

紫外分光光度法测定服净栓的含量

宋金春 杨 芑 肖岳翔 任芷萍 黄飞凤¹

(湖北医科大学附一医院药学部 武汉, 430600)

摘要 报道了紫外分光光度法测定服净栓的含量、操作简便, 快速, 结果准确, 平均回收率为 100.83%。变异系数 RSD% 为 0.3967% (n = 9)。

关键词 紫外分光光度法、服净、服净栓

服净 (Fasigyn) 又名替硝唑, 是继甲硝唑 (Metronidazole, MNZ) 后研制的硝基咪唑类抗厌氧菌及抗原虫药, 为甲硝唑同系物, 本文选用甲醇为溶媒、根据替硝唑略溶解甲醇而基质微溶的特点, 过滤后直接于波长 $\lambda 310 \pm 1 \text{ nm}$ 处测定, 分即消除基质干扰。测得五批替硝唑标示量百分含量可别为 (95.7 \pm 0.62)%, (94.8 \pm 0.68)%, (98.2 \pm 0.52)%, (99.3 \pm 0.48)%, (102.8 \pm 0.73)%、本法操作简便, 快速、经济、稳定、结果准确。

1 仪器与试剂

仪器: 日本岛津 UV-265FW 型分光光度计,
试剂: 均为优级纯, 药品, 替硝唑对照品 (湖北医药工业研究所提供)。半合成脂肪酸甘油酯、吐温-80, 均为药用规格, 替硝唑栓自制 (平均重量为 2.156 g/粒, 含替硝唑 0.2 g/粒)。

替硝唑贮备液 (477 $\mu\text{g}/\text{ml}$) 精密称取 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的替硝唑对照品 47.7 mg、置 100 ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀即得。

空白基质贮备液: 精密称取空白栓 100 mg, 置

小烧杯中, 加甲醇, 水浴温热至全溶, 趁热转移至 250 ml 量瓶中, 重复操作 3 次, 每次加甲醇 50 ml, 放冷至室温, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀、滤过, 即得。

2 测定条件的选择

精密吸取替硝唑和空白基质贮备液分别为 2.0 和 25 ml、置 100 ml 量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀, 以甲醇为空白, 于 $\lambda 200 \sim 400 \text{ nm}$ 间分别绘制替硝唑和空白基质的紫外吸收光谱, 替硝唑最大吸收波长在 $\lambda 310 \text{ nm}$ 处, 并且基质不干扰。

3 标准曲线的绘制

精密吸取替硝唑贮备液 I 0.5、1.0、2.5、3.5、4.5、5.5 及 6.5 ml, 分置 100 ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 以甲醇为空白于 $\lambda 310 \text{ nm}$ 处测定吸收度, 得回归方程 $A = 3.671 \times 10^{-2} \times C + 3.180 \times 10^{-3}$ $r = 0.9999$, 表明线性关系良好, 并且每隔 30 min 重测定一次, 发现本品在 10 h 内吸收度恒定。

4 回收率试验

称取空白栓 0.2 g 左右、置 100 ml 容量瓶中, 精

¹ 武汉市结核病医院

加入替硝唑19.82 mg 3份、23.43 mg 3份、21.63 mg 3份,用甲醇80 ml(温热)溶解,冰芷1小时,至室温后,用甲醇稀释至刻度,过滤,弃去初滤液,

取续滤液1.5 ml至25 ml量瓶中,用甲醇稀至刻度,在 λ 310 nm处照分光光度法测定吸收度,计算含量即得,如表1

表1 回收率测定

组别	空白基质加入量 (g)	替硝唑加入量 (mg)	替硝唑测得量 (mg)	回收率 (%)	平均 (%)	RSD (%)
1	0.2102	23.43	23.78	101.5	100.8	0.3967
	0.2038	23.43	23.73	101.3		
	0.2023	23.43	23.69	101.1		
2	0.2076	19.82	20.0	100.9		
	0.1963	19.82	19.88	100.3		
	0.1907	19.82	19.92	100.5		
3	0.2048	21.63	21.69	100.3		
	0.2052	21.63	21.78	100.7		
	0.2021	21.63	21.82	100.9		

5 样品测定

取替硝唑栓10枚,精密称定,求平均粒重(\bar{W} 为2.156 g)后,水浴微温使其熔化,冷凝后,精密称取适量(约相当于替硝唑0.02 g)、置量瓶中(100 ml)、同上操作测得吸收度,另取贮备液I 2.5 ml置100 ml量瓶中,加甲醇稀释到刻度,用比较法计算样品含量即可、见表2

讨论

替硝唑在甲醇中略溶,在酸水中易溶,故当选用0.1 mol/L盐酸作溶媒时,比较两者的稳定性、发现盐酸比甲醇差、并且甲醇在10 h内吸收度A恒

表2 样品测定结果

样品批号	测定量 (%)	变异系数 RSD (%)
1	102.9	0.73
2	95.7	0.65
3	94.8	0.68
4	98.2	0.52
5	99.2	0.48

定,故选用甲醇为溶媒提取替硝唑。