

HPLC测定盐酸丁卡因注射液的含量

吴洪文,王超华 (广西医科大学第四附属医院,广西 柳州 545005)

摘要:目的 建立盐酸丁卡因注射液的含量测定方法。方法 采用 Inertsil C8-3(4.6 mm × 250 mm 5 μm)的色谱柱,以乙腈-水(80:20)为流动相,检测波长为 310 nm,流速 1.0 mL·min⁻¹。结果 在 3.2 ~ 22.4 μg·mL⁻¹范围内成线性关系, $y = 646.59x - 297.63$ ($r = 0.9992$) 平均回收率为 100.47%, RSD为 0.89%。结论 本方法简单、准确,可用于盐酸丁卡因注射液含量的快速定量分析。

关键词:高效液相色谱法;盐酸丁卡因;盐酸丁卡因注射液

中图分类号: R917.101; R971.2 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2008)05-0442-02

Determination of Tetracaine Hydrochloride in Injection by HPLC

WU Hong-wen, WANG Chao-hua (The 4th Affiliated Hospital, Guangxi Medical University, Liuzhou 545005, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for determination of tetracaine hydrochloride in injection. **METHODS** HPLC was adopted with Inertsil C8-3(4.6 mm × 250 mm 5 μm) column as analytical column, acetonitrile-water(80:20) as the mobile phase. The flow rate and detection wavelength was 1.0 mL·min⁻¹, 310 nm, respectively. **RESULTS** The linear range of tetracaine hydrochloride were 3.2 - 22.4 μg·mL⁻¹, $r = 0.9992$, the average recovery was 100.47%, RSD was 0.89% ($n = 5$). **CONCLUSION** The method is simple, accurate and suitable for the determination of tetracaine hydrochloride in injection.

作者简介:吴洪文,男,学士,副主任药师 Tel: (0772)3815346 E-mail: wuhongwen5918@163.com

盐酸丁卡因注射液在临床上主要用于局部麻醉。处方来源于中国医院制剂规范^[1],规格为 $10 \times 10^3 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$,收载于国标的盐酸丁卡因及其制剂,其含量测定方法均采用容量法或紫外分光光度法,本品采用 HPLC可进一步提高含量测定的准确性和专属性。

1 仪器与试剂

LC-10ATVP 高效液相色谱仪(日本岛津)、SPD-10AVP 紫外检测器。电子天平(型号 BP211D, Sartorius)。盐酸丁卡因对照品(中国药品生物制品检定所供含量测定用,批号:100456-200301)。1%盐酸丁卡因注射液(本院制剂室生产,批号:050713,050821,050905)。乙腈为色谱纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:采用 Inertsil C8-3(4.6 mm \times 250 mm, 5 μm)的色谱柱。柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;流动相为乙腈-水(80-20);流速:1.0 mL \cdot min⁻¹;检测波长:310 nm;灵敏度:1.0AUFS。进样量 20 μL 。

2.2 线性关系考察

精密称取 50 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的盐酸丁卡因对照品 0.003 2 g,置于 100 mL 量瓶中,加水稀释得含盐酸丁卡因 32.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的标准储备溶液。分别精密吸取储备液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0 mL 于 10 mL 量瓶中,加水稀释到刻度,摇匀,配成盐酸丁卡因浓度为:3.2, 6.4, 9.6, 12.8, 16.0, 19.2, 22.4 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的系列溶液,在选定的色谱条件下,取 20 μL 进样分析,以被测物峰面积为纵坐标(y),相应浓度为横坐标(x),进行线性回归,结果得:

盐酸丁卡因的线性回归方程: $y = 64\ 659x - 29\ 763$ ($r = 0.999\ 2$) 线性范围 3.2 ~ 22.4 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

2.3 回收率实验

已知含量样品中,精密量取 1 mL 样品溶液,置于 100 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,再取上述溶液 1 mL 置于 10 mL 量瓶中,加水稀释至刻度。精密加入高、中、低三个剂量标准品,进行样品回收实验,见表 1。

表 1 盐酸丁卡因注射液的加样回收率 ($n = 5$)

Tab1 Results of recovery ($n = 5$)

样品含量	加入值	实测值	回收率	平均回收率	RSD
/ μg	/ μg	/ μg	/%		/%
98.4	120.0	219.2	100.36		
98.4	100.0	196.9	99.25	100.47	0.89
98.4	80.0	181.6	101.81		

2.4 重复进样精密度实验

精密取盐酸丁卡因储备液 3 mL,于 10 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,在上述色谱条件下重复进样 5 次,盐酸丁卡因平均峰面积 657 144,为 RSD 为 0.6%,精密度良好。

2.5 重复性实验

精密量取同一批号样品 5 份,按样品测定方法操作。结

果盐酸丁卡因的平均含量为 9.95 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$,RSD 为 0.48%,重复性良好。

2.6 稳定性实验

精密量取同一批号样品适量,按样品测定方法操作,分别在常温下放置 1, 4, 8, 24 h 后测定,盐酸丁卡因平均峰面积为 697 025, RSD 为 0.48%,说明该测定方法具有很好的稳定性。

2.7 破坏性试验

取盐酸丁卡因原料约 0.5 g,加 0.1 mol \cdot L⁻¹的 NaOH 溶液约 50 mL,加热煮沸 2 h,放冷后用 0.1 mol \cdot L⁻¹的 HCl 调溶液 pH 至中性,照含量测定项下的方法试验。强碱、高温条件下的分解产物,在此色谱条件下也与主成分色谱峰达到良好的分离。试验结果表明,该流动相系统能检出盐酸丁卡因的分解产物,且分离效果良好。而紫外分光光度法无法将盐酸丁卡因与分解产物对丁氨基苯甲酸分离。

2.8 样品测定方法

精密量取 1 mL 样品溶液,置于 100 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,再取上述溶液 1 mL 置于 10 mL 量瓶中,加水稀释至刻度。在上述色谱条件下,取 20 μL 进样,并将测定结果与紫外分光光度法^[2]进行比较,结果见表 1。

表 2 样品中盐酸丁卡因的含量测定结果

Tab2 Results of determination of sample

样品批号	HPLC测定值		紫外分光 光度法 /%
	/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	HPLC /%	
050713	9.84	98.40	98.72
050821	9.93	99.30	99.62
050905	10.16	101.60	101.93

3 讨论

有文献报道^[3]采用缓冲液作为流动相,本实验用乙腈和水作流动相,避免缓冲液对色谱柱的损害,且所出峰的峰形对称,无拖尾。从盐酸丁卡因的紫外吸收图谱可见在 310 nm 波长附近有一最大吸收峰,故选择 310 nm 为检测波长。HPLC 能有效地将杂质与主成分分离,从而在准确性方面优于紫外分光光度法。

REFERENCES

- [1] Department of Pharmic Administration of Ministry of Health of The people's Republic of China edit Chinese Criterion of Hospital Preparation [S]. Preparation of Western Medicine. Edition 2. Beijing: Chinese Publishing Company of Medical Science and Technology, 1995: 218.
- [2] State Food and Drug Administration. Drug Standards of State. Standards of Become A Regular New Drug [S]. Vol 36, 2005: 180.
- [3] XU H, LI H, ZHOU J, et al. Rapid determination metronidazole and tetracaine hydrochloride in Paozhenling by HPLC [J]. Chin J Hosp Pharm (中国医院药学杂志), 2001, 21(10): 629.

收稿日期: 2007-05-30