

4. 回收率试验

按处方比例精密称取氟哌酸 30 mg 及各辅料适量于 250 ml 容量瓶中, 加 0.1 M

HCl 液至刻度, 摇匀。再分别取稀释液制成几种不同浓度的氟哌酸, 在 277 nm 波长处测定其吸收度并计算回收率, 结果见表 3。

表 3. 回收试验结果

序 号	加入量(ug)	回收量(ug)	回收率(%)	X	CV
1	2.88	2.89	100.23		
2	3.36	3.35	99.81	X = 99.94%	
3	3.84	3.84	100.00		
4	4.32	4.30	99.53	CV = 0.26%	
5	4.80	4.81	100.11		

5. 氟哌酸滴眼液的含量测定

取本品滴眼液 5 批, 分别精密量取适量(约相当于氟哌酸 3.6 μg), 按回收试验项下

表 4 含量测定结果

批 号	标示量(%)
910515	99.72
910519	99.57
910523	100.62
910527	100.86
910529	98.87

操作测定其吸收度, 结果见表 4。

三、小结

本试验结果表明, 氟哌酸酸性溶液在 24 h 内稳定, 采用紫外分光光度法测定其滴眼液的含量, 操作简便, 结果满意, 滴眼液中的附加剂并不干扰本法测定。

参 考 文 献

- [1] 解咏清. 医药工业, 1987, 18(2): 93
[2] 沙静姝等. 药学通报, 1986, 21(7): 414

应用原子吸收分光光度计分析镁血药浓度

解放军第 213 医院
大连金州区环保所

张艳丽 姜淑春 张德林
汪德润 苏学勤 桑凤群

近年来, 镁制剂在临床应用越来越广, 尤其是在抗心律失常^[1]和治疗呼吸系统疾病^[2]等方面收到了良好的疗效。但血清中镁的浓度与临床疗效间的关系尚无研究和结论。为此, 我们着手建立了原子吸收分光光度法对用硫酸镁进行抗心律失常的病人进行血清镁浓度的测定。

一、仪器与试验

原子吸收分光光度计: 沈阳分析仪器厂

WYX—402 A 型; 空心阴极灯: 北京电子动力公司电子仪器厂 KY—1; 硫酸镁(MgSO₄·7 H₂O)优级纯; 硝酸(优级纯); 高氯酸(分析纯)。

二、实验方法与结果

1. 硫酸镁标准溶液配制 称取 MgSO₄·7 H₂O(优级纯)1.0141 g 置 100 ml 容量瓶中加 1% 硝酸溶解并稀释至刻度(含镁为 1000 μg/ml)。从中精密吸取 1 ml 置 1000 ml

容量瓶中以 0.2% 硝酸定容为每毫升含镁 1 μg

2. 样品测定^[3] 取静脉血 3 ml、离心、分取血清 1.0 ml、加硝酸 0.6 ml、加高氯酸 0.4 ml, 水浴加热, 直至样品变成无色透明液体为止。冷却后移入 25 ml 容量瓶中加重蒸馏水至刻度, 再精密取检品 10 ml 置 100 ml 容量瓶中, 加重蒸馏水定容后于 285.5 nm 外测定吸收度。

3. 仪器选择条件 火焰法。灵敏线波长: 285.5 nm; 通带: 2 \AA ; 燃烧气体: 乙炔(流量为 0.05 m^3/h)助燃气体; 空气(流量为 0.26 m^3/h); 灯电流 1 mA; 燃烧状态: 贫燃; 燃烧器高度: 2~4 nm。

4. 标准曲线^[4] 用移液管分别吸取标准溶液 10 ml, 20 ml, 30 ml, 40 ml 于 100 ml 容量瓶中, 0.20% 硝酸定容使分别含镁 0.1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、0.2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、0.3 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、0.4 $\mu\text{g}/\text{ml}$; 空白试剂为硝酸—高氯酸—水液。即水 1 ml 加硝酸 0.6 ml, 高氯酸 0.4 ml

置试管中加热、移入 25 ml 容量瓶中加水至刻度; 精取 10 ml 移入 100 ml 容量瓶中加水至刻度。于 285.5 nm 处测定空白及系列浓度下的 A 值。以浓度 C 对吸收度 A 作图得到结果(见表 1)。

表 1 镁标准曲线测定

	浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)				
	空白	0.1	0.2	0.3	0.4
吸收度	0.011	0.080	0.161	0.238	0.315

计算回归方程为: $Y = 0.766X + 0.00788$; 线性关系良好, $r = 0.9997$

5. 回收率试验与精密度测定

分别取健康人混合血清 1.0 ml, 分别加入标准溶液(含镁 1000 $\mu\text{g}/\text{ml}$) 25 μl 、50 μl 和 100 μl , 消化后按 250 倍稀释于 285.5 nm 处测定吸收度、分别考察日内误差和日间误差, 得到结果(见表 2, 表 3)。

