

反相高效液相色谱法测定水溶性奥硝唑栓含量

吴巧爱 (浙江大学医学院附属妇产科医院, 杭州 310006)

摘要:目的 建立反相高效液相色谱法测定栓剂中奥硝唑含量的方法。方法 色谱柱为 Zobax C₁₈ 柱, 流动相为乙腈-0.1%磷酸 (30:70), 流速为 1 mL·min⁻¹, 检测波长为 305 nm。结果 奥硝唑在 43~430 μg·mL⁻¹ 浓度范围内线性关系良好 ($r=0.9996$), 平均回收率 (99.65±1.20)%。结论 该方法操作简便, 结果准确, 可用于奥硝唑栓的质量控制。

关键词: 奥硝唑; 高效液相色谱; 栓剂

中图分类号: R917.101 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2007)08-0710-02

Determination of Ornidazole Suppository by RP-HPLC

WU Qiao-ai (Women Hospital, Medicine School, Zhejiang University, Hangzhou 310006, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a HPLC method for determining ornidazole in suppository. **METHODS** The HPLC method was performed on Zobax C₁₈ column, a mixture of acetonitrile and 0.1% H₃PO₄ (30:70) as mobile phase. The detection wavelength was set at 305 nm, and flow rate was 1.0 mL·min⁻¹. **RESULTS** The linear range of ornidazole was 43~430 μg·mL⁻¹ ($r=0.9996$). The average recovery rate of ornidazole was 99.65% (RSD=1.20%). **CONCLUSION** The determination method is rapid, simple and accurate and can be used for the quality control of ornidazole suppository.

KEY WORDS: ornidazole; HPLC; suppository

奥硝唑 (ornidazole) 是新一代硝基咪唑类衍生物, 其疗效确切, 不良反应小^[1]。口服奥硝唑能治疗由厌氧菌引起的阴道感染, 其制成的栓剂对治疗女性生殖道感染安全、有效^[2]。笔者研制了新型水溶性基质奥硝唑栓剂, 内含奥硝唑、聚乙二醇 400 和聚乙二醇 6000, 并用反相高效液相色谱法测定了奥硝唑栓中的奥硝唑含量, 现报道如下。

1 仪器与试剂

1100 型高效液相色谱仪 (Agilent 公司), 奥硝唑对照品 (中国药品生物制品鉴定所), 奥硝唑原料 (南京海陵药业), 聚乙二醇 400、聚乙二醇 6000 (PEG400/PEG6000 上海浦东东南化工厂), 其他试剂为色谱纯或分析纯。

2 栓剂处方及制备

称取 PEG400、PEG6000 适量, 置 75℃ 水浴上加热使熔化, 待温度降至约 50℃ 时, 分次加入奥硝唑细粉 25 g, 迅速搅拌至将凝固, 注入栓模中, 凝固、刮平, 取出包装即得。共制成 100 粒。

3 含量测定方法与结果

3.1 色谱条件

色谱柱: Zobax C₁₈ 柱; 流动相: 乙腈-0.1%磷酸 (30:70), 用三乙胺调节 pH 至 3.5; 流速: 1.0 mL·min⁻¹; 检测波长: 305 nm; 柱温: 室温; 进样量: 20 μL。

3.2 标准曲线的制备

精密称取 105℃ 干燥至恒重的奥硝唑对照品 200 mg, 用甲醇溶解后定容于 100 mL 量瓶中。各精密吸取奥硝唑液分

别置于 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 制备得奥硝唑浓度为 43, 86, 112.5, 215, 430 μg·mL⁻¹ 的系列标准溶液。在“3.1”项色谱条件下进样, 以峰面积为纵坐标, 所测成分浓度为横坐标绘制标准曲线, 得奥硝唑的回归方程为 $A=4.8535C-23.48$ ($r=0.9996$), 在 43~430 μg·mL⁻¹ 浓度范围内呈良好的线性关系, 色谱图见图 1。

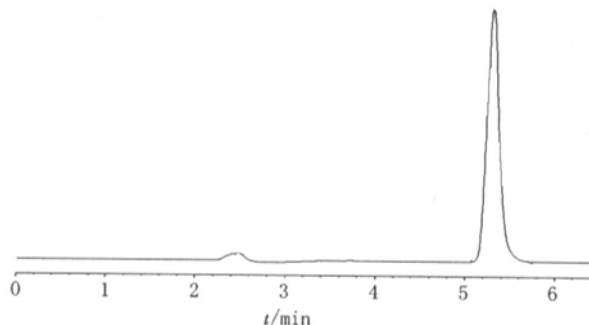


图 1 奥硝唑栓剂的高效液相图谱

Fig 1 HPLC chromatogram of the ornidazole suppository

3.3 供试品处理

取 10 粒栓剂, 加流动相约 400 mL, 微温至 38℃ 使其溶解, 超声振荡 5 min, 冷至室温, 加流动相定容至 500 mL, 摇匀, 过滤, 精密量取续滤液 0.2 mL, 置于 10 mL 量瓶中, 定容后进样。基质对测定没有干扰, 奥硝唑得到较好分离, 保留时间为 5.30 min。

3.4 回收率与精密度试验

精密称取奥硝唑对照品 100 mg,加入按比例已称定的空白基质中,并用流动相溶解后定容于 100 mL量瓶中,摇匀,过滤,精密量取续滤液适量,按“3.3”项下方法操作,配成 3 种不同浓度溶液,按上述色谱条件进样,根据回归方程计算。结果,奥硝唑平均回收率为 99.65%,RSD=1.20%。

按“3.3”项下方法处理样品,日内重复测定 5 次,测得奥硝唑的日内相对标准差为 0.53%;另取“3.3”项下方法处理的样品重复测定 5 d,测得奥硝唑的日间相对标准差为 0.78%。

3.5 样品含量测定

在一批栓剂中取 10 粒,用流动相溶解并定容于 500 mL 量瓶中,按“3.3”项下方法操作,进样 20 μ L,根据标准曲线计算含量。结果:栓剂中奥硝唑的含量为标示量的 (99.3 $\pm$ 2.20)%。

4 讨论

本栓剂所用基质为水溶性基质,其成分为聚乙二醇 400 和聚乙二醇 6000。试验证明,在本实验所述色谱条件下,基质不影响主药含量测定。流动相选用乙腈-磷酸系统,可在 8 min 内出峰完毕。但奥硝唑的峰形出现拖尾,在系统中加入三乙胺调节 pH 至 3.5,拖尾程度有改善。本测定方法简便,主药成分不需提取分离,直接对栓剂溶解过滤后即可进样,所用流动相组成简单。因此,本方法含量测定准确、重复性好、精密度高,具有较好的推广应用价值。

参考文献

- [1] 梁小庆,石涛.奥硝唑注射液的 HPLC 测定[J].中国医药工业杂志,2002,33(2):931.
- [2] 闵洁,王泽华.口服奥硝唑治疗滴虫性阴道炎临床疗效和安全性评价[J].华中医学杂志,2002,26(2):113.

收稿日期:2006-12-11