

· 方法学研究 ·

碳酸利多卡因注射液含量测定方法的改进

王震红, 杨永刚(辽宁省食品药品检验所, 沈阳 110023)

摘要 目的:建立碳酸利多卡因注射液中碳酸利多卡因的含量测定方法。方法:采用 HPLC 法测定,色谱柱为 Diamonsil C₁₈ 柱;流动相为乙腈-pH 8.0 磷酸盐缓冲液(60:40),流速为 1.0 mL·min⁻¹,检测波长为 254 nm。结果:利多卡因线性范围为 1.755 2~15.796 8 μg;平均回收率($n=9$)为 99.04% (RSD% 为 0.17%)。结论:方法简便、快速,专属性强,可有效的控制碳酸利多卡因注射液中利多卡因的含量。

关键词:碳酸利多卡因注射液;高效液相色谱法;含量测定

中图分类号:921.2 文献标识码:A 文章编号:1009-3656(2010)-1-42-2

The Improvement of Test Method on Assay in Lidocaine Carbonate Injection

Wang Zhen-hong, Yang Yong-gang(Liaoning Provincial Institute for Drug Control, Shenyang 110023)

Abstract Objective: To establish a method for determination of Lidocaine in Lidocaine Carbonate Injection. **Methods:** The HPLC column was Diamonsil C₁₈ column; the mobile phase was acetonitrile- pH8.0 phosphate buffer solution (60:40); the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹, the UV detection wavelength was 254 nm. **Results:** The linear range was 1.755 2~15.796 8 μg. The average recovery rate($n=9$) was 99.04% (RSD 0.17%). **Conclusion:** The method was convenient, accurate, simple and feasible. It can be used as a method of quality control.

Key Words: Lidocaine Carbonate Injection; HPLC; Determination

碳酸利多卡因注射液收载于《中国药典》2005 年版二部^[1],由盐酸利多卡因与碳酸氢钠在 CO₂ 饱和条件下制成的碳酸利多卡因灭菌水溶液,为局麻药,其含量测定方法为提取后滴定法,美国药典、英国药典及欧洲药典均未收载此品种。为更有效地控制产品质量,笔者建立了测定产品中利多卡因含量的 HPLC 法,此方法操作简便、专属性强,可有效地控制药品的质量。

1 仪器与试剂

安捷伦 1100 系列高效液相色谱仪;色谱柱:C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×150 mm,填料:Diamonsil,粒度:5 μm)。

利多卡因对照品(中国药品生物制品检定所提供,批号:100342-200402),碳酸利多卡因注射液(生产厂家提供,批号 060901,070101,070201)、盐酸利多卡因、碳酸氢钠(生产厂家提供),乙腈为色谱纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备

精密称取利多卡因对照品 21.94 mg,置 25 mL

量瓶中,加水适量,振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

2.2 样品溶液的制备

精密量取本品 5 mL,置 100 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

2.3 阴性对照溶液的制备

取相当于 5 mL 量的碳酸氢钠,置 100 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得。

2.4 色谱条件

色谱柱为 Diamonsil C₁₈ (4.6 mm×150 mm, 5 μm);流动相为乙腈-pH 8.0 磷酸盐缓冲液(60:40),流速:1.0 mL·min⁻¹,检测波长:254 nm;进样体积为 10 μL 分别吸取对照品溶液,供试品溶液,阴性供试品溶液注入色谱仪记录色谱图,阴性对照溶液在利多卡因出峰位置无干扰,见图 1。

2.5 线性关系考察

精密量取上述对照品溶液 2, 6, 10, 14, 18 μL, 按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积为纵坐标(Y),绝对进样量(μg)为横坐标(X),绘制标准曲

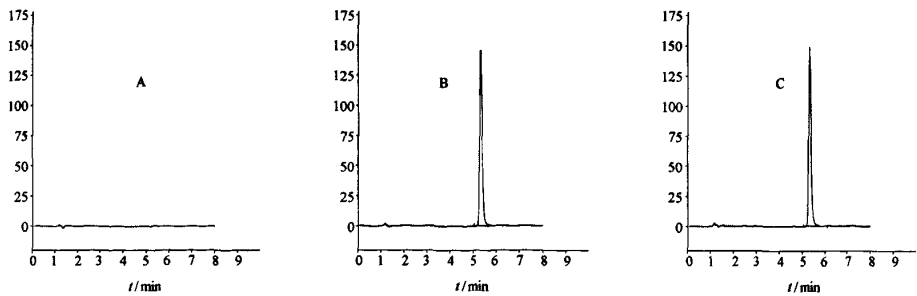


图 1 利多卡因液相色谱图
A. 辅料色谱图; B. 对照品色谱图; C. 样品色谱图

线,并进行回归分析,结果利多卡因在绝对进样量 1.755 2 ~ 15.796 8 μg 呈良好的线性关系,其回归方程为: $Y = 119.71X + 22.879 (r = 0.9999)$ 。

