

· 药物分析和鉴定 ·

多波长吸收度比值差法 测定甲硝唑水杨酸涂剂中甲硝唑和水杨酸含量

广州军区武汉总医院(武汉 430070) 黄小平 郑汉平 邵仁英

摘要 本文采用多波长吸收度比值差法,同时测定了制剂中甲硝唑和水杨酸的含量。结果表明:甲硝唑在 4~8 $\mu\text{g}/\text{ml}$,水杨酸在 10~20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 浓度范围内,线性关系良好,二者相关系数均为 $r=0.9999$ 。甲硝唑、水杨酸的平均回收率为 100.66%, $CV=0.42\%$;99.87%, $CV=0.76\%$ ($n=5$)。

关键词 多波长吸收度比值差法 甲硝唑 水杨酸

甲硝唑水杨酸涂剂,是我院在甲癣涂剂^[1]的基础上加进甲硝唑、调整水杨酸的比例而制备的一种治疗手足癣的常规制剂(处方:甲硝唑 1g,水杨酸 2.5g,冰醋酸 30ml,碘 4.5g,碘化钾 2.7g,蒸馏水 2.7ml,乙醇加至 100ml),经临床应用数年,证明疗效肯定。本文采用多波长吸收度比值差法^[2],不经分离,同时测定制剂中甲硝唑、水杨酸的含量,结果满意。多波长吸收度比值差法的公式是(在双组分体系中,以 I 为干扰组分): $\Delta A = \sum_{i=1}^n K_{1i} A_i - n A_i = (\Delta E_{12}^{\lambda})_i C_1 L^{[2]}$ 即 $\Delta A \propto C_1$,若以 K_{1i} 代替 K_{1i} ,则有 $\Delta A \propto C_2$ 。公式中的 n —代表选点的总数; A_s —代表待测组分的吸收值。

1 仪器与试剂

岛津 UV-260 型紫外分光光度计。

甲硝唑、水杨酸、碘、碘化钾、乙醇(均符合中国药典 1990 年版规定)。甲硝唑水杨酸涂剂为本院药剂科自制。

2 实验方法与结果

2.1 标准溶液的配制:

精密称取 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的甲硝唑 0.1g,置 100ml 量瓶中,加蒸馏水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取该液 10ml 置 100ml 量瓶,加蒸馏水稀释至刻度,摇匀。精密称取水杨酸 0.125g,置 250ml 量瓶中,加

适量蒸馏水加热使溶解,冷至室温,加蒸馏水稀释至刻度,摇匀。

2.2 测定条件的选择:

取甲硝唑标准液适量加蒸馏水稀释为 6 $\mu\text{g}/\text{ml}$,水杨酸标准液适量加蒸馏水稀释为 15 $\mu\text{g}/\text{ml}$,分别置 1cm 石英池中,以蒸馏水为空白,在 200~400nm 波长范围内扫描,绘制吸收光谱如附图。

由图可知,在 290~310nm 波长之间,甲硝唑水杨酸的吸收均较大,故选 295,300,305,310nm 作为测定波长,以 300nm 作为固定波长并以其吸收度与其余各点吸收度的比值为 $K_i = A_{300}/A_i$,则甲硝唑、水杨酸的 K_i 值为($n=5$):

	295(nm)	305(nm)	310(nm)
甲硝唑	1.20	0.863	0.777
水杨酸	0.962	1.192	1.718

则甲硝唑: $\Delta A = 0.962A_{295} + 1.192A_{305} + 1.718A_{310} - 3A_{300}$

水杨酸: $\Delta A = 1.2A_{295} + 0.863A_{305} + 0.777A_{310} - 3A_{300}$

2.3 标准曲线的绘制

2.3.1 甲硝唑标准曲线的绘制:取甲硝唑标准液,加蒸馏水精密配成 4,5,6,7,8 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的系列标准液,分别于 295,300,305,310nm 波长处测定吸收度,以 $\Delta A = 0.962A_{295} + 1.192A_{305} + 1.718A_{310} - 3A_{300}$ 计

