

## ·药物分析·

## 反相 HPLC 法同时测定普鲁卡因和利多卡因含量

王海峰 王 然 唐晓东

(解放军第 203 医院 齐齐哈尔 161000)

**摘要** 用反相 HPLC 法测定普鲁卡因和利多卡因的含量,并以外标法进行定量分析,采用 238nm 波长检测, Nova - ParC18 柱, 3.9 × 150mm, 流动相甲醇 - 水 - 丁胺 - 冰醋酸(600:400:1.2:1V/V)。其中普鲁卡因的回收率 99.76%, RSD 0.530%。利多卡因回收率 99.44%, RSD 0.502%。其方法快速、准确、灵敏, 样品处理简便易行。

**关键词** HPLC; 含量测定; 普鲁卡因; 利多卡因

### A HPLC method for simultaneous determination of procaine and lidocaine in mixture

Wang Haifeng, Wang Ran, Tang Xiaodong

(No.203 Hospital of PLA, Qiqihaer, 161000)

**ABSTRACT** Procaine and Lidocaine in mixture were separated and simultaneously assayed by Reverse - phase HPLC, using Nova - pack C<sub>18</sub> column, 3.9 × 150mm, a mixture of methyl alcohol, water, butylamine, acetic acid(600:400:1.2:1 v/v) as mobile phase, external standard and 238nm detector. The average recovery of 99.76% (RSD = 0.530%), n = 3 for Lidocaine, 99.44% (RSD 0.502%) for procaine. The method is simple, rapid and accurate. The components have good liner relation and respative.

**KEY WORDS** Reverse - phase HPLC, procaine, Lidocaine

我院麻醉科常将普鲁卡因(简称 P)和利多卡因(简称 L)两种注射液配比使用,由于盐酸普鲁卡因和盐酸利多卡因化学结构的相似性,导致两物质物理性质、化学性质及光学性质的相似性,所以,我们采用容量法、紫外分光光度法及一阶、二阶导数法均不能解决两者间的相互干扰问题,也就无法对两物质进行定量分析。我们建立了同时测定 P 和 L 含量的 HPLC 法,解决了这些问题。这种方法国内外均无报道,并且本法具有快速、准确、重现性好等特点。

#### 实验与结果

##### 一、仪器与试剂

Waters 510 泵, Waters 486 可见紫外检测

器, Waters 743 积分仪, Nova - pak C18 柱(3.9 × 150mm), u6k 进样器。

普鲁卡因(南京制药厂), 利多卡因(山东省茌平制药厂), 普鲁卡因注射液(本院制剂室), 利多卡因注射液(齐齐哈尔第二制药厂)。

##### 二、色谱条件

色谱柱: Nova - Pack C<sub>18</sub> 柱(10μm, 3.9 × 150mm), 流动相甲醇 - 水 - 丁胺 - 冰醋酸(600:400:1.2:1), pH6.2。低速 0.5mm/min, 衰减: 256, 检测波长 238nm, 柱温 25℃, 在上述色谱条件下, P 的保留时间 1.44min, L 的保留时间 2.36min。

##### 三、实验方法

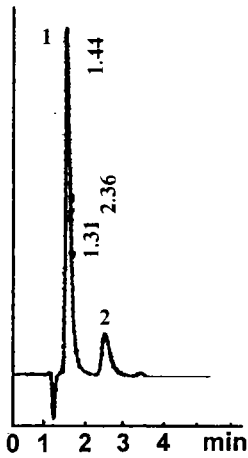


图1 色谱图

1.P 2.L

### (一)标准溶液的配制

精取干燥至恒重的 P5.0g,置 100ml 容量瓶中,加超净化水至刻度成 I 液;另称取干燥至恒重的 L2.0g,置 100ml 容量瓶中,加超净化水成 II 液。I、II 液静置 24h 备用。

精取 I 液 1、2、3、4、5ml 分别置 10ml 容

量瓶中,依次加入 II 液 1、1.5、2、2.5、3ml,用超净化水稀释至刻度,摇匀,即成标准溶液,分别含 P 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5% (g/ml) 和 L 0.2、0.3、0.4、0.5、0.6% (g/ml)。

### (二)标准曲线的绘制

精取上述标准溶液各 0.5ml,分别置 10ml 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,取 5 $\mu$ l 进样,各进样 3 次,以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标,得回归方程:

$$P \quad y = 48728.3 + 1840874.6x \quad r = 0.9994$$

$$L \quad y = -19060.8 + 1396774x \quad r = 0.9986$$

回归方程线性关系良好,并基本通过原点。可直接用于样品测定。

### (三)稳定性试验

用盐酸普鲁卡因和盐酸利多卡因的标准溶液配制成含量分别为 1.5% 和 0.4% 的标准溶液,按含量测定法分别于 0.0、0.5、1、2、3、4、5h 测定其含量,每次进样 3 次,每次 10 $\mu$ l,见表 1。

表1 稳定性试验测定结果(n=7)

|   | 测定时间(h) |        |        |        |        |        |        | RSD(%) |
|---|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
|   | 0.0     | 0.5    | 1      | 2      | 3      | 4      | 5      |        |
| P | 1.5112  | 1.4983 | 1.5184 | 1.5113 | 1.4896 | 1.4901 | 1.5118 | 0.77   |
| L | 0.3987  | 0.4002 | 0.4106 | 0.4083 | 0.3904 | 0.4015 | 0.3981 | 1.28   |

