

静肤平中甲硝唑与红霉素的含量测定

王碧江, 金城, 罗东 (第三军医大学西南医院药剂科, 重庆 400038)

摘要: 目的: 建立用比色法与分光光度法测定静肤平中红霉素、甲硝唑含量的方法。方法: 以稀盐酸(9→1000)溶液为溶剂, 在 417nm, 277nm 波长处进行测定。结果: 红霉素在 5.0~20.0 μ g/ml 浓度范围内线性关系良好。红霉素的平均回收率为 98.55%, *RCD* 为 0.52% ($n=5$), 甲硝唑的平均回收率为 98.86%, *RCD* 为 0.51% ($n=5$)。结论: 本方法简便快捷、准确, 制剂中的其他成分不干扰测定。

关键词: 静肤平; 甲硝唑; 红霉素; 分光光度法; 比色法

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2001)04-0229-02

Determination of metronidazolium and erythromycin in Jing fu ping liquor

WANG Bi-jiang, JIN Cheng, LUO Dong (Department of Pharmacy, Southwest Hospital, Third Military Medical University, Chongqing 400038, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE: To establish a quantitative analysis for Jing fu ping liquor. **METHODS:** Jing fu ping liquor was determined in 0.1mol/L HCl. The wavelength of detection were 417nm and 277nm. **RESULTS:** There were good linear correlation in the range of erythromycin(5.0~20.0 μ g/ml) and metronidazolium(2.0~15.0 μ g/ml), the average recovery and relative standard deviation were 98.55% and 0.52% ($n=5$) for erythromycin 98.86% and 0.51% ($n=5$) for metronidazolium. **CONCLUSIONS:** The method is simple, rapid and accurate.

KEY WORDS: Jing fu ping; colorimetry; erythromycin; spectrophotometry; metronidazolium

静肤平是我院自行研制生产的用于治疗痤疮的外用溶液剂, 其主要成分为甲硝唑、红霉素。《中国药典》2000 年版中规定红霉素含量测定方法为抗生素法, 本文采用比色法与分光光度法, 分别测定红霉素、甲硝唑的含量^[1], 方法简便快捷, 结果安全可靠。

1 仪器与试剂

DU-640 紫外分光光度计(美国 Beckman 公司)。甲硝唑对照品(重庆制药五厂提供), 红霉素对照品(中国药品生物检定所提供); 其余均为分析纯试剂。

2 处方及制备

2.1 处方

甲硝唑 10g, 红霉素 1g, 甘油 100ml, 60% 乙醇加至 1000ml, 分装即得。

2.2 含量测定

2.2.1 最大吸收波长的选定

精密称取红霉素标准品适量, 置 100ml 量瓶中, 加乙醇溶液 4ml 使溶解, 用稀盐酸(9→1000)溶液稀释成 40 μ g/ml, 吸取本液 1.5ml 置分液漏斗中, 分别

加入稀盐酸(9→1000)溶液 6.0ml, 溴甲酚绿溶液 8ml, 氯仿 40ml 萃取, 于 300~600nm 波长范围进行扫描, 在(417 \pm 1)nm 波长处有最大吸收见图 1, 且在此波长处制剂中其他成分均无吸收, 不干扰测定。

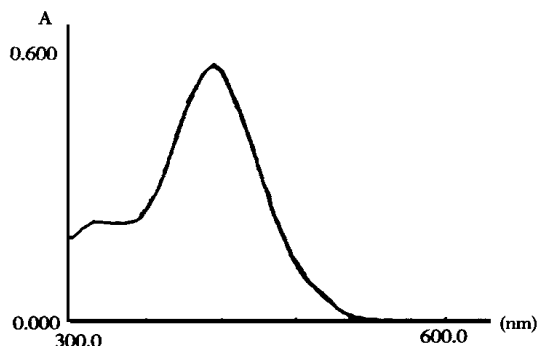


图 1 红霉素吸收光谱图

2.2.2 标准曲线的绘制 精密称取红霉素标准品 40mg, 置 100ml 容量瓶中, 加乙醇 4ml 使溶解, 用稀盐酸(9→1000)溶液稀释至刻度, 摇匀待用, 分别吸取该溶液 0.0, 0.5, 1.0, 1.2, 1.5, 2.0ml, 置分液漏斗中, 分别加稀盐酸(9→1000)溶液使成 8.0ml, 另加入溴甲酚绿溶液 8ml, 氯仿 40ml 萃取。取氯仿层于 4 $^{\circ}$ C 放置 30min 后, 以不加

