

## • 药物分析 •

## 紫外分光光度法测定盐酸丁卡因滴眼液的含量

农 格(广西天等县人民医院, 广西 天等 532800)

**摘要** 目的: 建立紫外分光光度法测定盐酸 卡因的含量。方法: pH7.4 磷酸盐缓冲液为空白, 在波长为 312nm 处测得盐酸 卡因有最大吸收, 处方中的氯化钠及羟苯乙酯在测定浓度下无干扰。结果: 紫外分光光度法与非水溶液滴定法含量测定结果相比较, 前者平均回收率为 100.09%, *RSD* % 为 1.06%, *n* = 3, 后者平均回收率为 99.93%, *RSD* 为 0.98%, *n* = 3, *t* 检验表明两者无显著性差异 ( $P > 0.05$ )。结论: 该方法简便易行, 精密度高, 可作为该制剂的质量控制方法。

**关键词** 紫外分光光度法; 盐酸 卡因滴眼液; 含量测定

中图分类号: R917 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2002)05-0285-02

## Determination of content in tetracaine hydrochloride eye drops by UV-spectrophotometry

NONG Ge(Guangxi Tiandeng People's Hospital, Guangxi Tiandeng 532800, China)

**ABSTRACT OBJECTIVE:** To establish UV method for the determination of content in tetracaine hydrochloride eye drops. **METHODS:** UV spectrophotometry was used to determine the tetracaine hydrochloride eye drops. The sample was determined at 312nm. **RESULTS:** The standard curver was good linear within the range of 3.5~10.5 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ , ( $r = 0.9999$ ). The average recovery was 100.09%, *RSD* was 1.06% ( $n = 3$ ). **CONCLUSION:** The method is simple, reliable, accurate and can be used for the determination of the content of tetracaine hydrochloride eye drops.

**KEY WORDS** UV-spectrophotometry; tetracaine hydrochloride eye drops, quantitative determination

盐酸丁卡因为长效局麻药, 作用比普鲁卡因强 10 倍, 对粘膜有良好的穿透作用, 其滴眼液适用于测量眼压, 角膜异物剔除, 眼科手术前的表面麻醉等。已知盐酸丁卡因制剂的含量测定方法<sup>[1]</sup> 有非水溶液滴定法、永停滴定法、两相中和滴定法等, 本文研究试用紫外分光光度法测定盐酸丁卡因滴眼液的含量, 结果满意, 可用于制剂质量控制。

### 1 仪器与试剂

53WB UV/VIS(上海光学仪器厂); 盐酸丁卡因(北京燕京制药厂, 批号 990101, 含量 99.9%); 盐酸丁卡因滴眼液(为本院制剂室生产, 规格 1%(g/ml), 批号 20010614, 20010811, 20011123); 氯化钠及羟苯乙酯均为药用规格; 其它试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

#### 2.1 紫外吸收光谱的规定

取 pH7.4 磷酸盐缓冲液<sup>[2]</sup> (以下简称缓冲液) 作空白, 盐酸丁卡因的缓冲液为供试液, 以紫外分光

光度计在 200~400nm 波长范围内扫描, 测得盐酸丁卡因的最大吸收波长为 312nm, 空白液及测定浓度下的氯化钠和羟苯乙酯在 312nm 波长处均无干扰吸收。

#### 2.2 标准曲线的制备

准确称取盐酸丁卡因 0.0350g, 置 100ml 量瓶中, 加入缓冲液使溶解后, 定容。精密量取 0.5, 0.6, 0.8, 1.0, 1.2, 1.5ml 分别置 50ml 量瓶中, 加缓冲液至刻度, 摇匀, 配成盐酸丁卡因标准液, 以缓冲液为空白, 在 312nm 波长处测定吸收度。结果表明: 盐酸丁卡因的缓冲溶液在 3.5~10.5 $\mu\text{g}/\text{ml}$  浓度范围内线性关系良好。得标准曲线为  $C = 0.02953 + 13.26A$ ,  $r = 0.9999$ 。

