

双波长分光光度法测定甲硝唑氯霉素酊中甲硝唑的含量

张煜鑫¹, 戴其昌² (1. 浙江省德清县中医院, 浙江 湖州 313200; 2. 湖州市药品检验所, 浙江 湖州 313000)

摘要:目的 建立用双波长分光光度法测定甲硝唑氯霉素酊中甲硝唑的含量。方法 以 236nm 为测定波长, 314nm 为参比波长。以吸收度差 ΔA 而求得其浓度。结果 甲硝唑浓度范围内在 $5 \sim 25 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 之间线性良好, $r = 0.9998$ 。方法回收率 98.8%, RSD 为 1.03%。结论 本方法操作简便, 准确性较好, 适合甲硝唑氯霉素酊中甲硝唑的含量的测定。

关键词: 甲硝唑氯霉素酊; 双波长分光光度法; 含量测定

中图分类号: R917.74.2 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2006)03-0236-02

Determination of metranidazole in metranidazole chloramphenicol tincture by dauble-wavelength spectrophotometry

ZHANG Yu-xin¹, DAI Qi-chang² (1. *Degin Hospital of Traditional Chinese Medicine, Huzhou 313200, China*; 2. *Huzhou Institute for Drug Control, Huzhou 313000, China*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To develop the double-wavelength spectrometry for the determination of metronidazole in metronidazole-chloramphenicol tincture. **METHODS** The concentration was determined according to the difference of absorbance at detective wavelength and reference wavelength. **RESULTS** The assay was linear over the range of $5 \sim 25 \mu\text{g}$, $r = 0.9998$. The average recovery was 99.8%, with the RSD = 1.03%. **CONCLUSION** The method developed is simple, accurate. It can be applied for the determination of metronidazole in metronidazole-chloramphenicol tincture.

KEY WORDS: metronidazole-chloramphenicol tincture; double-wavelength spectrometry; determination

甲硝唑氯霉素酊是医院皮肤科的外用医院制剂, 常用于痤疮的治疗, 但无相应的含量测定以控制其质量。查文献甲硝唑的含量测定方法有紫外分光光度法、非水滴定^{[1]125}。氯霉素含量测定有紫外分光光度法、高效液相色谱法^{[1]776}。甲硝唑和氯霉素在紫外区都有较强的吸收, 本实验以双波长分光光度法^[2]测定甲硝唑氯霉素酊中甲硝唑的含量, 以此来更好地控制药品的质量。

1 仪器与材料

• 236 •

UV-265FW 分光光度计(日本岛津)。乙醇(分析纯 批号: 20041230 杭州化学试剂有限公司), 甲硝唑对照品(含量测定用, 批号: 100191-200305 中国药品生物制品检定所)。

2 方法

2.1 波长的确定

根据处方比例分别配制 $15 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的甲硝唑溶液和 $20 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的氯霉素溶液, 及其混合溶液, 以同一溶剂为空白, 在 210 ~ 350nm 间扫描, 根据甲硝唑和氯霉素的光谱图,

确定以 236nm 为测定波长,测得 314nm 为氯霉素的等吸收点,为参比波长。

2.2 标准曲线的制备

精密称取干燥至恒重的甲硝唑对照品 50mg,置 100mL 的量瓶中,加乙醇适量使溶解,加水至刻度,摇匀,为储备液。分别精密量取 1,2,3,4,5mL 的甲硝唑储备液置 100mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀,得其浓度分别为 5,10,15,20,25 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的溶液。以 236nm 为测定波长,314nm 为参比波长。分别测得其吸收度差 ΔA 。以吸收度差 ΔA 为 X,甲硝唑对照品溶液浓度为 Y 作线性回归,得方程为 $Y=29.41X-0.3530$, $r=0.9998$ 。甲硝唑浓度在 5~25 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 之间呈良好的线性关系。

2.3 加样回收率及精密度

取已测得含量的样品,加入甲硝唑储备液适量,按含样品量测定方法,测得其浓度,计算出回收率。结果见表 1。

表 1 加样回收率测定结果 (n=5)

Tab 1 Results of recovery test (n=5)

加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
4.886	4.788	98.0	98.8	1.03
4.886	4.837	99.0		
2.443	2.384	97.6		
2.443	2.436	99.7		
2.443	2.440	99.9		

2.4 溶液的稳定性按样品测定方法

分别配制 10 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的甲硝唑溶液和氯霉素溶液,在

0,4,8h 时分别测得 236nm 波长和 314nm 波长的吸收度,吸收度基本无变化。

2.5 样品测定

精密量取样品 1 mL 置 100mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀,精密量取 5mL 置 100mL 量瓶中,加水至刻度,照分光光度法,以 236nm 为测定波长,314nm 为参比波长,分别测得其吸收度,得到两波长吸收度差值 ΔA 。另取经恒重的甲硝唑对照品 15mg。置 100mL 量瓶中,加乙醇适量使溶解,加水至刻度,摇匀,精密量取 5mL 置 100mL 量瓶中,加水至刻度,同法操作,求得吸收度差 $\Delta A'$ 。按公式 甲硝唑含量(相当于标示量%) = $15 \times \Delta A / \Delta A' \times 100 / \text{标示量} \times 100\%$, 计算得甲硝唑含量(相当于标示量%) 分别是 97.5%,96.7%,97.3%,97.8%,96.2%。

3 讨论

3.1 该制剂由甲硝唑和氯霉素组成,考虑用本法必需有对照品,中国药品生物制品鉴定所可供应的只有甲硝唑对照品,而氯霉素只有标准品暂时无化学对照品。因此,本实验先选择对甲硝唑进行含量测定。如氯霉素有化学对照品,则同样可用本法设计出双波长分光光度法测定氯霉素的含量。

3.2 本实验方法快速、简便,可用于药品生产过程中的质量控制。

参考文献

[1] 中国药典 2005 年版二部[S]. 2005:125;776.
[2] 李发美. 分析化学. 北京:人民卫生出版社,2003:212.

收稿日期:2005-12-16