

## · 药品检验 ·

## 薄层扫描法测定安钠咖注射液的含量

扬州师范学院化学系 (江苏扬州, 225002) 李增光\* 王爱银

**提要** 以石油醚—丙酮—冰醋酸(50:25:2)为展开剂, 在薄层硅胶板上分离咖啡因  $R_f=0.24$ , 和苯甲酸钠( $R_f=0.69$ ), 然后采用双波长薄层扫描法测定咖啡因( $\lambda_s=270\text{nm}$ ,  $\lambda_R=320\text{nm}$ )和苯甲酸钠( $\lambda_s=227\text{nm}$ ,  $\lambda_R=320\text{nm}$ )的含量。

**关键词** 薄层色谱; 双波长扫描; 安钠咖注射液; 苯甲酸钠; 咖啡因。

安钠咖注射液系由咖啡因加助溶剂苯甲酸钠制成, 其含量分析方法有中国药典的容量法<sup>[1]</sup>。美国药典的重量法<sup>[2]</sup>, 分光光度法<sup>[3-5]</sup>以及高效液相色谱法<sup>[6]</sup>。本文报道以薄层色谱法分离苯甲酸钠和咖啡因, 然后采用双波长薄层扫描法测定两者的含量。该法操作简便, 结果准确可靠。

## 实验部分

**一、仪器和药品** CS-930 双波长薄层扫描仪(日本岛津公司), PBQ-1 型薄层自动铺板器(四川重庆新力实验电器厂), 咖啡因、苯甲酸钠符合中国药典1990年版, 试剂除硅胶G、CMC-Na 为化学纯外, 均为分析纯试剂。

**二、薄层板的制备** 准确称取硅胶G 48 g, 加0.5%的 CMC-Na 溶液 48 ml, 铺制 0.3 mm 的薄板, 晾干后在110℃下活化1小时备用。

**三、标准溶液的配制** 精确称取 12.00 mg 无水咖啡因以甲醇溶解并稀释配制得含量为240.0  $\mu\text{g/ml}$  的咖啡因标准溶液。另称取13.00 mg 的苯甲酸钠同法配制得260.0  $\mu\text{g/ml}$  的苯甲酸钠溶液。

**四、样品溶液的制备** 精确吸取安钠咖

注射液 1 ml 于 50 ml 的量瓶中, 以甲醇为溶剂稀释至刻度后吸取 5 ml 于另一 50 ml 的量瓶中, 再以甲醇稀释至刻度, 得供试液。

**五、样品的测定** 在同一薄层板上点上 4  $\mu\text{l}$ 、2  $\mu\text{l}$  的咖啡因标准溶液和苯甲酸标准溶液样点各两个, 3  $\mu\text{l}$  的供试液样点个数, 待溶剂挥发至干后, 置于饱和层析缸内以石油醚—丙酮—冰醋酸(50:25:2)为展开剂, 上行展开至 10 cm 处取出待溶剂完全挥发后, 放入扫描仪中, 设定参数  $SX=1$ , 对咖啡因( $\lambda_s=270\text{nm}$ ,  $\lambda_R=320\text{nm}$ )和苯甲酸钠( $\lambda_s=227\text{nm}$ ,  $\lambda_R=320\text{nm}$ )进行双波长扫描, 测定其含量。

## 结果及讨论

1. 研究表明可以分离苯甲酸钠和咖啡因的展开剂有苯—丙酮—冰醋酸和石油醚—丙酮—冰醋酸, 考虑到石油醚无毒少污染, 所以选用后者为展开剂, 当石油醚—丙酮—冰醋酸为50:25:2(V/V)时, 能将苯甲酸钠和咖啡因分开,  $R_f$  值分别为 0.69 和 0.24, 满足定量扫描测定的要求。