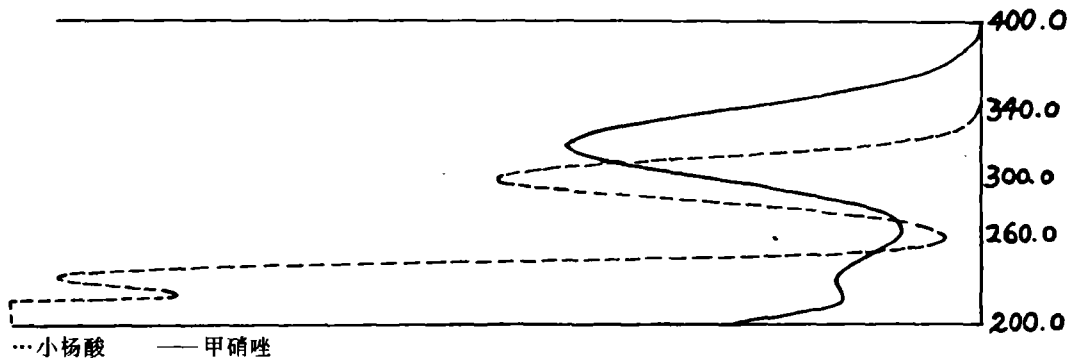
算回归方程(1)为 $C = 18.299\Delta A + 0.0178$
 $r = 0.9999$ 。

2.3.2 水杨酸标准曲线的绘制:取水杨酸标准液,加蒸馏水精密配成 10,12.5,15,17.5,20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的系列标准液,分别于 295,300,305,310nm 波长处测定吸收度,以 $\Delta A = 1.2A_{295} + 0.863A_{305} + 0.777A_{310} - 3A_{300}$ 计算回归方程(2)为: $C = -69.039\Delta A - 0.0007$ $r = 0.9999$ 。

2.4 回收率试验:

按处方比例精密制甲硝唑水杨酸涂剂,

精密量取 1ml,用梯度稀释法加蒸馏水稀释,使甲硝唑在 4~8 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、水杨酸在 10~20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 浓度范围内,在 295,300,305,310nm 波长处测定吸收度。以 $\Delta A = 0.962A_{295} + 1.192A_{305} + 1.718A_{310} - 3A_{300}$ 代入回归方程(1)计算甲硝唑的含量,以 $\Delta A = 1.2A_{295} + 0.863A_{305} + 0.777A_{310} - 3A_{300}$ 代入回归方程(2)计算水杨酸的含量。结果:甲硝唑、水杨酸的平均回收率分别为 100.66%, $CV = 0.42\%$; 99.87%, $CV = 0.76\%$ ($n = 5$)。



2.5 稳定性考察:

采取回收试验样品,于 295,300,305,310nm 波长处测定吸收度,结果表明,样品 24h 内变化甚微。

2.6 样品含量测定:

精密量取样品液 1ml,用梯度稀释法加蒸馏水稀释成甲硝唑 6 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、水杨酸 15 $\mu\text{g}/\text{ml}$,按“回收试验”项下方法操作,计算含量,结果见附表。

3 讨论

多波长吸收度比值差法,方法简单,测量准确。对用双波长因等吸收点滑动的双组分体系,采用此法测定,可得到满意的结果。如本文中测定甲硝唑时,由于水杨酸等吸收点

的滑动,给等吸收点的选定带来了困难,而选用本法则避免了这一问题。

附表 样品测定结果

批号	结果(标示量%)	
	甲硝唑	水杨酸
931208	100.11	99.54
940113	99.87	100.21
940223	98.62	98.13
940327	98.72	99.03

参考文献

- [1] 中国医院制剂规范. 1989. 110
 [2] 徐本明, 毕同香. 多波长吸收度比值差法的研究与应用. 药学报, 1989, 24(50): 360