

盐酸丁卡因注射液含量测定方法的改进

刘灵改, 郭进, 冯廷廷 (河北医科大学第二医院, 河北 石家庄 050000)

摘要:目的 寻找一种快速测定盐酸丁卡因注射液含量的方法。方法 根据丁卡因在 311nm 处有最大吸收的特点, 用紫外分光光度法测定其含量。结果 以水为空白, 在 190 ~ 400nm 范围内扫描, 盐酸丁卡因在 311nm 处有最大吸收, 并在每 mL 含 2 μ g ~ 20 μ g 范围内呈良好的线性关系, 直线方程为 $A = 0.07540C - 1.6164 \times 10^{-4}$, $r = 0.9999$, $RSD = 0.27\%$, 并与《中国药典》法和《中国医院制剂规范》法比较, 结果无显著差异, ($P < 0.01$)。结论 用紫外分光光度法测定盐酸丁卡因注射液的含量, 操作简便, 结果可靠, 适于医院制剂快速分析。

关键词: 盐酸丁卡因; 紫外分光光度法; 含量测定

中图分类号: R927.2; R988.1 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2005)07-0661-02

The improvement of method of content determination for Tetracaine hydrochloride Injection

LIU Ling-gai, GUO Jin, FENG Yan-ting (The second Affiliated Hospital, Hebei medical University, Shijiazhuang 050000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To find a method of determination Tetracaine hydrochloride Injection quickly. **METHODS** Tetracaine Hydrochloride can be determined by Auto-Polarimeter, detection wavelength was 311 nm. **RESULTS** The concentration of Tetracaine hydrochloride was liner with optical activity in the range of 2 μ g/mL ~ 20 μ g/mL, $r = 0.9999$, $RSD = 0.27\%$, $n = 8$. **CONCLUSIONS** Tetracain Hydrochloride Injection can be determined by polarimetry, The method was rapid and accurate. It was suitable for the quick-analysis of drugs made in hospital.

KEY WORDS: tetracaine hydrochloride, polarimetry, determination

盐酸丁卡因注射液为局麻药, 用于表面局麻、神经传导阻滞及椎管内阻滞等。由于本品遇碱、受高温或久贮后可分解或析出沉淀, 宜新鲜配制, 并应用中性玻璃容器。《中国医院制剂规范》中采用永停滴定法测定其含量, 该法结果准确, 但鉴于医院制剂条件所限, 不可能具备相应设施; 《中国药典》规定用非水溶液滴定法, 此法操作较繁琐, 尚需作空白校正。为此我们试采用紫外分光光度法测定其含量, 结果满意, 现介绍如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 TU—1901 双光束紫外可见分光光度计 北京普析通用仪器有限责任公司。

1.2 试剂 标准品盐酸丁卡因: 批号 031202 北京市燕京制药厂生产; 1% 盐酸丁卡因注射液: 本院自制。

2 方法与结果

2.1 波长的选择 取盐酸丁卡因标准品 10 mg, 置于 50mL 量瓶中, 加水至足量, 得 200 μ g/mL 储备液。再取储备液适

量加水稀释成 20 μ g/mL 的溶液 (取储备液 5.0mL, 加蒸馏水稀释至 50mL), 用 TU-1901 在 190 ~ 400nm 范围内扫描, 结果, 在 311nm 处有最大吸收。

2.2 标准溶液的配制 取盐酸丁卡因标准品 10 mg, 精密称定, 置于 50mL 量瓶中, 加水至足量, 使成 200 μ g/mL 的标准溶液。

2.3 标准曲线的绘制 精密量取标准溶液 5.0mL, 4.0mL, 3.0mL, 2.0mL, 1.0mL, 0.5mL, 至 50mL 量瓶中, 加水至刻度使成每 mL 含盐酸丁卡因 20.0 μ g, 16.0 μ g, 12.0 μ g, 8.0 μ g, 4.0 μ g, 2.0 μ g, 分别在 311.0nm 处测吸收度。然后对数据进行处理, 得回归方程 $A = 0.07540C - 1.6164 \times 10^{-4}$, $r = 0.9999$, 结果显示: 在 2.0 ~ 20.0 μ g/mL 范围内, 浓度与吸收度呈良好的线性关系。

2.4 回收率试验 配制系列浓度的盐酸丁卡因溶液, 同法测定含量并计算回收率。结果平均回收率为 99.89%, $RSD = 0.32\%$ ($n = 3$)。

3 标准品的精密度试验

精密量取标准品溶液(200 $\mu\text{g}/\text{mL}$)5 mL 于 50 mL 的量瓶中,加蒸馏水至足量。平行做 3 份,测其吸收度,计算 RSD 值为 0.27%。

4 方法的稳定性试验

精密量取标准品溶液(200 $\mu\text{g}/\text{mL}$)5 mL 于 50 mL 的量瓶中,加蒸馏水至足量使成每 mL 含盐酸丁卡因 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$,分别在 0, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0, 12.0, 24.0 小时测其吸收度,并计算其浓度,结果无明显变化。

5 与药典法及中和法测定结果的比较

选用本院制剂室配制的 3 个批号的盐酸丁卡因注射液,用三种方法分别测定其含量,见表 1。

表 1 药典法、中和法与紫外法测定结果的比较(浓度为 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

Tab 1 The comparison of result by polarimeter and pharmacopeia method, neutralization (concentration: $\mu\text{g}/\text{mL}$)

批号	实际浓度%	紫外法浓度%	药典法浓度%	中和法浓度%
20040604	1.0	1.03	1.03	1.04
20040608	1.0	1.00	1.01	1.03
20040618	1.0	1.02	0.98	1.01
平均误差		0.025%	0.02%	0.04%

$P < 0.01$

6 讨论

6.1 盐酸丁卡因注射液为医院常用的局麻药,临床使用时一般要求新鲜配制,所以,快速测定是药检人员面临的首要问题。《中国药典》采用非水溶液滴定法测定原料药的含量,而《中国医院制剂规范》中规定采用永停滴定法测定其注射液的含量,结果准确,但我院不具备此条件;而利用酸碱中和滴定法,需要加入中性乙醇和中性氯仿并需加氢氧化钠调整 pH 值,增加了误差的机会;且耗时长,不适宜快速分析。

6.2 本法测定盐酸丁卡因注射液的含量,操作简便,结果准确,弥补了检验设备不足,避免了中和滴定法终点显色变化不明显的缺憾。

6.3 本试验均在室温下进行,通过方法的稳定性考察,时间的影响并不明显;但是考虑到注射液的特点,应尽量避免在空气中暴露时间过长而影响药液的质量。所以应在较短时间(少于 4h)内完成测定。

6.4 本法操作简便,灵敏度高,并与药典法和酸碱中和法均做了比较,以酸碱中和法的结果误差最高,但 P 值均 < 0.01 。适用于医院制剂快速分析。

收稿日期:2004-10-26