

紫外分光光度法测定甲磺酸罗哌卡因注射液的含量

雷晓雪*,陶元景,陈文芝,王丽楠[†](扬子江药业集团南京海陵药业有限公司,南京 210049)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2013)37-3540-02

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2013.37.31

摘要 目的:建立快速测定甲磺酸罗哌卡因注射液生产中中间产品含量的方法。方法:采用紫外分光光度法。以0.9%氯化钠溶液为溶剂,检测波长为262 nm,同时与高效液相色谱法含量测定结果比较。结果:甲磺酸罗哌卡因检测质量浓度线性范围为37~740 μg/ml($r=0.999\ 8$),平均回收率为99.80%($RSD=0.4\%$, $n=9$)。2种方法含量测定结果一致。结论:建立的方法简便、准确、快速,可用于甲磺酸罗哌卡因注射液大生产过程中中间产品的质量的控制。

关键词 紫外分光光度法;甲磺酸罗哌卡因注射液;含量测定

Content Determination of Ropivacaine Mesylate Injection by UV Spectrophotometry

LEI Xiao-xue, TAO Yuan-jing, CHEN Wen-zhi, WANG Li-nan (Yangtze River Pharmaceutical Group Nanjing Hailing Pharmaceutical Co., Ltd., Nanjing 210049, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a rapid method for the content determination of intermediate product of Ropivacaine mesylate injection. METHODS: UV spectrophotometry was adopted. 0.9% sodium chloride solution was taken as solvent and the detection wavelength was set at 262 nm. Result of the method was compared with that of HPLC method. RESULTS: The linear range of ropivacaine mesylate were 37-740 μg/ml ($r=0.999\ 8$) with an average recovery of 99.80% ($RSD=0.4\%$, $n=9$). Results of content determination by 2 kinds of methods were the same to each other. CONCLUSIONS: Established method is simple, accurate and rapid, and it can be used for quality control of intermediate product of Ropivacaine mesylate injection.

KEY WORDS UV spectrophotometry; Ropivacaine mesylate injection; Content determination

甲磺酸罗哌卡因注射液(Ropivacaine mesylate injection)是一种酰胺类局麻药,主要成分为甲磺酸罗哌卡因,化学名称为(S)-N-(2,6-二甲基苯基)-1-丙基-2-哌啶甲酰胺甲磺酸盐。甲磺酸罗哌卡因在紫外光区有很强的吸收^[1],已有文献报道采用高效液相色谱(HPLC)法测定甲磺酸罗哌卡因注射液的含量^[2-3]。但由于HPLC法检测过程较烦琐,不适合大生产过程中对中间产品快速分析的要求,所以笔者采用紫外分光光度法测定甲磺酸罗哌卡因注射液的含量^[4]。结果表明建立的方法操作简便、准确、快速。

1 材料

1.1 仪器

UV-2550型紫外分光光度计(日本岛津公司);AG285型电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司);KQ-250DE型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

1.2 药品与试剂

甲磺酸罗哌卡因对照品(中国食品药品检定研究院,批号:100548-200401,纯度:100%);甲磺酸罗哌卡因注射液(自制,批号:12110711、12112011、12112111,规格:89.4 mg:10

ml)。

2 方法与结果

2.1 对照品贮备液的配制

精密称取甲磺酸罗哌卡因对照品适量,加0.9%氯化钠溶液制成每1 ml含甲磺酸罗哌卡因1.85 mg的溶液,即得。

2.2 供试品溶液的配制

精密量取甲磺酸罗哌卡因注射液适量(约相当于甲磺酸罗哌卡因8.94 mg),置于25 ml量瓶中,加0.9%氯化钠溶液稀释至刻度,摇匀,即得。

2.3 测定波长的选择

精密量取甲磺酸罗哌卡因对照品贮备液10 ml至50 ml量瓶中,用0.9%氯化钠溶液稀释至刻度,作为对照品溶液,以0.9%氯化钠溶液为空白,在200~400 nm波长范围内进行扫描。结果甲磺酸罗哌卡因对照品在262 nm波长处有最大吸收,故选择262 nm作为测定波长。

2.4 专属性试验

取按处方制法制得不含甲磺酸罗哌卡因的阴性模拟样品适量,按供试品溶液制备法同法制得阴性样品液,用0.9%氯化

2002,37(1):54.

[4] 张建军,高缘,樊伟明.氯诺昔康注射液的HPLC测定[J].

* 硕士。研究方向:药品质量标准。电话:025-58616120。E-mail:10270555@qq.com

[†] 通信作者:工程师。研究方向:药品质量标准。电话:025-58616120

中国医药工业杂志,2004,35(7):427.

[5] 黄剑英,杨红娟.高效液相色谱法测定氯诺昔康速释片的含量[J].海峡药学,2005,17(3):55.

[6] 俞平.HPLC法测定头孢泊肟酯分散片中有关物质的含量[J].中国药房,2011,22(40):3 822.

