

三、讨论

文献^[3]用正己烷提取血样,结果蛋白沉淀不完全,杂质峰多,干扰测定结果。本文采用先加 1.5ml 甲醇沉淀蛋白后再用 1.5% 异丙醇正己烷提取的方法,效果较好,所得色谱图杂质峰对噻氯匹啉测定无干扰。

按文献^[4]方法流动相中加入氨水时,由于氨水杂质多,噪音干扰大,但不加氨水时,峰有拖尾现象,所以考虑加入正丁胺,但加胺后,流动相 pH 太高,对柱子有损坏,破坏它的固定相的硅烷键,加入少量冰醋酸后调节

pH 值则峰形较好。

参考文献

- [1]叶金朝. 噻氯匹啉胶囊的药理及临床应用. 新药与临床, 1990; 16(9): 291 ~ 2
- [2]朱珠, 傅强, 李大魁, 等. 国产与进口噻氯匹啉的药学及生物利用度比较研究. 中国药理学杂志, 1996; 31(9): 542 ~ 5
- [3]Soichi I, Shinji S, Shuichi A, et al. Determination of ticlopidine in rabbit plasma by high - performane liquid chromatography. Chem Pharm Bull, 1987, 35(3): 1304
- [4]朱珠, 傅强, 徐小薇, 等. 血浆中盐酸噻氯匹啉的高效液相色谱法及其在相对生物利用度研究中的应用. 中国药理学杂志, 1997; 32(9): 542 ~ 9

盐酸丁卡因滴眼液的薄层色谱鉴别和紫外光谱含量测定

傅应华 徐宏祥*

(浙江省嘉兴卫生学校 嘉兴 314000)

Studies on UV spectrophotometric determination and thinlayer chromatographic identification of tetracaine hydrochloride eye drop

Fu Yinghua, Xu Hongxiang

(Jiaxing Health school of Zhejiang Province, Jiaxing 314000)

ABSTRACT A method of determination by UV spectrophotometry and identification by thin - layer chromatography of tetracaine hydrochloride eye drop was established. The maximum absorbance wavelength at $310 \pm 1\text{nm}$ was selected for determination wavelength, ethyl hydroxybenzoate has no interference. The result showed that the absorbance coefficient ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$) of tetracaine hydrochloride at $310 \pm 1\text{nm}$ was 760, RSD = 0.5% ($n = 20$), the mean recovery for sample was 99.5%, RSD = 0.5% ($n = 7$). This method is simple, rapid, accurate and reproducible.

KEY WORDS tetracaine hydrochloride, UV spectrophotometry, thin - layer chromatography

盐酸丁卡因滴眼液为局部麻醉药,临床常用于测量眼压、角膜异物剔除和眼科手术前表面麻醉等。1990年版《中国医院制剂规范》^[1]采用以氯仿 - 乙醇(1:1)作溶剂,用碱量法测定含量,缺乏专属性,终点变化迟缓。1995年版《中国医院制剂规范》(西药制

剂)^[2]改用永停滴定法,用重氮化测定含量,限于仪器条件,目前还难以普及。因此,作者研究了紫外光谱法测定含量和薄层法定性鉴别,便于普及。本法操作简便、快速,定量准确性和定性专属性均好。

一、仪器与药品

(一)仪器

* 浙江嘉兴市药品检验所

UV-265FW 型紫外可见分光光度计(日本岛津), WFZ-800D₂ 型紫外分光光度计; 751-G 型(附 XP-75 记录仪)分光光度计, 53WB 型分光光度计和 756MC 型分光光度计(均为上海分析仪器厂产品)。

(二) 药品

盐酸丁卡因(符合中国药典 1995 年版^[3]规定), 经乙醇重结晶得纯品; 盐酸丁卡因滴眼液按规范^[2]自制 3 批, 规格均为 1%, 批号分别为 970523, 970526, 970527。磷酸盐缓冲液(pH5.8)按中国药典 1995 年版二部附录 167 页配制。

二、实验方法与结果

(一) 紫外吸收光谱的绘制

取盐酸丁卡因适量, 用水配制每 ml 中含 10 μ g 的溶液; 另按处方比例称取附加剂适量, 加水溶解并稀释成与盐酸丁卡因同步浓度的溶液。用 UV-265FW 分光光度计于 200~400nm 的波长范围扫描图谱, 见图 1。

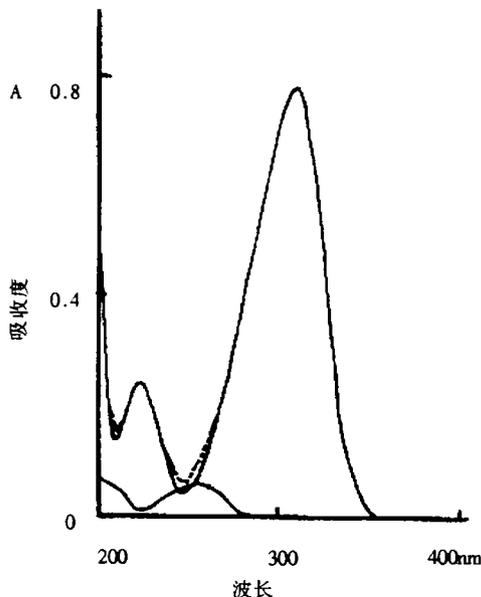


图 1 紫外吸收光谱图

- 1. 盐酸丁卡因 2. 羟苯乙酯
- 3. 氯化钠 4. 混合物

结果表明, 盐酸丁卡因水溶液在 310 \pm 1nm 的波长处有最大吸收, 附加剂在此波长下均无吸收。因此, 本实验选择 310 \pm 1nm 波

长测定盐酸丁卡因的含量。

(二) 百分吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)测定

精密称取经 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的盐酸丁卡因 50mg, 置 100ml 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 混匀。再精密吸取 1ml 和 2ml 共 5 份, 分置 100ml 量瓶中, 加磷酸盐缓冲液(pH5.8)20ml, 用水稀释至刻度。分别用 UV-265FW 型, WFZ-800D₂ 型, 53WB 型, 751G 型和 756MC 型等 5 台紫外分光光度计在 310 \pm 1nm 的波长处测定吸收度, 计算百分吸收系数 $E_{1cm}^{1\%}$ 为 760, RSD=0.5% (n=20)。