可见供试品溶液较稳定。

### (四)重现性试验

精密量取供试液 5ml 置 100ml 量瓶中加流动相摇匀,再精取 10ml 置量瓶中加流动相至 100ml (每 ml 相当于 0.075mg) 作为供试品,按含量测量法测定 5 次,供试品具较好重现性。结果见表 2。

表2 重现性试验测定结果(n=5)

|   | 1      | 2      | 3      | 4      | 5      | RSD(%) |
|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| P | 1.5053 | 1.5112 | 1.4964 | 1.4983 | 1.5027 | 0.49   |
| L | 0.3987 | 0.4027 | 0.3942 | 0.3918 | 0.4016 | 1.18   |

### (五)回收率试验

精密吸取按药品标准规定的处方模拟配制复方普鲁卡因注射液,按含量测定方法进行含量测定,计算盐酸普鲁卡因、盐酸利多卡

因的含量,并计算回收率,其结果见表 3。

表3 回收率试验结果(n=7)

| 加入量      | 测定值             | $\bar{x}$ (%) | RDS(%) |
|----------|-----------------|---------------|--------|
| P 1.5008 | 1.4929 ~ 1.5079 | 99.76         | 0.530  |
| L 0.3994 | 0.3956 ~ 0.4007 | 99.44         | 0.502  |

## 四、样品含量测定

精取样品 0.5ml,分别置于 10ml 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,用 5 $\mu$ l 进样器各进样 3 次,结果见表 4。

表4 含量测定结果(n=3)

| 配液 | 含量(%) | RSD(%) |
|----|-------|--------|
| P  | 1.48  | 1.2    |
| L  | 0.46  | 1.6    |

## 五、讨论

1. 图谱中  $t_R = 1.01$ , 和  $t_R = 1.76$  处各有

一小峰,经证明分别为 P 的水解产物对氨基苯甲酸和 L 的水解产物邻二甲基苯胺峰。

2. 由于本试验中, P 含量远高于 L, 且 P 的吸收系数又远远大于 L, 所以在 272nm 和 278nm 处, 色谱图中两组外峰比例相差悬殊, 不便定量, 故选择  $\lambda = 238\text{nm}$  检测。

3. 本法可扩大应用于 P 注射液和 L 注射液的含量测定及质量分析。

## 参考文献

- [1] 中国药典(1995 版)二部  
 [2] 吴晓放, 等. 紫外分光光度法测定利多卡因含量. 山东医药工业, 1989; 8(1): 25~6  
 [3] 李芳. 盐酸普鲁卡因注射液的高效液相色谱法测定. 药物分析杂志, 1989; 9(3): 171  
 [4] 靳永祥. 反相 HPLC 法测定盐酸普鲁卡因注射剂的稳定性. 中国医院药学杂志, 1991; 11(3): 101~3

# 紫外分光光度法测定西咪替丁及其制剂的含量

黄燕萍

(广西北海市药检所 北海 536000)

**摘要** 本文采用紫外分光光度法对西咪替丁及其制剂进行含量测定, 并与 1995 年版中国药典的非水滴定法作对照, 结果表明, 两种方法结果一致。本法具有快速、简便、准确的优点。

**关键词** 西咪替丁; 紫外分光光度法; 含量测定

西咪替丁为组织胺  $H_2$  受体阻断药, 用于治疗十二指肠溃疡和急性上消化道出血。已报道的含量测定方法有: 非水滴定法<sup>[1]</sup>、二阶导数光谱法<sup>[2]</sup>、HPLC 法<sup>[3]</sup>、双点电位测定法<sup>[4]</sup>、四苯硼钠法<sup>[5]</sup>等。本文采用分光光度法对西咪替丁及制剂进行含量测定, 并同时与中国药典 1995 版<sup>[1]</sup>对照, 结果表明, 两种方法结果一致。

## 一、仪器与试剂

日本岛津 UV-265 紫外分光光度计。

西咪替丁对照品(中国药品生物制品检定所); 试剂均为分析纯。

## 二、测定条件的选择

### (一) 紫外吸收光谱

根据西咪替丁可溶于稀酸的性质<sup>[1]</sup>, 精密称取西咪替丁对照品适量, 加 0.01mol/L 的盐酸溶液溶解成 8mg/L 的溶液, 以 0.01mol/L 盐酸溶液为空白, 在 190~300nm 的波长范围内扫描, 结果在波长 201~218nm 处有最大吸收, 选择  $218 \pm 1\text{nm}$  为测定波长。

### (二) 标准曲线的绘制

取西咪替丁对照品适量, 加 0.01mol/L 盐酸溶液制成 115mg/L 的溶液, 精密量取此溶液 1、2、3、4、5ml 分别置 50ml 量瓶中, 加 0.01mol/L 盐酸溶液至刻度, 摇匀, 在  $218 \pm 1\text{nm}$  波长处分别测定吸收度。结果表明在 2.3~11.5mg/L 浓度范围内, 吸收度(A)与浓度(C)之间呈良好的线性关系, 其回归方程为:

$$A = 0.0725C + 0.0188 \quad r = 0.9998$$

### (三) 稳定性试验

取上述溶液在室温放置 0、0.5、1、2、3h 测定, 吸收度基本无变化。

### 三、回收率试验

精密称取已知含量的样品细粉适量, 定量加入西咪替丁对照品, 照样品含量测定方法测定, 按回归方程计算含量, 减去原样品中西咪替丁的含量, 用对照品加入量计算回收率, 结果见表 1。

### 四、样品的含量测定