

TB敷伤膜中甲硝唑的HPLC法测定

武警医学院(天津 300162) 雷鸣森*

解放军石家庄高等医学专科学校 丛月珠 刘景东

摘要 介绍用HPLC法测定TB膜中甲硝唑的含量。此法测定的回收率与药典法结果一致,说明方法准确、可行。

关键词 HPLC法 紫外分光光度法 TB膜 甲硝唑

甲硝唑用于抗厌氧菌感染文献报道较多^[1, 2]。TB敷伤膜系由甲硝唑、洗必泰、七叶一枝花、大黄、虎杖、地榆、当归等中西药物组成的复方制剂,具有抗菌、消炎、止痛作用,而且可作为防水敷料应用。经部队试用于外伤和蚊虫叮咬后破损,效果很好,深受欢迎。为了制定TB敷伤膜的质控指标,采用HPLC(高效液相色谱)测定其中主要成分甲硝唑。用HPLC测定甲硝唑国内外均有报道^[3~5],但测定中西药复方制剂中甲硝唑尚未见报道。我们用乙醚和0.1mol/L HCl萃取制剂中甲硝唑,并用甲醇与磷酸缓冲液做流动相的反相色谱法测定甲硝唑含量,结果满意。

1 仪器与实验条件

高效液相色谱仪:日本岛津LC-4A; SPD-2AS可变波长紫外检测器; CR-2AX数据处理机; 色谱柱: Zorbax-ODS, Dupont公司; 流动相: 甲醇-0.1mol/L磷酸缓冲液(pH=4.0)(1:4); 检测器波长325nm,灵敏度0.02AUFS; 纸速: 3cm/min; 室温测定(20℃); UV-200紫外分光光度计(日本岛津)。色谱分离见图。

2 试剂及样品

所用试剂均为分析纯,双重蒸馏水; 甲硝唑: 天津河北制药厂产品(批号: 8708272,含量: 99.817%); TB敷伤膜: 石家庄高等医学专科学校提供。

3 甲硝唑标准曲线

精密称取经105℃干燥恒重的甲硝唑标准品0.2715g,置于250ml量瓶中,用0.1mol/L HCl溶解并稀释至刻度。分别量取10、20、50、100、500μl此溶液于5个10ml量瓶中,加0.1mol/L HCl稀释至刻度。各取5μl进样,所得数据求得浓度与峰面积值之间线性回归方程: $A = 1413 + 271.7A$; 相关系数 $r = 0.9997$; 变异系数在0.13%~0.69%之间。

4 TB敷伤膜的测定

4.1 样品的制备: 取TB敷伤膜约1g,精密称重,置25ml分漏斗中,加乙醚10ml,0.1mol/L HCl 10ml,强力振摇20min,使成雪片状。分取水层液,再依法萃取2次,水层液用0.1mol/L HCl定容至50ml,经用0.45μ微孔滤膜过滤后,进样测定,色谱分离见图。

取醚层液,置水浴上,挥去乙醚,用0.1mol/L HCl定容至50ml,用0.45μ微孔滤膜过滤后,进行测定。色谱图上无甲硝唑峰。

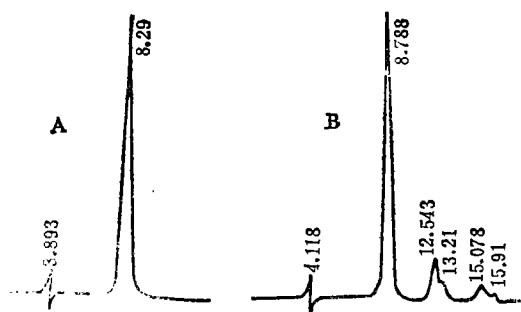


图 1 色谱图

A-甲硝唑 B-TB膜样品

*Address: Lei Pengsen Armed Policeman Medical College, Tianjin

水与醚均不能溶解的高分子化合物，加水乙醇20ml，强力振摇，使成胶体溶液。加入0.1mol/L HCl 20ml，使高分子化合物析出，过滤，滤液定容至50ml，用0.45μ微孔滤膜过滤，进样测定。色谱图上几无甲硝唑峰。

