid(98:2) at the UV detection wave length of 230nm. **RESULTS:**The liner response range from 4.04ug·ml<sup>-1</sup>~202.0ug·ml<sup>-1</sup>(r=0.9996). The mean recoverise and RSD was (99.36±0.83)%. **CONCLUSION:**The method is simple, Sensitive and suitable for the determination of the miconazole suppository.

**KEY WORDS** Miconazole Suppository, HPLC

硝酸咪康唑为咪唑类抗真菌药,硝酸咪康唑阴道栓是治疗由白色念珠菌感染等所致的霉菌性阴道炎的一种常用药物。该药的含量测定有:化学滴定法<sup>[1]</sup>,导数光谱法<sup>[2]</sup>等。本实验采用高效液相色谱法测定栓剂中咪康唑的含量,回收率高,方法准确、简便、快速。为制剂质量控制,提供了科学依据。

### 1 仪器、药品及试剂

338 型高效液相色谱仪(美国 Beckman),125 双泵,166 紫外检测器,406 控制器。

硝酸咪康唑栓(由本院制剂室提供);咪康唑对照品(浙江天台制药厂提供,含量 99.0%);甲醇(色谱纯);冰醋酸(分析纯)。

### 2 实验方法与结果

**2.1 色谱条件:**Ultrasphere-ODS 柱(4.6nm×250nm,φ5μm);流动相为甲醇-冰醋酸(98:2);流速为 1.2ml·min<sup>-1</sup>;柱温为室温;检测波长为 230nm;检测灵敏度为 0.05AUFS;进样量为 20ul。

**2.2 干扰性实验**按处方量取空白基质适量,参照样品种分析方法处理,结果可见基质不干扰样品中咪康唑的测定。

**2.3 线性关系**精密称取干燥恒重的咪康唑对照品 0.02g,置 50ml 容量瓶中,用流动相定容为 400ug·ml<sup>-1</sup>,作储备液。精密吸取 0.1ml、0.2ml、0.5ml、1ml、2ml、3ml、4ml、5ml 置 10ml 容量瓶,稀释至刻度摇匀,各进样 20ul。记录色谱图。以峰面积(A)对浓度(C)作线性回归,得到咪康唑的回归方程为 C=1.9361A-0.9223,r=0.9996。结果表明咪康唑在 4.04ug·ml<sup>-1</sup>~202.0ug·ml<sup>-1</sup>范围内线性关系良好。

**2.4 回收率实验**按处方配置模拟样品,精密称取样品适

量,加甲醇溶解,转移至 25ml 容量瓶中,稀释至刻度,过滤,吸取滤液 2ml 稀释至 10ml,配制标示量的 80%、100%、120%三档浓度,各进样 20ul,按上述色谱条件进行色谱分析,分别测定含量各 5 次,计算方法回收率,结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

浓度(标示量)	回收率(%) n=5	平均回收率(%)
82.3%	99.27±0.54	
100.5%	100.24±0.68	99.36±0.83
119.2%	98.57±0.64	

**2.5 重现性实验**取回收率项下的溶液分别在日内每隔 1h 进样,共进样 5 次。日间(1、2、3、4、5d)进样,记录峰面积结果见表 2。表明方法重现性较好。

表 2 日内及日间精密度(%)

浓度	日内 n=5	日间 n=5
82.3%	0.54	1.78
100.5%	0.68	1.43
119.2%	0.64	0.98

表 3 样品含量测定(n=3)

批号	含量(相当于标示量的%)
001012	101.4
010228	100.7
010809	101.1

**2.6 样品含量测定**取 3 个批号样品,精密称取适量(约 0.15g),置 25ml 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度振摇使溶解,过滤,精密吸取续滤液 2ml 至 10ml 容量瓶中,再用甲醇稀释至刻度。每次进样 20ul,记录峰面积,以外标法计算咪康唑含量。结果见表 3。

**2.7 稳定性实验**在本实验条件下,样品溶液室温放置 24h,测得组分含量基本不变。

### 3 讨论

3.1 流动相的确定 本实验曾选择了不同比例的甲醇和冰醋酸,结果表明在甲醇-0.1%醋酸(98:2)时较为适宜,咪康唑的峰形理想,且一次进样,8 min 即可完成色谱分析,因此较适宜于制剂的快速检验。

3.2 波长的确定 在做本实验之前,对咪康唑做紫外扫描,从紫外光谱图可见,咪康唑最大吸收在 200 nm 左右,但考虑

到甲醇的透射率问题( $220\text{ nm} > 50\%$ ),故选择了 230 nm 为检测波长。

### 参考文献

- 1 中国药典,2000 版,二部:845.
- 2 袁莉,高铁勇,王英敏.二阶导数光谱法测定硝酸咪康唑软膏含量.现代应用药学,1995,12(5):43.