

替硝唑葡萄糖注射液的紫外分光光度测定

华 燕 邵建本 左国营 张 青

(成都军区昆明总医院 昆明 650032)

摘要 本文采用紫外分光光度法测定替硝唑葡萄糖注射液中替硝唑的含量。测定波长为 316.4nm, 平均回收率 100.12%, RSD 0.76% (n=5), $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 值 360。该法快速, 简便, 结果准确, 适用于该制剂的质量控制。

关键词 替硝唑; 注射液; 紫外分光光度法

Determination of the content of tinidazole injection by ultraviolet spectrophotometry

Hua yan, Shao Jianben, Zuo Guoying, Zhang Qing

(Kunming General Hospital of Chengdu Military Command, Kunming 650032)

ABSTRACT This paper presents the quantitative determination of tinidazole in injection by UV spectroanalysis. The determined wavelength is 316.4nm, the average recovery 100.12%, RSD 0.76% (n=5), $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 360 This method is fast, simple and accurate and is suitable for quality control of this preparation.

KEY WORDS tinidazole, injection, ultraviolet spectrophotometry

替硝唑 (tinidazole, TNZ) 是继甲硝唑后研制成的疗效更高, 疗程更短, 耐受性更好的抗滴虫和抗厌氧菌药物^[1], 其固体剂型及原料药可用非水滴定法测定含量^[2]。替硝唑葡萄糖注射液中替硝唑的含量, 一般采用反相 HPLC 法测定^[3]。本文采用紫外分光光度法测定替硝唑葡萄糖注射液中替硝唑的含量, 现报告如下。

一、仪器与试剂

(一) 仪器

岛津 UV2201 紫外分光光度计 (日本); Lambda-6 紫外分光光度计 (美国); 751-GW 紫外分光光度计 (上海分析仪器厂)。

(二) 试剂

替硝唑精制品 (含量 99.9%, 湖北广济制药厂提供); 注射用葡萄糖粉 (四川内江制药厂提供); 替硝唑葡萄糖注射液 (本院自制,

批号 960718, 960725, 960810)。

二、实验方法

(一) 紫外吸收光谱测定

取替硝唑精制品适量, 用水溶解配成浓度约为 30 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液, 另按处方比配制葡萄糖溶液及两者的混合液, 分别绘制紫外光谱图, 见图 1。替硝唑在 316.4nm 波长处有最大吸收, 葡萄糖无吸收, 替硝唑溶液与替硝唑葡萄糖溶液的紫外光谱完全吻合, 证明葡萄糖在 316.4nm 波长处对替硝唑无干扰, 故本文选定 316.4nm 作替硝唑葡萄糖注射液中替硝唑的检测波长, 其紫外吸收光谱见图 1。

(二) 标准曲线的绘制

精密称取替硝唑精制品约 50mg, 置 100ml 量瓶中, 加水适量, 置水浴加热溶解, 冷却后加水稀释至刻度, 混匀得储备液。

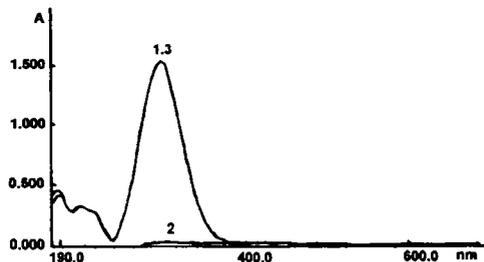


图 1 替硝唑葡萄糖紫外吸收光谱

1. 替硝唑 2. 葡萄糖 3. 1+2 混合液

分别取储备液 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0ml 置 100ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 以水作空白, 在 316.4nm 波长处测定各溶液的吸光度, 结果见图 2, 得回归方程为 $A = 0.0362C + 0.0184$, $r = 0.9999$ 。

(三) 方法的评价

1. 日内差、日间差试验

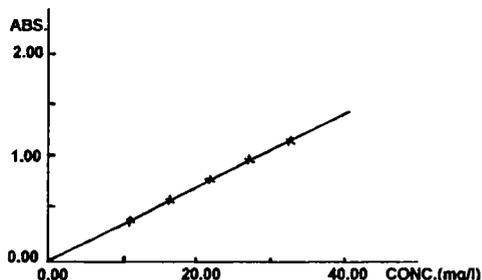


图 2 替硝唑标准曲线

将(二)项下的替硝唑测试液置室温($20 \pm 5^\circ\text{C}$)保存, 于同日内每 1h 测定 1 次, 共测 5 次, 并于每天相同时间测定 1 次, 共测 5d, 结果见表 1。测得 5 种浓度的日内, 日间变异系数(RSD%)分别为 0.41 ± 0.17 , 0.33 ± 0.05 。

