

附图：差示吸收光谱

.....洗必泰      ——麻黄素

50 mg, 精密称定, 置 100 ml 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀。精密量取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 和 3.0 ml 各两份, 分别置 50 ml 量瓶中, 一份加 0.1 mol/L 盐酸稀释至刻度为参比溶液; 另一份加水稀释至刻度为样品溶液。分别以相应的参比溶液为空白, 于 259 nm 波长处测定各样品溶液的差示吸收度。结果表明, 醋酸洗必泰的浓度在 5~30  $\mu\text{g/ml}$  范围内线性关系良好, 其回归方程为:

$$C = 57.2270A - 0.1927 \quad r = 0.9999$$

### 3. 回收试验

按处方分别配制已知准确浓度的洗麻滴鼻液 5 份, 精密量取其 2.0 ml 各两份, 一份

加 0.1 mol/L 盐酸稀释至刻度为空白, 另一份加水稀释至刻度为样品, 于 259 nm 波长处测定差示吸收度, 代入回归方程计算含量及其回收率, 结果见表 1。

表 1 回收试验结果

序号	投入量 ( $\mu\text{g/ml}$ )	测得量 ( $\mu\text{g/ml}$ )	回收率 (%)
1	20.512	20.409	99.50
2	20.080	20.123	100.21
3	19.915	20.070	100.78
4	20.050	20.394	99.17
5	20.214	20.275	100.30
$\bar{x} \pm \text{SD}$	99.99 $\pm$ 0.65%		CV = 0.65%

### 4. 样品测定

按回收试验方法进行测定, 然后将测定的差示吸收度代入回归方程计算含量。

### 讨论与小结

1. 本法利用两者水溶液和酸性溶液的吸收度之差 ( $\Delta A$ ), 有效地排除了盐酸麻黄素对醋酸洗必泰的干扰, 方法简便, 结果准确。

2. 差示分光光度法测定时, 量取、稀释要准确, 以保证样品液与参比液浓度一致, 否则易产生误差。

3. 洗麻滴鼻液中盐酸麻黄素仍用旋光法测定含量。

### 参考文献

[1] 中国人民解放军药品制剂规范. 1985:192

## 一种快速简便同时测定扑痫酮、苯巴比妥的 HPLC 法

上海第二人民医院中心实验室      任克勤 黄安铭

扑痫酮 (primidone) 简称 PRM 是一临床应用已 30 余年的老药, 有类似苯巴比妥的抗癫痫作用。主要用于苯巴比妥, 苯妥英钠

不能控制的癫痫大发作, 也可作为精神运动性发作的辅助药物。由于扑痫酮的动力学可明显地受其他抗癫痫药特别是苯妥英的影

响,且它的一个主要代谢产物苯巴比妥(PB)有同样的抗癫痫作用。因此,目前以PRM和PB的监测为主而达到个体化用药的目的尤为重要。

检测扑痫酮方法众多,一般以气相色谱(GC),高效液相色谱(HPLC)和酶免疫(EMIT)等,而方法的分析条件较苛刻,提取药物操作过程繁琐,内标物难以得到。为配合临床精神科药物监测需要,设计了快速、简便的测定扑痫酮,苯巴比妥的方法,血清可直接以乙腈沉淀蛋白,进样,内标物系一般化合物“苯乙酮”。现报告如下:

### 一、仪器与试剂

Beckman 320型HPLC仪,163可变波长UV检测器,421型数据处理记录仪,TGL-16高速台式离心机。

标准品,扑痫酮原料(上海黄河制药厂),苯巴比妥原料(中国医药公司上海分公司)。内标物:苯乙酮(上海试剂一厂)。试剂:甲醇、乙腈(均为色谱纯)。

### 二、实验方法

#### 1. 色谱条件:

色谱柱 UltraspHERE ODS $5\mu\text{m}\phi 4.6\times 150\text{mm}$ ;流动相 甲醇:水(37:63);流速 0.8 ml/min,进样量 10  $\mu\text{l}$ 。

检测:UV210 nm 0.02 AUFS

#### 2. 血清样品的处理及分析

精确吸取正常人血清 190  $\mu\text{l}$ ,置 1 ml 聚四氟乙烯塑料离心管内,加入 10  $\mu\text{l}$  流动相(内含 PRM 243.32  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , PB 400.84  $\mu\text{g}/\text{ml}$ ,相当于血液 PRM 为 12.168  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , PB 为 20.044  $\mu\text{g}/\text{ml}$ )混匀,再加入含内标物苯

乙酮(5.15  $\mu\text{g}/\text{ml}$ )乙腈液 400  $\mu\text{l}$ ,血清与乙腈之比为 1:2,在旋涡混匀器混匀 1 min,以 14000 r/min 离心 10 min,同时做空白血清,取上清液 10  $\mu\text{l}$ ,进样。见图 1 色谱峰。