红霉素标准品溶液为空白,在(417±1)nm 波长处测吸收度,得 A_1 ,以 A_1 对浓度 C 进行线性回归,得回归方程:

$$C_1 = 43.573A_1 + 0.491, r = 0.9999$$

表明在 5.0~20.0μg/ml 的浓度范围,浓度 C 与吸收度 A_1 之间线性关系良好。将上述溶液于 0.5, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12h 重复测定,结果表明至少在 12h 内该药的吸收度基本无变化,方法稳定性良好。

精密称取(105±1)℃干燥至恒重的甲硝唑适量,置 100ml 量瓶中,加稀盐酸(9→1000)溶液使溶解,并稀释至刻度,摇匀待用,精密吸取此溶液 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6ml 分别置于 25ml 量瓶中,用稀盐酸(9→1000)溶液稀释至 4, 6, 8, 10, 12μg/ml,以稀盐酸(9→1000)溶液为空白,在(277±1)nm 波长处

测吸收度,得 A_2 ,以 A_2 对浓度 C 进行线性回归,得回归方程:

$$C_2 = 25.96A_2 - 0.429, r = 0.9999$$

表明在 2.0~15.0μg/ml 的浓度范围内,浓度 C 与吸收度 A_2 之间线性关系良好。通过试验测得,在此波长处,处方中的红霉素等均无吸收,对甲硝唑的吸收峰无干扰,将上述溶液于 0.5, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12h 重复测定,结果表明,至少在 12h 内该药的吸收度基本无变化,方法稳定性良好。

2.2.3 回收率实验 精密称取红霉素/甲硝唑适量,按处方比例模拟配制溶液剂,照标准曲线项下方法,测得红霉素的 A_1 和甲硝唑的 A_2 ,分别代入回归方程求出浓度,计算得回收率见表 1。

表 1 红霉素、甲硝唑回收率测定结果

编号	甲硝唑			红霉素		
	投入量 mg	测得量 mg	回收率%	投入量 mg	测得量 mg	回收率%
1	49.48	49.08	99.19	39.26	38.98	99.28
2	48.71	48.32	99.20	40.51	40.02	98.79
3	49.80	49.10	98.59	38.48	37.89	98.46
4	49.26	48.32	98.09	42.64	41.93	98.33
5	47.99	47.63	99.24	41.09	40.23	97.91
平均值			98.86			98.55
RCD(%)			0.51			0.52

2.3 样品测定

精密量取本品适量,置 100ml 容量瓶中,按标准曲线项下方法分别测定吸收度,并按回归方程计算含量。结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果($n=3$)

样品编号	甲硝唑		红霉素	
	标示量%	RSD%	标示量%	RSD%
000516	98.46	0.5	98.04	0.4
000725	99.03	0.7	98.87	0.6
001007	98.94	0.6	99.03	0.5

3 讨论

采用紫外分光光度法及比色法不经分离即可测定本品中甲硝唑与红霉素的含量,采用紫外分光光度法测甲硝唑含量时,红霉素在 277nm 处无吸收,不影响甲硝唑的测定;而采用比色法测红霉素含量时,其他成分亦对其无干扰,方法简便可行,结果满意。

参考文献:

- [1] U. S. Pharmacopeia[S]. XXIV. 663.
[2] 中国药典. 2000 年版二部[S]. 2000, 158~159.

收稿日期: 2000-12-25

关于举办“现代高级流行病学与医学发明方法学培训班”的通知

为了满足广大卫生人员现代流行病学知识水平与学科发展同步进行的迫切要求,提高其发明创新能力。本刊拟举办“现代高级流行病学与医学发明方法学培训班”现将有关事项通知如下。

1. 培训时间: 2001 年 10 月~2001 年 12 月,共 3 个月。
2. 方法: 聘请我国著名的流行病学专家、医学发明方法学创始人章扬熙教授等专家函授教学。
3. 学习内容: (1) 常用的流行病学分析方法; (2) logistic 模型; (3) Cox 模型; (4) 管理流行病学(决策、规划、评价等); (5) 医学发明的系统分析; (6) 发明创新思维方法与技巧; (7) 医学发明创新实例等。内容丰富、方法先进。
4. 考核及结业: 采用寄发考卷的方式进行考试,及格者发给结业证书及继续教育学分(1 类、12 学分)。
5. 报名及学费: 报名截止日期 2001 年 9 月 30 日,学费每人 260 元(含资料费、邮寄费等)。汇款时注明培训费。并附二寸近照一张一起寄至沈阳市和平区集贤街 42-1 号(110005)中国公共卫生杂志社

本刊负责学员学务管理。

联系人: 刘 铁; 联系电话: 024-23388479; 传 真: 024-83380011

中国公共卫生杂志社
二〇〇一年六月二十日