(收稿日期:2013-06-20 修回日期:2013-08-08)

钠溶液作空白溶剂,取阴性样品液、空白溶剂适量,在262 nm波长处进行扫描。结果紫外扫描图显示甲磺酸罗哌卡因在262 nm波长处有最大吸收,而辅料和溶剂在此处无吸收,表明辅料和溶剂不干扰主成分的测定。光谱图见图1。

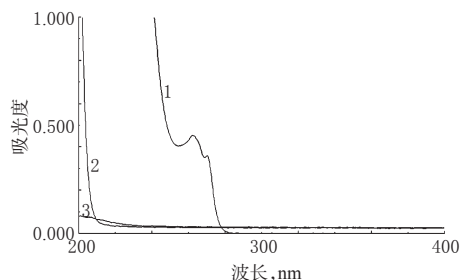


图1 紫外扫描光谱图

1.对照品;2.阴性样品;3.空白溶剂

Fig 1 UV scanning spectrum

1. substance control; 2. negative sample; 3. blank solvent

2.5 耐用性试验

取同一份供试品溶液,按“2.2”项下方法制备供试品溶液,分别在261、262、263 nm波长处测定,以其含量计算RSD值,结果为0.4% ($n=3$),表明本方法耐用性良好。

2.6 线性关系考察

分别精密量取对照品贮备液1.0、5.0、10.0、15.0、20.0 ml置于50 ml量瓶中,加0.9%氯化钠溶液稀释至刻度,摇匀,以0.9%氯化钠溶液为空白,在262 nm波长处测定吸光度。以吸光度(y)为纵坐标,以质量浓度(x)为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程为 $y=0.001x+0.0002$ ($r=0.9998$)。结果表明,甲磺酸罗哌卡因检测质量浓度线性范围为37~740 $\mu\text{g/ml}$ 。

2.7 回收率试验

称取相当于80%、100%、120%标示量的主药加入相应辅料,各3份(共9份),进行测定,计算回收率。结果甲磺酸罗哌卡因平均回收率为99.80%, $\text{RSD}=0.4\%$ ($n=9$),详见表1。

表1 回收率试验结果($n=9$)

Tab 1 Results of recovery tests ($n=9$)

加入量,mg	测得量,mg	回收率,%	平均回收率,%	RSD,%
28.73	28.64	99.69		
28.61	28.60	99.97		
28.50	28.31	99.33		
35.43	35.15	99.21		
35.42	35.38	99.89	99.80	0.4
35.53	35.51	99.94		
42.56	42.60	100.09		
42.43	42.42	99.98		
42.32	42.34	100.05		

2.8 重复性试验

取同一批甲磺酸罗哌卡因注射液,分别配制成6份供试品

溶液,以其含量计算RSD值。结果平均含量为97.0%, $\text{RSD}=0.3\%$ ($n=6$),表明本方法重复性良好。

2.9 稳定性试验

取同一份供试品溶液,分别于0、0.5、1、1.5、2、2.5、3 h时测定其吸光度,结果吸光度值的 $\text{RSD}=0.3\%$ ($n=7$),表明供试品溶液在3 h内稳定。

2.10 样品含量测定

精密量取3批甲磺酸罗哌卡因注射液各适量,每批约相当于甲磺酸罗哌卡因8.94 mg,置于25 ml量瓶中,加0.9%氯化钠溶液稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。另取对照品贮备液10 ml置于50 ml量瓶中,加0.9%氯化钠溶液稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。在262 nm波长处分别测定吸光度,计算各批次含量。另采用本公司拟定标准中的HPLC法测定此3批甲磺酸罗哌卡因注射液含量[色谱条件:以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,流动相为pH 8.0乙腈-磷酸盐缓冲液(50:50),检测波长为210 nm,流速为1.0 ml/min,进样量为20 μl]。结果2种方法测定结果无明显差异,表明可以用紫外分光光度法测定甲磺酸罗哌卡因注射液的含量。2种方法测定3批样品含量结果比较见表2。

表2 2种方法测定3批样品含量结果比较

Tab 2 Comparison of content determination of 3 batches of samples by 2 kinds of methods

批号	HPLC法,%	紫外分光光度法,%
12110711	98.2	97.7
12112011	97.8	97.4
12112111	98.2	96.7

3 讨论

笔者首次建立了采用紫外分光光度法测定甲磺酸罗哌卡因注射液含量的方法,该方法选取的溶剂成本低、毒性小,操作过程简便、快速,且其准确度、精密度、线性关系、稳定性等结果均符合要求,适合在大生产过程中快速检测中间产品的含量。

参考文献

- [1] 焦亚奇,王九成,冯会迎,等.HPLC测定甲磺酸罗哌卡因旋光异构体含量[J].药物分析杂志,2004,24(5):483.
- [2] 王峰,杨伟峰,郑金琪.甲磺酸罗哌卡因注射液的含量及有关物质的测定[J].中国药业,2007,16(5):27.
- [3] 曹冬冬.HPLC法测定甲磺酸罗哌卡因R对映体的含量[J].福建分析测试,2011,20(2):40.
- [4] 陆璐,郭丽.盐酸罗哌卡因明胶微球的制备及质量评价[J].中国药业,2010,19(9):38.

(收稿日期:2013-03-21 修回日期:2013-04-26)

《中国药房》杂志——《国际药学文摘》(IPA)收录期刊,欢迎投稿、订阅