#### 3. 血药标准曲线建立

精确配制 5 只 25 ml 容量瓶贮备液(流动相为溶媒)内含 PRM 分别为 30.42, 60.83, 121.66, 243.32, 486.64  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , PB 分别为 50.11, 100.21, 200.42, 400.84, 801.68  $\mu\text{g}/\text{ml}$ ,依次吸取上述各贮备液 10  $\mu\text{l}$ ,平行做 3 份,置 190  $\mu\text{l}$  正常人血清中,使 PRM 血液分别为 1.521, 3.042, 6.084, 12.168, 24.336  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , PB 血液分别为 2.506, 5.011, 10.022, 20.044, 40.088  $\mu\text{g}/\text{ml}$ ,加入含内标苯乙酮乙腈液 400  $\mu\text{l}$ ,按上法处理,进样。得到 PRM 及 PB 标准曲线。

### 三、实验结果

表 1 PRM、PB 标准曲线测定(n=3)

血液( $\mu\text{g}/\text{ml}$ )	比值*	CV%
1.521	0.1214 $\pm$ 0.00296	2.44
3.042	0.2216 $\pm$ 0.015	6.77
6.084	0.4140 $\pm$ 0.014	3.38
12.168	0.8137 $\pm$ 0.0158	1.94
24.336	1.5247 $\pm$ 0.0068	0.446
2.506	0.2283 $\pm$ 0.0095	4.16
5.011	0.4334 $\pm$ 0.0083	1.92
10.022	0.7091 $\pm$ 0.0023	0.324
20.044	1.355 $\pm$ 0.0159	1.19
40.088	2.477 $\pm$ 0.014	0.565

\* 样品峰高/内标峰高之值  $\bar{X}\pm\text{SD}$  浓度单位为  $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

以标准品浓度为 X, 样品峰高与内标峰

### · 经验交流 ·

## 治疗手足皲裂的验方

解放军 201 医院药局 王敏 关玉华

每年入秋后不少人手足皲裂,苦不堪言,笔者推荐的一个验方经多年使用,屡试屡灵不妨一试。取大口带盖瓶一个大小随意,放入甘草 2/3 瓶,加 95% 乙醇至满瓶密闭浸泡二周左右,倒出浸泡液(必要时过滤),加入等量甘油混合均匀。每日用此手油均匀涂擦患处数次即可。

高的均值比为 Y, 回归作图(图略), PRM 线性范围为 1.521~24.335 μg/ml, 回归方程为  $Y = 0.0385 \pm 0.06157 X$ , 相关系数  $r = 0.9996$ . PB 线性范围为 2.506~40.088 μg/ml, 回归方程为  $Y = 0.1153 + 0.05950 X$  相关系数  $r = 0.9996$ .

**四、精密度试验**

1. 日内精度及回收率 在同一日不同时间内配制两种常用不同浓度 PRM 及 PB 血清液, 分别做 5 份, 结果见表(2).

表 2 PRM、PB 的日内测定结果

投入量 (μg/ml)	$\bar{X} \pm SD$	CV (%)	回收率 (%)
PRM 6.034	6.010 ± 0.5251	5.41	98.78
12.168	12.410 ± 0.3482	2.81	101.99
PB 10.022	10.112 ± 0.3048	3.01	100.89
20.044	20.416 ± 0.5117	2.50	101.86

2. 日间精度及回收率

在 5 天内配制两常用浓度血清液, 每一浓度测 5 份, 同时算出回收率, 结果见表 3.

表 3 PRM、PM 的日间测定结果

投入量 (μg/ml)	$\bar{X} \pm SD$	CV (%)	回收率 (%)
PRM 6.034	6.172 ± 0.2018	3.27	101.45
12.168	12.036 ± 0.6193	5.12	99.41
PB 10.022	10.188 ± 0.5838	5.73	101.66
20.044	20.794 ± 1.256	6.04	103.74

**五、方法专一性试验**

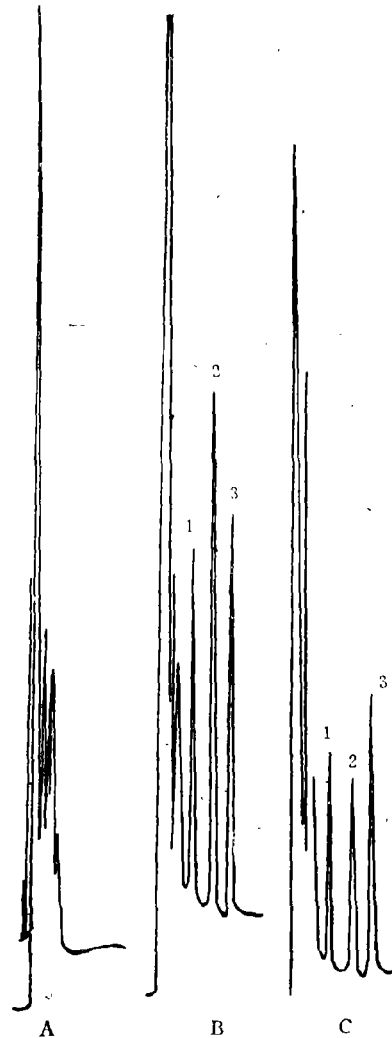
对几种常用抗癫痫药物在本色谱条件下作测定, 其保留时间如下: 扑痫酮 7.75, 苯妥英 18.76, 卡马西平 25.61, 苯巴比妥 11.59, 氯硝安定 20.58, 安定无峰。

