

紫外分光光度法测定甲硝唑含量

林昕晨,陈松康,林建玉(浙江诚意药业有限公司,浙江 洞头 325700)

摘要:目的 建立甲硝唑含量测定方法。方法 在 277nm 处采用紫外分光光度法直接测定。结果 甲硝唑在 7.5~17.5ug/mL 浓度范围内线性良好,平均回收率为 99.90 %,RSD=0.23 % ($n=5$)。结论 本方法简便,快速,准确,可用于甲硝唑含量的测定。

关键词:紫外分光光度法;甲硝唑;含量测定

Assay of Metronidazole by ultraviolet spectrophotometric determination.

LIN Xin-chen ,CHEN Song-kang ,LIN Jian-yu (Zhejiang ChengYi Pharmaceutical Co.,Ltd. Dongtou Zhejiang 325700,China)

ABSTRACT;OBJECTIVE To establish a method to determine Metronidazole. **METHOD** The content of Metronidazole measured by ultraviolet spectrophotometric determination at 277nm wavelength. **RESULTS** The calibration curve of Metronidazole had good Linear relationship in the range of 7.5-17.5ug/mL. The average recovery wa, 99.90 %, and the relative standard deviation wa, 0.23 % ($n=5$). **CONCLUSION** This method is simple , rapid, reliable and suitable for assay of Metronidazole. **KEY WORDS:**Ultraviolet spectrophotometric determination; Metronidazole; Determination of content

甲硝唑为白色或微黄色的结晶性粉末,有微臭;味苦略咸,可制成抗阿米巴药,抗滴虫药,抗厌氧菌药。中华人民共和国药典(2000 年版 二部)采用非水滴定法,因该法准确性低、误差较大,而且会受温度和水分影响,不能满足医药业质检快速检测需要,为此笔者参阅有关文献,采用紫外分光光度法测定甲硝唑的含量。

1 仪器与试药

日本岛津 UV2501PC 型紫外分光光度计。甲硝唑(山西晋新双鹤药业有限公司,批号为 20020525)。所用试剂均为分析纯。

2 方法和结果

2.1 甲硝唑贮备液制备

精密称取于 105℃ 干燥至恒重的甲硝唑 125mg 置 100mL 容量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)溶解,并稀释至刻度,摇匀,即得 1.25mg/mL 的甲硝唑贮备液,待用。

2.2 测定波长的选择

取甲硝唑贮备液 1mL 置 100mL 容量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度摇匀,用盐酸溶液(9→1000)作空白对照,在 230~300nm 波长范围内扫描得紫外吸收光谱图。可得甲硝唑在 277nm 吸收有最大吸收峰,因此可在波长处测定甲硝唑的含量。

2.3 标准曲线的制备

精密移取贮备液 0.6,0.8,1.0,1.2,1.4mL 分别置于 100mL 容量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度。摇匀,制成甲硝唑浓度为 7.5,10,12.5,15,17.5ug/mL 供试液,用盐酸溶液(9→1000)作空白参比液,于 277nm 波长处测定甲硝唑溶液的吸收度。结果表明在所测浓度范围内吸收度与浓度呈良好线性关系,其线性回归方程为 $A=0.0377C+1.61\times 10^{-3}$ (A 为吸收度, C 为浓度), $r=0.9997$ 。结果见表 1。

表 1 标准曲线测试结果

浓度(ug/mL)	吸收度	浓度(ug/mL)	吸收度
7.5	0.2846	15.0	0.5614
10.0	0.3799	17.5	0.6654
12.5	0.4745		

2.4 回收率试验

精密称取样品适量,加入一定量的氯化钠,调至 PH 为 4.0~7.5 后,依本法进行含量测定,并计算回收率,结果见表 2。

表 2 回收试验结果(n=5)

编号	加入量 (μg/mL)	吸收度	测得量 (μg/mL)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	13.75	0.5164	13.70	99.62		
2	13.12	0.4945	13.11	99.94		
3	12.50	0.4720	12.52	100.16	99.90	0.23
4	11.88	0.4464	11.85	99.71		
5	11.25	0.4244	11.26	100.06		

2.5 稳定性试验

取上述(2.3)配制的甲硝唑标准液(12.5ug/m),放置 2, 4,6,8,10,12 和 24h,分别在 277nm 处测定吸收度,结果甲硝唑溶液稳定性良好,见表 3。

表 3 放置时间对测定的影响(12.5ug/mL)

时间(h)	2	4	6	8	10	12	24
吸收度(A)	0.4751	0.4753	0.4756	0.4756	0.4757	0.4759	0.4758

2.6 精密度试验

取(2.3)配制的甲硝唑标准液(12.5ug/mL)在 277nm 处连续测定 5 次吸收度,精密度 RSD=0.02%。

表 4 精密度试验测定结果

次数	1	2	3	4	5
吸收值	0.4745	0.4744	0.4745	0.4746	0.4744

2.7 两种方法测定结果比较

2.7.1 本法：取本品适量配成 12.5 ug/mL 供试液,在 277nm 处测含量,做三次平行。

2.7.2 非水滴定法：精密称取本品 0.13g,加冰醋酸 10mL 溶解,加 α-萘酚指示液 2 滴,用 0.1mol/L 高氯酸滴定测定含量,并做三次平行,结果见表 5。

表 5

测定方法	相当于标示量(%)				RSD (%)
	1	2	3	平均值	
非水滴定法	99.85	99.20	99.92	99.66	0.40
本法	100.02	100.05	100.12	100.06	0.05

3 讨论

实验过程及测定结果表明,用紫外分光光度法测定甲硝唑含量操作简便、快速、准确,相比较于中国药典 2000 年版非水测定所限条件,优于其测定方法。