

三、薄层色谱鉴别

(一) 盐酸丁卡因对照品液制备

取盐酸丁卡因对照品 25mg, 置 5ml 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 混匀(每 1ml 含 5mg)。

(二) 供试品溶液的制备

取本品 5ml 置 10ml 量瓶中, 加水至刻度, 混匀。

(三) 稀的碘化铋钾试液

按中国药典 1995 年版二部附录 173 页配制。

(四) 薄层板制备

取硅胶 G 适量, 加水研匀, 铺板制成 0.2~0.3mm 厚的薄层板, 室温干燥后用氢氧化钾的甲醇液(0.1mol/L)喷洒, 于 110℃ 干燥活化 0.5h, 置干燥器中备用。

(五) 展开

吸取盐酸丁卡因对照品溶液和供试品溶液各 5 μ l, 点于薄层板上, 分别用环己烷-甲苯-二乙胺(75:15:10), 氯仿-甲醇(90:10)和丙酮等 3 种不同展开剂展开, 取出晾干, 喷以稀的碘化铋钾试液, 主斑点即显橙红色, R_f 值依次为 0.37、0.63 和 0.48。薄层色谱图见图 2。

四、讨论

1. 实验表明, 与重氮化永停滴定法相比, 用紫外光谱百分吸收系数法测定盐酸丁卡因滴眼液的含量, 具有灵敏度高, 取样量小, 操作简单、快速等优点。且紫外分光仪为常用分析仪器, 易于普及推广, 而永停滴定仪

一般制剂室不具备, 难以使用。

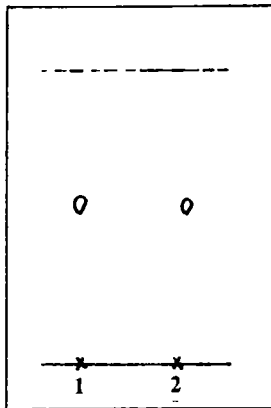


图 2 薄层色谱图

1. 盐酸丁卡因对照品 2. 供试品

2. 因盐酸丁卡因的紫外吸收易受 pH 值的影响, 在弱酸性条件下其摩尔吸收系数较大^[4]。故在测定时加入磷酸盐缓冲液(pH5.8), 保证了方法的灵敏度和测定的重现性。

3. 标准收载的鉴别方法^[1,2]是加硫氰酸铋于样品中产生白色沉淀进行真伪鉴别, 专属性不强。经试验, 用薄层色谱法鉴别盐酸丁卡因, 所选 3 种展开剂均能将其展开, 斑点集中, 显色剂显色灵敏, 大大提高了定性鉴别的专属性和可靠性。见图 2。

参考文献

- [1] 中国医院制剂规范. 第一版. 1990. 168
- [2] 中国医院制剂规范(西药制剂). 第二版. 1995: 177~8
- [3] 中国药典. 二部. 1995: 560~1
- [4] 田薇, 王玉琦, 消振中. 鼻出血处理剂中的盐酸丁卡因与盐酸麻黄素的含量测定. 中国医院药学杂志, 1990; 10(3): 119~21

电导法测定氯化钠注射液的含量

孙旭群 宣信长 虎士梅

(安徽医科大学附属医院药剂科 合肥 230022)

摘要 本文以电导法测定氯化钠注射液的含量, 回收率 99.97%, RSD = 0.32%, 与硝酸银滴定法相比具有简便、准确、快捷的优点。

关键词 电导法;氯化钠;硝酸银滴定法

Determination of sodium chloride by conductance

Shun Xuqun, Xuan Xinzhang, Pang Shimei

(Department of Pharmacy, Affiliated Hospital of Anhui Medical University, Hefei 230022)

ABSTRACT The contents of sodium chloride injection was determined by conductance. The recovery is 99.97%, RSD = 0.32%. This method is simple, rapid and accurate.

KEY WORDS conductance, sodium chloride injection, argentometry

电导法常用于测定电解质溶液的含量,弱酸碱的解离常数等。本文以电导法快速测定氯化钠含量,特别适用于氯化钠注射液中间体的质量控制。

一、仪器与试剂

氯化钠基准试剂(沈阳试剂厂);DCC-11型电导仪(上海雷磁仪器厂)

二、方法与结果

(一)标准曲线

精密称取干燥至恒重的氯化钠 0.15g,置于 100ml 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,从中吸取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml,分别置于 50ml 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,测电导率,求出回归方程 $C = 0.4939G - 0.747$ ($r = 0.9998$)。其中: C 为氯化钠含量, G 为其电导率。

(二)回收率试验

准确配制 0.9% 氯化钠溶液 5 份,各吸取 1.0ml,分别置 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,测其电导率,计算氯化钠含量及回收率,结果见表 1。

(三)精密度试验

日内精密度:将氯化钠溶液日内连续测 5 次, RSD = 0.27%; 日间精密度:将氯化钠溶液每天测 1 次,连续测 5 天, RSD = 0.41%。

(四)样品测定

取我院生产的 0.9% 氯化钠注射液 5 批,分别按电导法和药典法^[1]测定含量,结果一致。见表 2。

表 1 回收率试验

样品	投入量(%)	测得量(%)	回收率(%)
1	0.906	0.904	99.8
2	0.907	0.904	99.7
3	0.897	0.901	100.4
4	0.915	0.912	99.7
5	0.904	0.906	100.2
平均回收率 = 99.97% RSD = 0.32%			

表 2 本法与药典法比较

样品	氯化钠含量	
	药典法	电导法
1	0.905	0.904
2	0.880	0.879
3	0.908	0.909
4	0.903	0.900
5	0.915	0.917

三、讨论

本法简便、快捷、准确,适用于医院制剂生产的中间体质控。因温度对本法有影响,测定样品对温度应与标准曲线时温度一致。

参考文献

[1] 中国药典. 1995 年版. 一部, 1995: 945 ~ 946