由试验可知, 苯妥英, 卡马西平, 氯硝安定保留时间均不干扰本法测定, 且灵敏度极低, 故本法仅适用于扑痫酮, 苯巴比妥的测

定。

**六、结论**

通过实验结果表明, 本方法对测定血中扑痫酮、苯巴比妥有较广的线性范围, 线性良好, 精密度及回收率较高, 专一性强, 特别是样品的预处理过程简单, 快速, 内标物易得, 对医院开展临床监测尤为适用。流动相仅为甲醇与水, 呈中性, 不易损耗仪器的盐类



A 空白血清图谱 1. 扑痫酮血峰  
 B 标准血清图谱 2. 苯巴比妥血峰  
 C 病人血清图谱 3. 苯乙酮(内标)峰

图 1 色谱峰

缓冲液,故对延长色谱柱使用寿命起到较大的作用,因此不失为是医院开展临床药物监测的好方法。

### 参考文献

陈刚等. 治疗药物监测. 人民军医出版社, 1988: 415~419

## 萃取一硫氰亚铁铵比色法测定紫河车总磷脂含量

南京中医学院 许益民 李云乔\* 蒋星\*

紫河车为健康人的干燥胎盘,具有补气、养血、益精等功效,为著名的补益中药。Singh曾于1972年报道过新鲜胎盘的磷脂组成<sup>[1]</sup>,本实验主要分析其干燥品的总磷脂含量。以往测定总磷脂成分含量的方法大多以测无机磷含量为分析基础,如钼蓝比色法<sup>[2]</sup>和等离子体发射光谱法(ICP)<sup>[3]</sup>。它们都需要用强酸加热消化处理,因而操作繁琐,另外钼蓝比色法测定干扰因素较多<sup>[4]</sup>,而ICP法则需要特殊仪器。我们参照了Stewart报道的总磷脂硫氰亚铁铵比色法<sup>[5]</sup>,根据磷脂类成分与硫氰亚铁铵可形成溶于氯仿的有色复合物原理,改进并设计了紫河车总磷脂含量的测定方法,操作简便快速,效果也较好。

### 一、仪器与试剂

721型分光光度计(上海分析仪器厂),日本岛津UV3000型紫外分光光度计;10ml具塞刻度试管;磷脂酰胆碱标准品 Phosphatidylcholine(PC)为美国Sigma公司产品;Folch试剂,氯仿:甲醇(2:1);0.1 mol/L 硫氰亚铁铵液:称取三氯化铁( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 27.03 g和硫氰酸铵( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ) 30.4 g,溶于少量蒸馏水后稀释至1000 ml,该液在室温下可稳定数月;紫河车为市售品,经本院中药鉴定教研室王永珍副教授鉴定。

### 二、实验方法与结果

1. 吸收光谱的测定 精密称取磷脂酰胆碱标准品 16 mg 于 100 ml 容量瓶中,加氯仿溶解并定容为标准液。精密吸取标准液 0.3 ml 于 10 ml 具塞试管中,加入氯仿 2.7 ml 和显色液 3.0 ml,振混 1 min,离心后吸弃上相液,吸取下相液于紫外分光光度计上在 400~600 nm 波长范围内扫描。另取样品液同上述方法操作并扫描,结果表明二者均在 470 nm 处有最大吸收,见图 1。

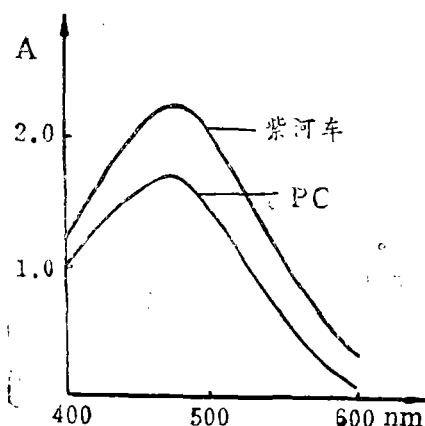


图1 吸收光谱图

2. 标准曲线的绘制 精密吸取标准液 0.0, 0.05, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40, 0.50, 0.60, 0.7, 0.8 ml 于 10 ml 具塞试管中,分别加入氯仿液使总量为 3.0 ml,再加入显色液 3 ml,振混 1 min 后离心,吸取下相液于 721 型分光光度计 470 nm 处比色测定,以空白

\* 本院中药系 87 级实习生。