4.2 样品测定结果：用本法测定了6批样品，结果见表。

表 样品测定结果						
批号	含量(%)			平均(%)	SD	CV(%)
8701201	0.89	0.87	0.91	0.86	0.02	2.25
8701206	0.92	0.90	0.93	0.92	0.015	1.66
8701208	0.93	0.90	0.91	0.91	0.015	1.68
8701210	0.93	0.95	1.04	0.97	0.059	6.02
8701212	0.81	0.84	0.81	0.82	0.017	2.11
8701215	0.90	0.90	0.87	0.89	0.017	1.94

回收率试验

将标准品加入到样品溶液中，按上述色谱条件测定甲硝唑的回收率，并同时用UV法^[6]进行比较，结果HPLC： $\bar{X}$ = 100.8%，SD = 1.16，CV = 1.15%；UV： $\bar{X}$ = 101.4%，SD = 3.35，CV = 3.3%

6 讨论

6.1 近年来国内外有报道，用254nm、317nm波长检测，用甲醇-水或磷酸盐-乙腈作流动相测定甲硝唑。经我们反复实验，325nm波长检测，甲醇-磷酸缓冲液作流动相有利于排除该制剂中其它药物干扰。

6.2 用UV法（药典方法）测定TB膜样品时，结果偏高。由HPLC法测定样品的色谱图（见图）上不难看出，在测定波长下，有其它中西药成分的干扰，可见单用紫外分光光度法难以测定该制剂中的甲硝唑。

参 考 文 献

1 Eykyn S T, et al. J Bril Mend, 1976, 2: 418	4 Gibson R A, et al. J Clinchem, 1984, 30: 784
2 Eykyn S T. Surgery, 1983, 93(1), Part 2: 209	5 Gupta V Das. J Pharm Sci, 1984, 73: 1331
3 Woollard G A. J Chromatogram, 1984, 303(1): 260	6 中国药典. 二部. 1985. 98

(1994-09-12收稿)

龙胆苦甙对小鼠化学和免疫所致肝损害的抑制作用

Kondo Y, et al. Planta Medica, 1994, 60(5): 414

从龙胆科植物秦艽*Gentiana macrophylla* Pall. 根中分得龙胆苦甙(gentiopicroside, 简称GPS), 研究其对由CCl₄诱导的肝炎和由脂多糖(LPS)/卡介苗(BCG)诱导的肝炎的抑制作用。结果表明：a) 在CCl₄诱导的肝炎小鼠中，预先口服GPS30~60mg/kg·d，连续5d，能使肝脏中升高的氨基转移酶GOT, GTP水平受到抑制。b) 在先给予BCG，7d后给予小鼠非致死量10μg的LPS造成严重肝炎的模型中，预先腹腔注射GPS 60mg/kg·d，共5d，血清GOT、GPT显著下降，且呈剂量依赖关系。c) 在BCG/LPS模型中，作为主要炎症介质的TNF-肿瘤坏死因子在血清中的

浓度也随之上升，90~120min达峰值，在治疗剂量下，GPS能显著抑制血清中TNF的升高，表明GPS是通过抑制TNF的生成来保护肝脏的。

GPS抑制TNF的生成和肝脏氨基转移酶的释放。这一事实也可以用超氧化歧化酶或过氧化氢酶对LPS/乳糖胺诱导小鼠肝炎的保护作用得到证实。这表明活性氧在BCG/LPS肝炎模型中的重要作用。已有报道，GPS是通过游离基的生成来保护CCl₄诱导的肝炎。可以推测：GPS在化学和免疫诱导的肝炎中起抗氧剂的作用。

(陈蕊芳 摘译)