(三) 加样回收率试验

按处方比例配制模拟样品溶液。精密吸取 1ml, 置 100ml 量瓶中, 加水至刻度, 混匀; 再精密吸取 10ml 置 100ml 量瓶中, 加磷酸盐缓冲液(pH5.8)20ml, 加水至刻度, 混匀。以水为空白, 于 310 \pm 1nm 的波长处测定吸收度, 按盐酸丁卡因百分吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 760 计算, 结果见表 1。

(四) 样品含量测定

精密吸取样品 1ml 置 100ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 混匀, 照回收率试验项下方法自“精密吸取 10ml”起, 依法测定, 结果见表 2, 并用法定标准方法^[2]测定作对照。

表 1 回收率试验

加入量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)	\bar{x} (%)	RSD (%)
10.00	9.91	99.1	99.5	0.5
10.00	9.93	99.3		
10.00	9.92	99.2		
10.00	10.00	100.0		
10.00	9.97	99.7		
10.00	9.87	98.7		
10.00	10.02	100.2		

表 2 样品含量测定结果(表示量%, n=3)

批号	紫外吸收 $E_{1cm}^{1\%}$ 法		永停滴定法	
	测得量 (%)	RSD (%)	测得量 (%)	RSD (%)
970523	102.3	0.1	102.3	0.3
970526	104.1	0.5	103.2	0.5
970527	102.8	0.7	103.2	0.3

三、薄层色谱鉴别

(一) 盐酸丁卡因对照品液制备

取盐酸丁卡因对照品 25mg, 置 5ml 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 混匀(每 1ml 含 5mg)。

(二) 供试品溶液的制备

取本品 5ml 置 10ml 量瓶中, 加水至刻度, 混匀。

(三) 稀的碘化铋钾试液

按中国药典 1995 年版二部附录 173 页配制。

(四) 薄层板制备

取硅胶 G 适量, 加水研匀, 铺板制成 0.2~0.3mm 厚的薄层板, 室温干燥后用氢氧化钾的甲醇液(0.1mol/L)喷洒, 于 110℃ 干燥活化 0.5h, 置干燥器中备用。

(五) 展开

吸取盐酸丁卡因对照品溶液和供试品溶液各 5 μ l, 点于薄层板上, 分别用环己烷-甲苯-二乙胺(75:15:10), 氯仿-甲醇(90:10)和丙酮等 3 种不同展开剂展开, 取出晾干, 喷以稀的碘化铋钾试液, 主斑点即显橙红色, R_f 值依次为 0.37、0.63 和 0.48。薄层色谱图见图 2。

四、讨论

1. 实验表明, 与重氮化永停滴定法相比, 用紫外光谱百分吸收系数法测定盐酸丁卡因滴眼液的含量, 具有灵敏度高, 取样量小, 操作简单、快速等优点。且紫外分光仪为常用分析仪器, 易于普及推广, 而永停滴定仪

一般制剂室不具备, 难以使用。

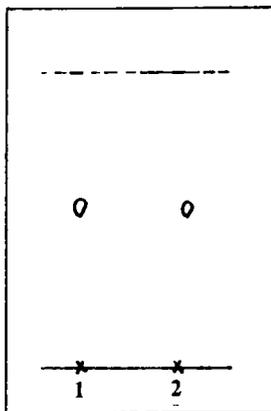


图 2 薄层色谱图

1. 盐酸丁卡因对照品 2. 供试品

2. 因盐酸丁卡因的紫外吸收易受 pH 值的影响, 在弱酸性条件下其摩尔吸收系数较大^[4]。故在测定时加入磷酸盐缓冲液(pH5.8), 保证了方法的灵敏度和测定的重现性。

3. 标准记载的鉴别方法^[1,2]是加硫氰酸铍于样品中产生白色沉淀进行真伪鉴别, 专属性不强。经试验, 用薄层色谱法鉴别盐酸丁卡因, 所选 3 种展开剂均能将其展开, 斑点集中, 显色剂显色灵敏, 大大提高了定性鉴别的专属性和可靠性。见图 2。

参考文献

- [1] 中国医院制剂规范·第一版·1990:168
- [2] 中国医院制剂规范(西药制剂)·第二版·1995:177~8
- [3] 中国药典·二部·1995:560~1
- [4] 田薇, 王玉琦, 消振中. 鼻出血处理剂中的盐酸丁卡因与盐酸麻黄素的含量测定. 中国医院药学杂志, 1990; 10(3):119~21

电导法测定氯化钠注射液的含量

孙旭群 宣信长 虎士梅

(安徽医科大学附属医院药剂科 合肥 230022)

摘要 本文以电导法测定氯化钠注射液的含量, 回收率 99.97%, RSD = 0.32%, 与硝酸银滴定法相比具有简便、准确、快捷的优点。