#### 2.3 稳定性试验

将盐酸丁卡因标准液于室温放置 0, 1, 2, 3, 4, 6, 8h 后, 分别测定各时间段的吸收度, 结果表明溶液稳定在 8h 以上。

## 2.4 回收率试验

取盐酸丁卡因 1.0g, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 按处方<sup>[1]</sup>量加入氯化钠和羟苯乙酯, 加水溶解, 定容, 得模拟 1% (g/ml) 的盐酸丁卡因滴眼液。精密量取 3.5ml, 置 100ml 量瓶中, 加缓冲液至刻度, 摇匀, 精密量取稀释液 0.5ml 置 50ml 量瓶中, 加缓冲液至刻度, 摇匀, 以缓冲液为空白, 在 312nm 波长处测定吸收度, 计算回收率为 100.9%, RSD 为 1.06%,  $n = 3$ 。同时, 精密量取模拟 1% (g/ml) 盐酸丁卡因滴眼液 20ml, 置蒸发皿中, 于 60℃ 水浴上蒸干, 以冰醋酸 25ml 分次溶解, 溶解液移入三角烧杯中, 按非水溶液滴定法<sup>[3]</sup>测定盐酸丁卡因的含量, 平均回收率为 99.93%, RSD% 为 0.98%,  $n = 3$ 。对两种方法测定结果进行成对  $t$  检验。结果表明无显著性差异 ( $p > 0.05$ )。

## 2.5 样品的含量测定

取 1% (g/ml) 盐酸丁卡因滴眼液, 按“2.4 回收率试验”方法制备供试液, 以缓冲液为空白, 在 312nm 波长处测定吸收度, 计算盐酸丁卡因含量。同时按“2.4 回收率试验”方法, 精密量取 20ml 的 1% (g/ml) 盐酸丁卡因滴眼液制备供试液, 以非水溶液滴定法<sup>[3]</sup>测定盐酸丁卡因的含量, 结果见表 1。 $t$

检验结果表明两种含量测定方法无显著差异 ( $P > 0.05$ )。

表 1 样品的含量测定结果 ( $n = 3$ )

批号	紫外分光光度法		非水溶液滴定法	
	标示量%	RSD%	标示量%	RSD%
20010614	100.14	0.94	99.23	0.70
20010811	99.08	0.74	99.75	1.09
200101123	100.12	1.12	99.98	1.32

## 3 讨论

实验结果表明, 以紫外分光光度法测定盐酸丁卡因滴眼液的含量, 方法简便易行, 结果准确可靠, 重现性好, 避免了以滴定法测定时, 因繁杂的操作或人为因素而可能造成的终点判断误差。本方法可替代滴定法作为盐酸丁卡因滴眼液的含量测定方法。

实验采用非水溶液滴定法与紫外分光光度法比较测定结果, 而不是与永停滴定法<sup>[1]</sup>比较, 结果表明 60℃ 水浴干燥样品制备供试液后, 再以非水溶液滴定法测定含量是可靠的。

## 参考文献:

- [1] 中国医院制剂规范. 1995: 177.
- [2] 中国药典. 二部. 2000: 附录 174
- [3] 中国药典. 二部. 2000: 543.

收稿日期: 2002-04-15

## 反相高效液相色谱法测定黄芩及其制剂中黄芩苷含量

宋红英<sup>1</sup>, 刘放<sup>2</sup> (1. 浙江省医学科学院制药厂, 杭州 310013; 2. 浙江省医学科学院药物研究所, 杭州 310013)

**摘要** 目的: 建立反相高效液相色谱法测定黄芩及其制剂中黄芩苷的含量。方法: 在 Spherisorb C<sub>18</sub> 柱上, 以甲醇-水-磷酸 (51:49:0.1) 为流动相, 紫外检测波长 278nm, 外标法定量。结果: 线性范围 5.0~80.0 μg/ml ( $r = 0.9999$ )。方法回归方程为  $A = 32365.56C - 1997.75$ , 平均加样回收率为 97.85% ( $n = 5$ ), 精密度试验  $RSD = 0.86%$  ( $n = 6$ )。结论: 本方法简便、快速、重现性好, 可作为该制剂中黄芩苷含量的测定方法。

**关键词:** 黄芩苷; 芩芩子阴道灌注液; 反相高效液相色谱法

中图分类号: R917

文献标识码: A

文章编号: 1006-0111(2002)05-0286-03

## Determination of baicalin in Qinlingzi vagina perfusate by RP-HPLC

SONG Hongying<sup>1</sup>, LIU Fang<sup>2</sup> (1. The Pharmaceutical Factory of Zhejiang Academy of Medical Sciences Hangzhou 310013, China; 2. The Institute of Materia Medica of Zhejiang Academy of Medical Sciences Hangzhou 310013, China)

**ABSTRACT** **OBJECTIVE:** To establish a reversed-phase HPLC method for determination of contents of baicalin in Qinlingzi vagina perfusate. **METHODS:** RP-HPLC analysis was carried out by using spherisorb C<sub>18</sub> column and methanol-water-phosphoric (51:49:0.1) as the mobile, the detection wavelength was 278nm. The concentration of baicalin was