

一阶导数光谱法测定奥硝唑凝胶剂的含量

徐传新(荆州市第一人民医院,湖北 荆州 434000)

摘要:目的 建立奥硝唑凝胶剂中奥硝唑的含量测定方法。方法 采用一阶导数光谱法,样品不经分离直接测定奥硝唑凝胶剂中奥硝唑的含量,以波长 296nm 与 262nm 间的振幅值(D)作为定量依据。结果 线性范围为 8.0 ~ 80.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, $r = -0.9999$,平均回收率为 100.71%,RSD 为 0.89%。结论本法简便、快速、准确,可作为该制剂的质量控制方法。

关键词:一阶导数光谱法;奥硝唑;凝胶剂

中图分类号:R917.4.2 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2005)07-0637-02

Determination of ornidazole in ornidazole gel by first order derivative spectrophotometry

XU Chuan-xin (*The First People's Hospital of Jingzhou, Hubei Jingzhou 434000, China*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a determine the content of ornidazole in ornidazole gel. **METHODS** The first order derivative spectrophotometry was used to determine the ornidazole in ornidazole suppository without separation. The quantitative calculations was based on the peak height at 262 nm and valley height at 296 nm. **RESULTS** The method is linear within range of 8.0 ~ 80.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, $r = 0.9999$. The acreage recovery is 100.71%, RSD is 0.89%. **CONCLUSIONS** This method is simple, rapid, accurate and available for quality control of the preparation.

KEY WORDS: The first order derivative spectrophotometry; ornidazole; gel

奥硝唑(Ornidazole)是硝基咪唑类衍生物,具有良好的抗厌氧菌和抗滴虫作用^[1]。目前应用于临床的主要有片剂、胶囊剂和注射剂等。为扩大临床应用范围,我们以新型辅料卡波姆-940 为基质制成了奥硝唑凝胶剂,为保证制剂的质量,采用一阶导数光谱法^[2]测定制剂中奥硝唑的含量,方法简便快速,结果准确可靠。现报告如下。

1 仪器与试药

TU-1001 型紫外分光光度计(北京普析通用仪器有限公司);奥硝唑对照品(武汉长联生化药业有限公司,纯度为 99.8%);奥硝唑原料(西安博华制药有限责任公司);卡波姆-940 及其他辅料均为药用规格;试剂为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 测定条件的选择

取奥硝唑对照品适量,加 0.1mol. L^{-1} 盐酸制成药 30 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的溶液;另按照处方比例,配制含空白基质的 0.1mol. L^{-1} 盐酸溶液。以 0.1mol. L^{-1} 盐酸溶液为空白,在 200 ~ 400nm 波长范围内扫描,分别绘制其零阶导数光谱及一阶导数光谱图。由图可见,奥硝唑在 278nm 波长处有最大吸收,而空白基质在此波长处也有干扰吸收;奥硝唑分别在 262nm 和 296nm 波长处有一波谷和波峰,而空白基质在此波长处的光谱曲线与基线重合,故选取 296nm 波峰与 262nm 波谷间的振幅值(D)作为定量依据时,可消除空白基质对测定的影响。

2.2 标准曲线的绘制

精密称取 105℃ 干燥至恒重的奥硝唑对照品适量,用 0.1

mol. L⁻¹ 盐酸溶液溶解并分别制成 8 ~ 80 μg. mL⁻¹ 的系列浓度的溶液, 以 0. 1mol. L⁻¹ 盐酸溶液为空白, 绘制一阶导数光谱, 测得峰-谷 D 值, 求得 D 值与浓度 C 的回归方程: D = 0. 001330C + 0. 001439 *r* = 0. 9999 (*n* = 3)。

结果表明, 当奥硝唑在 8. 0 ~ 80. 0 μg. mL⁻¹ 浓度范围内, 峰-谷 D 值与浓度呈良好的线性关系。

2.3 重复性考察

取 3. 4. 2 项下某一浓度的测定液, 每隔 1h 重复测定 1 次, 结果至少 6h 内振幅 D 值及波长均无改变。

2.4 回收率试验

精密称取按处方比例模拟精密配制的奥硝唑凝胶剂适量, 加 0. 1mol. L⁻¹ 盐酸溶液溶解并稀释成一定浓度的溶液, 以 0. 1mol. L⁻¹ 盐酸溶液为空白, 绘制一阶导数光谱, 测得峰-谷 D 值, 代入回归方程计算含量, 结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

Tab 1 The results of recovery test

编号	投入量/mg	测定量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
1	33. 70	33. 50	99. 43	100. 71	0. 89
2	37. 40	38. 07	101. 79		
3	44. 80	45. 54	101. 65		
4	44. 20	44. 79	101. 33		
5	56. 50	56. 82	100. 57		
6	55. 70	55. 72	100. 04		
7	64. 80	64. 91	100. 17		

2.5 样品测定

精密称取奥硝唑凝胶剂适量, 加 0. 1mol. L⁻¹ 盐酸溶液溶解并稀释成约含奥硝唑 50 μg. mL⁻¹ 的溶液, 以 0. 1mol. L⁻¹ 盐酸溶液为空白, 绘制一阶导数光谱, 测得峰-谷 D 值, 代入回归方程计算含量即得(本品每 g 含奥硝唑[C₇ H₁₀ CLN₃ O₃] 应为标示量的 95. 0 ~ 105. 0%)。结果见表 2。

表 2 样品测定结果

Tab 2 The results of sample determination

样品批号	相当于标示量/%	RSD/%
040516	100. 89	0. 78
041107	101. 65	0. 96
041223	99. 76	0. 51

2.6 讨论

采用一阶导数光谱法测定奥硝唑凝胶剂中奥硝唑的含量, 方法简便快速, 结果准确可靠, 制剂中的辅料不干扰测定, 可作为该制剂的质量控制方法。

参考文献

[1] 丁俊清, 周海孝, 张远芳, 等. 奥硝唑用于口腔厌氧菌感染的临床研究. 临床口腔医学杂志, 2001, 17(2): 127-129.
[2] 安登魁. 药物分析. 第 1 版. 济南: 济南出版社, 1992: 51-54.