表 1 替硝唑日内差、日间差试验结果

浓度 ($\mu\text{g/ml}$)	吸光度					
	日内差(n=5)			日间差(n=5)		
	\bar{x}	SD	RSD(%)	\bar{x}	SD	RSD(%)
10.76	0.4068	0.0017	0.4179	0.4054	0.0017	0.4193
16.14	0.5962	0.0028	0.4696	0.5976	0.0020	0.3347
21.52	0.7992	0.0020	0.2503	0.7991	0.0024	0.3003
26.90	0.9915	0.0065	0.6556	0.9935	0.0032	0.3221
32.28	1.1781	0.0029	0.2462	1.1820	0.0034	0.2876
平均值			0.4079			0.3328
SD			0.17			0.05

2. 回收率试验

精密称取 5 份 10mg 左右的替硝唑精制品, 分别加入处方比例的葡萄糖, 置 100ml 量瓶中, 加水适量, 置水浴加热溶解, 冷却后加水稀释至刻度, 制成 5 份模拟样品。精取样品液 10ml, 分别置 50ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 配成测定液, 每份样品平行配 3 份, 在 316.4nm 波长处测定吸光度, 代入回归方程, 计算回收率。结果样品平均回收率为 $100.12 \pm 0.76(\%)$, 见表 2。

表 2 注射液中替硝唑的回收率测定结果(n=3)

样品号	投入量 (mg)	测得量(\bar{x}) (mg)	SD	回收率 (%)
1	8.300	8.305	0.021	100.06
2	9.900	9.952	0.051	100.53
3	10.900	11.030	0.060	101.19
4	11.800	11.716	0.029	99.29
5	12.500	12.444	0.029	99.55
平均值				100.12 ± 0.76
RSD				0.76%

四、注射液中替硝唑的含量测定

取不同批号替硝唑葡萄糖注射液,精密吸取 1ml,分别置 200ml 量瓶中,加水稀释至刻度,配成测定液,在 316.4nm 波长处测定吸收度,代入标准曲线回归方程,计算注射液中替硝唑的含量,结果见表 3。

表 3 注射液中替硝唑的含量测定结果(n=3)

批号	应有量 (mg/ml)	测得量(\bar{x}) (mg/ml)	SD	标示量 (%)
960718	4.000	4.025	0.022	100.63
960725	4.000	3.944	0.017	98.60
960810	4.000	3.987	0.025	99.68
平均值				99.64
SD				1.02

(五) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 的测定

取浓度为 10, 15, 20 μ /ml 的替硝唑精制品溶液各 3 份,用三种不同型号的紫外分光光度计在 316.4nm 波长处测定吸收度,共 27 个数据,经数据统计得替硝唑的紫外吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 360, RSD 为 1.7%。

五、结论

采用紫外分光光度法在 316.4nm 波长处测定替硝唑葡萄糖注射液中替硝唑的含量,操作简便、快捷,测定精度高,回收完全,重现性好,适用于该制剂的质量控制。

参考文献

- [1] 杨阳等. 中国药理学通报. 1994;10(5):386
- [2] 中华人民共和国卫生部部颁标准(暂行) WS-191. (x-159)-94
- [3] 李士敏等. 中国医药工业杂志. 1996;27(5):216

封面说明

第二军医大学药学院建于 1949 年,是培养全军药学专业高级人才的唯一基地。学院现由药理学系、学员大队、中西药研究所,康宝新药研究开发中心,朝晖制药厂组成。现有教职工 300 多人,其中教授 25 人,副教授 23 人,中青年教师以博士、硕士为主体。药学系现有无机化学、有机化学、药物分析学、药理学、物理化学、药物化学、天然药物化学、药剂学、军队药事管理学、生药学等 10 个教研室,1 个中西药研究室,1 个分析测试中心。现有 6 个硕士学位授权学科和生药学、药物化学、药物分析学 3 个博士学位授权学科,1 个药学博士后流动站。学员大队在院学生约 750 人。学院拥有 300 兆超导核磁共振仪、超临界流体色谱仪、原子吸收光谱仪、毛细管电泳仪等现代化大型设备 90 多台件,价值 1200 余万元。学院朝晖制药厂由新药研究中心,药品生产基地、药品质量检测中心组成,拥有一座 5000 平方米,按 GMP 标准设计建造的现代化制剂大楼,具备生产各类原料药、中成药、片剂针剂、胶囊剂等多种剂型的生产能力。学院图书馆收藏着 1882 年以来的药学专业书刊 10 万多册、外文期刊 250 多种。学院还创办了《药学实践》和《军队医药杂志》两个刊物。院内栽培着 700 多种药用植物,把药学院点缀成一个绿树成荫、鲜花盛开的花园。

学院目前承担了国家科委、总后勤部和上海市科委等几十项重大研究课题。在抗真菌药物、生药鉴定和资源学、心脑血管药理学、计算药物分析和中西药、生化药质量控制等研究领域已形成明显的特色。在计算机辅助药物设计、靶向制剂和抗肿瘤药物研究等方面已取得长足的发展。1978 年以来,先后荣获国家发明奖、国家科技进步奖、军队科技进步奖等重大科技成果 40 多项,其它科技成果 100 多项,取得四个新药证书。在国际学术交流方面先后与美国、德国、日本、加拿大等国的 8 个学校和研究所建立了长期的学术交流和研究合作关系。