2.6 精密度试验

精密吸取对照品溶液 10 μL ,连续进样 5 次,结果利多卡因平均峰面积为 1 077.10,其 RSD% 为 0.081%。

2.7 稳定性试验

精密吸取同一供试品溶液 10 μL ,分别在 0,1,2,4,8 h 进样,测定利多卡因的平均峰面积为 1 094.90, RSD% 为 0.23%,表明供试品溶液以水为溶剂,在 8 h 内稳定。

2.8 重复性试验

取同一批号样品,精密量取 6 份,按上述方法制备供试品溶液,依上述色谱条件测定利多卡因的平均含量为 103.23%,其 RSD = 0.20% ($n = 6$)。

2.9 回收率试验

按处方比例的 80%,100%,120% 精密称取利多卡因对照品各 3 份,按处方量分别加入相应的辅料,按上述方法制备供试品溶液,依上述色谱条件测定,计算回收率,结果见表 1。

表 1 利多卡因回收率试验结果

盐酸利多卡因 加入量/mg	盐酸利多卡因 测得量/mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
8.47	8.39	99.06		
8.73	8.64	98.97		
8.8	8.73	99.2		
10.55	10.48	99.34		
10.24	10.13	98.93	99.04	0.17
10.68	10.57	98.97		
12.66	12.5	98.74		
12.19	12.08	99.1		
12.44	12.32	99.04		

2.10 样品含量测定

取 3 批样品,按上述供试品溶液的制备方法制备供试品溶液,依上述色谱条件测定含量,结果见表 2。

表 2 样品的含量测定 ($n = 3$)

批号	利多卡因含量/%	RSD/%
060901	97.8	0.23
070101	103.4	0.20
070201	103.1	0.17

3 讨论

3.1 原标准中碳酸利多卡因含量测定方法为提取后滴定方法^[1],此方法操作较复杂,其中采用氨试液调解呈碱性,氨试液加入量多少直接影响测定的结果,现采用高效液相色谱法,此法专属性较强,操作简便,重复性较好,可更有效地控制本品的含量。

3.2 流动相的选择 因本品的 pH 值为中性,故选择流动相水相的 pH 值为 8.0,国家药品监督管理局现行标准^[2,3],及美国药典盐酸利多卡因注射液^[4]均采用 pH 3.4 的醋酸溶液分别与甲醇和乙腈组成流动相,经考察,本文中流动相系统中利多卡因的理论板数为上述两种流动相的 3 倍,色谱峰峰形优于上述两种流动相系统。

3.3 检测波长的选择 参照国家药品监督管理局现行标准^[2,3]及美国药典盐酸利多卡因注射液^[4],故选择检测波长为 254 nm。

参考文献

[1] 国家药典委员会.《中国药典》.2005 年版.二部[S].2005: 825.
[2] 国家食品药品监督管理局标准. YHB24502005.
[3] 国家食品药品监督管理局标准. YBH04172006.
[4] USP29 NF24[S]. 1252.

碳酸利多卡因注射液含量测定方法的改进

作者: [王震红](#), [杨永刚](#), [Wang Zhen-hong](#), [Yang Yong-gang](#)
作者单位: [辽宁省食品药品检验所, 沈阳, 110023](#)
刊名: [中国药品标准](#)
英文刊名: [DRUG STANDARDS OF CHINA](#)
年, 卷(期): 2010, 11(1)

参考文献(4条)

1. [USP29 NF24](#)
2. [YBH04172006. 国家食品药品监督管理局标准](#)
3. [YHB24502005. 国家食品药品监督管理局标准](#)
4. [国家药典委员会 《中国药典》. 2005年版\(二部\) 2005](#)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgypbz201001014.aspx