

致。另外，对于肝功能正常，无心衰无合并应用干扰氨茶碱代谢药物的病人，服用0.1 tid测得血浓大部分偏低，以采用0.2 tid的剂量为宜，对于心功能不全的病人服用0.1 tid即可，这是由于茶碱主要在肝脏代谢，它的消除依赖于肝脏血流，心衰病人肝血流减慢，导致肝脏淤血，从而使茶碱消除减慢。Powell IR⁽³⁾等的实验结果是无心衰病人茶碱平均消除率是54ml/h/kg，心衰病人平均消除速率是34ml/h/kg也证实了心衰病人对茶碱消除减慢，在目前医疗设备有限不可能每个医院都能开展常规茶碱血浓监测的情况下，我们的工作对临床制定氨茶碱给药方案有一定参考意义。

参考文献

1. Bierman C.W.et.al.Clin.Pharmacoket 1989; 17: 377
2. Dahlquist R.et.alEurop.J.Respir.Dis. 1984; 65: 81
3. Powell.J.R.et.al.Am.Rev.of Resp. Dis.1978; 118: 229
4. Jasko.w.J.et.al.J.Pharm.Sci.1979;68: 1358
5. 陈刚. 中国临床药理学杂志 1986; 2 (3): 178
6. 黄仲义等. 药学通报 1988; 23 (7) : 412
7. 周汉良等. 中国临床药理学杂志 1985; 1 (1) : 25

利血平片中利血平含量的比色法测定

湖北省武汉药检学校 李弘毅

由夹竹桃科植物萝芙木〔*Rauwolfia Verticillata* (Lour) Baill〕的根提取出来的主要降压活性成分利血平，在高血压治疗上显示了良好的药效，我们在对其片剂进行含量测定时，均采用提取氧化后的紫外分光光度法，但由于该法操作稍嫌繁杂，故分析尤感不便。关于其它方法，国内外报道有荧光光度法及HPLC等等，则在应用上有很大的局限性。笔者改用另外一种方法，利用利血平与咕吨氢醇在酸性介质中缩合，在525nm处产生最大吸收而进行测定。平均回收率95.42%，变异系数1.65%。

一、测试仪器及试剂

岛津UV—260; 721分光光度计。

利血平(北京生物制品检定所批号841106); 利血平片(上海第一医学院红旗制药厂批号850902); 试剂均为AR。

咕吨氢醇试剂: 将0.02g咕吨氢醇溶于

100ml(99:1)的冰醋酸与浓盐酸混合液中。

二、最大吸收峰的确定

精密称取利血平，精密配成0.25mg/ml的冰醋酸溶液。吸取1ml，加入5ml咕吨氢醇试剂，在沸水浴中加热10'，然后在冰水中冷却。以同法处理的空白液作对照，立即置2Cm比色杯中，在450~600nm之间进行扫描，结果显示该显色物在525.5nm有最大吸收。为方便起见，下面测定波长确定为525nm。

三、待测显色液的稳定性考察

1. 反应时间的选择

取0.1mg/ml、0.2mg/ml、0.3mg/ml标准液各1ml，加入咕吨氢醇试剂5ml，分别在沸水浴中加热，4、6、8、10、12min后依法测定，结果在8min时吸收度即已达最大值，10、12min结果与之基本相同，故此反应时间定为10min。

2. 放置时间对显色液的影响

将已显色液在20℃时分别放置5', 10', 20', 30', 分别测定, 结果表明放置30'内吸收度无变化。

3. 温度对显色液的影响

将显色液分别在10℃, 15℃, 20℃, 30℃, 35℃时测定, 经校正, 结果表明在10℃~35℃内吸收度基本无变化。

四、标准曲线的绘制

精密称取利血平准确配成0.1mg/ml, 0.15mg/ml, 0.2mg/ml, 0.25mg/ml, 0.3mg/ml溶液, 各精密吸取1.0ml, 按(二)同法操作, 在525nm处测定3次吸收度, 平均吸收度分别为0.27, 0.38, 0.52, 0.63, 0.76。以C对A作线性回归, $C = 0.4065A - 0.00813$, $r = 0.9994$ 。

针对可靠性进行回收率试验, 结果见下表。

表1 利血平回收率试验

	数 据				
投入量 (mg/ml)	0.125	0.15	0.175	0.2	0.225
测得量 (mg/ml)	0.119	0.1435	0.18	0.192	0.232
回收率 x (%)	95.2%	95.7%	102.1%	96%	103.1%
$\bar{X}(\%) = 98.56$		$CV(\%) = 3.9$			

五、样品的含量测定

1. 样品液的制备

a. 回收率试验

精密称取利血平11.87mg, 拌加辅料(据片剂处方)约5g, 混匀, 精密称重。准确分取约含利血平1mg, 1.5mg, 2mg, 2.5mg, 3mg的粉末, 置离心管中, 加2%枸橼酸水溶液10ml, 振荡使溶解, 离心, 倾其上清液, 如此再加5ml重复操作, 两液合并, 加氨试液调至pH9, 在分液漏斗中以氯仿10ml, 10ml, 5ml萃取三次, 合并氯仿液, 水浴蒸干, 再定量加入10ml冰醋酸溶解。同法操作, 测定吸收度。平均回收率为

95.42%, 变异系数1.65%。

表2 样品回收率试验

	数 据				
投入量 (mg/ml)	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3
测得量 (mg/ml)	0.0932	0.1435	0.1950	0.2398	0.2845
回收率 x (%)	93.2%	95.66%	97.5%	95.92%	94.38%
$\bar{X}(\%) = 95.42$		$CV(\%) = 1.65$			

b. 样品液的制备

取利血平20片(0.25mg), 精密称定。研细后再精密称取适量(约含利血平2mg)。其后处理同a。

2. 样品的测定

准确吸取样品液1ml, 同法操作, 测得吸收度为0.48, 代入回归方程, 得样品浓度0.187mg/ml, 为标示量的93.5%。

六、小 结

1. 本方法利用现时普及的721或751分光光度计, 由于方法较过去简便、快速, 结果也较准确。因此可供质检分析部门考虑使用, 利血平含量为标示量的90%~110%。

2. 利血平标准液应避光保存, 一般现配现用; 咕吨氢醇试剂呈黄色, 室温放置24小时, 可能转绿而失效。故需用时新配。

3. 经考察分析, 利血平与咕吨氢醇试剂形成的缩合物在温度10℃~35℃, 时间30'内吸收度稳定。

4. 利血平与咕吨氢醇试剂反应的缩合物呈粉红色。在525nm处有最大吸收, 与文献报道(515nm)稍有出入。实验得知, 利血平在浓度0.1~0.3mg/ml时, 吸收度与浓度呈良好的线性关系。

参 考 文 献

1. 中华人民共和国药典(二部)1985版, 180
2. M. 佩塞兹等: 有机化合物及药物的比色法和荧光分析法, 北京, 中国人民公安大学出版社, 1989: 357
3. 国家医药管理局中草药情报中心站编: 植物药有效成分手册, 北京, 人民卫生出版社, 889
4. 南京药学院药剂学教研室编著: 药剂学, 北京, 人民卫生出版社, 752