2. 图 1 为苯甲酸钠和咖啡因的紫外吸收光谱图, 光谱图表明: 苯甲酸钠和咖啡因分别在 227 nm 和 270 nm 处有最大

\* 李增光 扬州师范学院化学系毕业, 现任该校有机化学讲师。

吸收和文献<sup>[6]</sup>值相接近,在320nm处两者吸收几为零。所以选用227nm和270nm分别为苯甲酸钠和咖啡因的扫描波长,而320nm图1 苯甲酸钠——咖啡为参此波长。

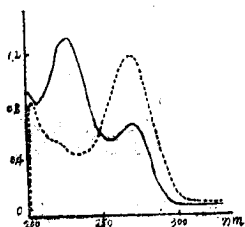


图1 苯甲酸钠——咖啡为参此波长。

3. 取薄层板一块在其上点上1~5μl的标准咖啡因溶液和苯甲酸钠溶液,同样品测试法测定,当线性化参数SX=1时,其吸收峰面积见表1,对表1中A组数据进行回归分析,得其线性方程分别为:

咖啡因  $A = 15898.91 + 6661.4$

苯甲酸钠  $A = 8943.01 + 2538.38$

相关系数分别为0.9997和0.9991,可见在相应的浓度(咖啡因0.24μg~1.20μg苯甲酸钠0.26μg~1.30μg)范围内,吸收峰面积和浓度呈良好的线性关系。

表1 吸收峰积分面积和标准样品体积

| 体 积<br>ul | 吸 收 峰 积 分 面 积 |          |          |          |
|-----------|---------------|----------|----------|----------|
|           | 咖 啡 因         |          | 苯 甲 酸 钠  |          |
|           | A             | B        | A        | B        |
| 5         | 85685.0       | 86463.6  | 47313.3  | 47999.6  |
| 4         | 70281.0       | 70177.9  | 37712.4  | 38113.0  |
| 3         | 54983.3       | 54926.8  | 29776.3  | 30275.9  |
| 2         | 39020.2       | 39085.4  | 21164.9  | 21304.1  |
| 1         | 21820.8       | 21520.7  | 10871.5  | 10691.1  |
|           | 271790.3      | 272174.4 | 146838.4 | 148383.7 |

4. 表1中AB两组数据为对同一薄板的两次扫描测定结果,测定间隔为4小时,测定结果表明样品斑点在该测定条件下具有良好的稳定性。

5. 按中国药典配制不同浓度的三种安钠咖溶液,然后按照样品测试法进行含量测定,测定结果见表2:咖啡因n=15,平均回收率为100.1%,变异系数CV=1.1%,苯甲酸钠n=15,平均回收率99.6%,变异系数CV=1.7%。

表2 回收率的测定

|      | 添加量<br>(mg/ml) | 测得量<br>(mg/ml) | CV<br>(%) | 回收率   | 平均回<br>收率* | CV*<br>% |
|------|----------------|----------------|-----------|-------|------------|----------|
| 苯甲酸钠 | 150.0          | 149.1          | 1.6       | 99.4  |            |          |
|      | 130.0          | 230.2          | 1.6       | 100.1 | 99.6       | 1.7      |
|      | 110.0          | 109.3          | 2.3       | 99.4  |            |          |
| 咖啡因  | 140.0          | 139.4          | 0.8       | 99.6  |            |          |
|      | 120.0          | 119.9          | 1.4       | 100.0 | 100.1      | 1.1      |
|      | 100.0          | 100.7          | 1.0       | 100.7 |            |          |

\* n = 15

薄层色谱法测定安钠咖注射液的含量测试结果准确可靠。具有良好的重现性,且操作简单、处理方便,是一个优良的定量方法。

## 参 考 文 献

- [1] 中国药典 1990版 二部 192
- [2] USP XX 105
- [3] 张汉儒; 药物分析杂志 5(2), 92, 1985.
- [4] 戴竹峰等. 医药工业 16(11), 490, 1985
- [5] 沈玉刚; 药学通报 22(10), 608, 1987
- [6] 孙嘉奎等; 药物分析杂志 6(5), 270, 1986