

9 种医院制剂鉴别试验阴性原因分析及改进

周 权 郑晓波(杭州 310009 浙江大学医学院附属二院)

医院制剂鉴别试验要求分析方法专属性高,重现性好,简便快速,灵敏。而笔者在快检工作中,发现有些已注册的制剂或《中国医院制剂规范》、《浙江省医院制剂规范》记载制剂

的鉴别方法欠妥。有的甚至“想当然地”沿用了原料药的鉴别试验方法。经空白试验和对照试验,找出了阴性结果的原因,并对一些鉴别方法进行了改进。现报道如下:

表 1 溶液的酸度、浓度、试剂质量、用量影响鉴别反应

制剂名称及收载出处	现行方法	原因分析及改进之处
1. 呋喃西林溶液 《中国医院制剂规范》 第一版,1995, p19	[呋喃西林]取本品 20ml,置锥形瓶中,加锌粒 2 粒,乙醇 5ml,稀硫酸 10ml,置水浴上加热,溶液渐渐变成几乎无色的溶液。(实际操作结果: 20min 内淡黄色并未褪去。)	溶液酸度不足—将稀硫酸 10ml 改成 5ml 浓硫酸,并且不加乙醇,以提高酸度,促进反应进行。
2. 盐酸丁卡因注射液 《浙江省医院制剂规范》 1988, 第一版, p341	[丁卡因]取本品 2ml,加硝酸 1ml,即显黄色。(实际操作结果: 未显黄色)	混合液中硝酸浓度不足—改变样品与硝酸的取量比例(取本品 1ml,加硝酸 2ml)。
3. 硝酸毛果芸香碱滴眼液 《中国医院制剂规范》 第一版,1995, p180	[毛果芸香碱]取本品 1ml,加稀硫酸 2 滴,加过氧化氢试液 2ml,氯仿 2ml 和重铬酸钾试液 1 滴,氯仿层显蓝紫色。(实际操作结果: 氯仿层未显蓝紫色)	重铬酸钾试液量不够—改成 3 滴;若仍呈阴性结果,则是由于过氧化氢试液失效引起,应重新配制
4. 咪康唑乳膏 《浙江省医院制剂规范》 1988, 第一版, p246	[咪康唑]取本品约 1g,加硫酸 2 滴和二苯胺试液 2 滴,显蓝色。(实际操作结果: 未显蓝色)	放在试剂瓶中的硫酸已吸湿应更换硫酸

表 2 赋形剂或共存组分干扰鉴别反应

制剂名称及收载出处	现行方法	干扰物质	改进之处
1. 氧氟沙星滴耳液 《中国医院制剂规范》 第一版,1995, p156	[氧氟沙星]取供试液 5ml,置水浴加热,待乙醇挥尽,加丙二酸约 10mg,醋酐 10 滴,水浴加热,显红棕色。(实际操作结果: 鉴别反应阴性)	甘油	取供试液 5ml,置分液漏斗中,用 10ml 氯仿萃取,取氯仿层蒸干,残留物加丙二酸,后按现行方法操作。
2. 胃炎合剂Ⅲ号 (含硫酸庆大霉素,山莨菪碱,尼泊金乙酯) 本院协定处方	[山莨菪碱]取本品约 20ml,水浴蒸干,残渣显托烷类生物碱类的鉴别反应。(实际操作结果: 鉴别反应阴性)	尼泊金乙酯	取本品 20ml,加氨试液 10 滴,用 20ml 氯仿萃取,取氯仿层蒸干,按法进行。或用 0.03% 过氧化氢溶液代替尼泊金乙酯作为防腐剂。
3. 山莨菪碱滴眼液 《浙江省医院制剂规范》 1988, 第一版, p366	[山莨菪碱]取本品 5ml,水浴蒸干,残渣显托烷类生物碱类的鉴别反应。(实际操作结果: 鉴别反应阴性)	同上	同上
4. 复方薄荷脑滴鼻液 《中国医院制剂规范》 第一版,1995, p166	[樟脑]取本品 5ml,加乙醇制成 2.5mg 的溶液,照分光光度法,在 230~350nm 的波长范围内测定吸收度,仅在 289nm 波长处有最大吸收。(实际操作结果: 近 230nm 波长处有更大吸收;且随时间变化,吸收度值不稳定。)	液状石蜡	用乙醇制成所需浓度溶液后,静置分层,取上层乙醇液(下层为液体石蜡),结果仅在 289nm 波长处有最大吸收。
5. 枸橼酸钾合剂 《中国医院制剂规范》 第一版,1995, p7	[钾离子]按附录 37 页进行 (实际操作结果: 灼烧发生炭化,无法继续操作)	枸橼酸根离子	亚硝酸钴钠法或焰色反应

收稿日期: 2000- 08- 28