

高效液相色谱法测定复方甲硝唑溶液中甲硝唑和盐酸丁卡因的含量

路伟¹, 陈晓凯¹, 谢力刚² (1. 深圳市福田人民医院药剂科, 深圳 518033; 2. 深圳市蛇口人民医院, 深圳 518060)

摘要:目的 建立复方甲硝唑溶液中甲硝唑和盐酸丁卡因含量的 HPLC 测定方法。方法 色谱柱为 Hypersil-C₁₈ (4.6mm × 200mm, 10μm), 流动相为甲醇-水 (75:25, 含 0.36% 三乙胺, 用冰醋酸调节 pH 值至 7.1); 流速为 0.8mL/min; 检测波长为 310nm; 进样量为 20μL。结果 甲硝唑线性范围为 24~120μg/mL, 平均回收率为 100.52%, RSD 为 0.65%, $n=6$; 盐酸丁卡因线性范围为 12~60μg/mL, 平均回收率 100.78%, RSD 为 0.51%, $n=6$ 。结论 方法简便, 快速, 准确, 重现性好, 可用于复方甲硝唑溶液中甲硝唑和盐酸丁卡因的含量测定。

关键词: 高效液相色谱法; 复方甲硝唑溶液; 甲硝唑; 盐酸丁卡因

Determination of metronidazole and tetracaine hydrochloride in compound metronidazole solution by HPLC

LU Wei¹, CHEN Xiao-kai¹, XIE Li-gang² (1. Shenzhen Futian Hospital, Shenzhen 518033, China, China; 2. Shenzhen Shekou Hospital, Shenzhen 518060, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a HPLC method for the determination of metronidazole and tetracaine hydrochloride in compound metronidazole solution. **METHOD** Colume: Hypersil-C₁₈ (4.6mm × 200mm, 10μm), mobile phase : methanol-water (75:25, in-

作者简介: 路伟 (1964~) 男, 理学硕士, 副主任药师。联系地址: 广东深圳市福田人民医院药剂科, 联系电话: (0755) 83986136 ~ 8386。E-mail: lwxychn@sina.com

cluding 0.36% triethylamine, adjusting to pH 7.1 with glacial acetic acid), flow rate:0.8mL/min, detection wavelength:310nm. **RESULTS** The linear range, the average recovery and RSD for metronidazole and tetracaine hydrochloride were 24 ~ 120μg/mL, 100.52%, 0.65% (*n* = 6), and 12 ~ 60μg/mL, 100.78%, 0.51% (*n* = 6). **CONCLUSION** The method is simple, rapid, accurate, reproducible and can be used to determine metronidazole and tetracaine hydrochloride in compound metronidazole solution.

KEY WORDS: HPLC; compound metronidazole solution; metronidazole; tetracaine hydrochloride

复方甲硝唑溶液是我们自行研制的医院制剂,用于口腔溃疡等症,起消炎止痛作用。本品主要含甲硝唑和盐酸丁卡因,浓度分别为 0.06% (g/mL), 0.03% (g/mL)。为控制本品质量,参考有关文献^[1,2],本实验建立了同时测定甲硝唑和盐酸丁卡因含量的高效液相色谱法。方法操作简便,准确,重现性好。

1 仪器与试剂

LC-6A 高效液相色谱仪(日本岛津),检测器:SPD-6A,数据处理机:C-R6A;甲硝唑对照品和盐酸丁卡因对照品由中国药品生物制品检定所提供,复方甲硝唑溶液为本院自制,甲醇为色谱纯,水为重蒸馏水,其余试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Hypersil-C₁₈柱(4.6mm × 200mm, 10μm);柱温:室温;流动相:甲醇-水(75: 25, 含 0.36% 三乙胺,用冰醋酸调节 pH 值至 7.1);流速:0.8mL/min;检测波长:310nm,进样量:20μL。

2.2 标准曲线制备

精密称取甲硝唑对照品 30mg,盐酸丁卡因对照品 15mg,分别置 50mL 量瓶中,加水适量使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 1,2,3,4,5mL 分别置 25mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,按上述色谱条件,分别进样 20μL,记录色谱图,在此色谱条件下,甲硝唑、盐酸丁卡因 *t_R* 分别为 3.8min、7.4min。以浓度(X)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归,回归方程为:甲硝唑, $Y = 3318X + 36$, $r = 0.9999$, 线性范围, 24 ~ 120μg/mL; 盐酸丁卡因, $Y = 5164X + 21$, $r = 0.9999$, 线性范围, 12 ~ 60μg/mL。

2.3 回收率试验

精密称取甲硝唑、盐酸丁卡因适量,按复方甲硝唑溶液处方配制 100mL,混合均匀,精密量取 2mL,置 25mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液,按上述色谱条件,进样,记录色谱图,另精密称取甲硝唑对照品约 30mg,盐酸

丁卡因对照品约 15mg,置 50mL 量瓶中,加水适量使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2mL,置 25mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液,同法测定,按外标法以峰面积计算回收率,结果甲硝唑和盐酸丁卡因的平均回收率分别为 100.52%, 100.78%, RSD 为 0.65%, 0.51% (*n* = 6)。

2.4 精密度试验

将同一份样品 1d 内连续测定 7 次 (*n* = 7), 两组分峰面积的 RSD 分别为:甲硝唑 0.45%, 盐酸丁卡因 0.42%。

2.5 样品测定

取复方甲硝唑溶液,精密量取 2mL,置于 25mL 量瓶中,按回收率试验项下方法测定,计算两组分含量,结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果(%, RSD%, *n* = 3)

Tab 1 Results of samples determinations (%, RSD%, *n* = 3)

批号	甲硝唑	盐酸丁卡因
20020823	100.16(0.31)	99.10(0.41)
20020912	99.70(0.24)	98.28(0.43)
20020930	101.05(0.32)	99.51(0.34)

3 讨论

3.1 甲硝唑、盐酸丁卡因最大吸收波长分别为 277、310nm,由于处方中甲硝唑浓度为盐酸丁卡因浓度的 2 倍,且甲硝唑最大吸收波长处吸收系数较盐酸丁卡因最大吸收波长处吸收系数大,为使二者的吸收峰高不至相差过大,故选择盐酸丁卡因最大吸收波长 310nm 作为检测波长。

3.2 甲硝唑保留时间较短,对于不同品牌的色谱柱,应通过调整流动相中甲醇的比例来调节甲硝唑的保留时间。

参考文献

[1] 方子季,孙蕙卿,王月军,等. HPLC 法测定甲硝唑泡腾片含量[J]. 药物分析杂志,1998,18(5):335.
[2] 何娅,李仲苇,郁蕴超. 高效液相色谱法测定粘膜溃疡膏中盐酸丁卡因的含量[J]. 中国医院药学杂志,1998,18(2):67.