表 2 两种不同浓度日内误差考察(n=6)

样 品	加入量 (250 倍稀释)	A	测定浓度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	回收浓度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	回收率 (%)	平均回收 率($\bar{X} \pm \text{SD}$)	CV%
空 白	—	0.081	0.095	—	—	—	—
1	0.1 μg	0.155	0.192	0.0975	97.5	94.4 \pm 3.51	3.71
2	0.1 μg	0.150	0.186	0.0909	90.9		
3	0.1 μg	0.153	0.190	0.0948	94.8		
4	0.4 μg	0.383	0.490	0.395	98.8	99.7 ± 0.70	0.70
5	0.4 μg	0.387	0.495	0.400	100.0		
6	0.4 μg	0.388	0.496	0.401	100.2		

日内误差: 平均回收率($\bar{x} \pm \text{SD}$) 97.05 \pm 3.60; 变异系数 CV% = 3.7%

日间误差: 平均回收率($\bar{x} \pm \text{SD}$) 98.21 \pm 3.49 变异系数 CV% = 3.55%

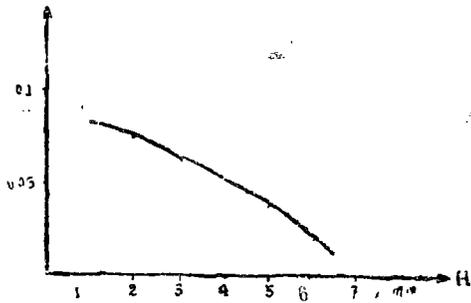
三、讨论

1. 由于玻璃容器对镁有一定的吸收作用, 因此在制定标准曲线时, 镁标准溶液应新鲜配制。

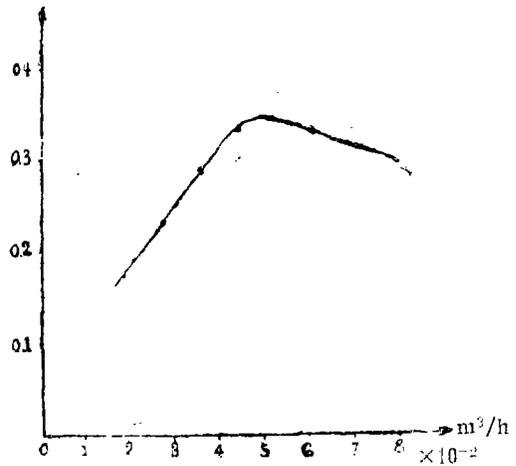
2. 火焰法测定镁时, 燃烧器高度对吸收度有一定影响。根据兰伯-比尔定律, 我们选择测定样品其吸收度在 0.1~0.5 之间线性关系良好。取 0.1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 样品选择不同高度测定其吸收度、发现燃烧器高度增大吸收值明显下降(见图 1)。故选择高度为 1 mm 时, 保持较高灵敏度和良好的重现性。吸收度为 0.084 \pm 0.0015 (n=10)。

表 3 三种不同浓度日间误差的考察 (n=9)

样品	加入量 (250倍稀释)	A	测定浓度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	回收浓度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	回收率 %	平均回收率 ($\bar{X} \pm \text{SD}$)	CV %
血清	—	0.081	0.095	—	—	—	—
1	0.1 μg	0.155	0.192	0.0975	97.5		3.71
2	0.1 μg	0.150	0.186	0.0909	90.9	94.4 \pm	
3	0.1 μg	0.153	0.190	0.0908	94.8	3.51	
血清	—	0.082	0.097	—	—	—	—
1	0.2 μg	0.236	0.298	0.201	100.7		
2	0.2 μg	0.235	0.296	0.199	99.4	100.1 \pm	0.92
3	0.2 μg	0.238	0.299	0.202	101.3	0.92	
血清	—	0.082	0.097	—	—	—	—
1	0.4 μg	0.388	0.496	0.399	99.8	99.9 \pm	
2	0.4 μg	0.387	0.495	0.398	99.8	0.173	0.17
3	0.4 μg	0.389	0.497	0.400	100.1		

图 1 燃烧器高度对吸收度的影响
(样品浓度为 $0.1 \mu\text{g}/\text{ml}$)

3. 燃烧器高度为 1 mm 时, 乙炔流量对吸收度影响 (见图 2)。取 $0.4 \mu\text{g}/\text{ml}$ 样品, 选择不同流量的乙炔 ($2 \sim 8 \times 10^{-2} \text{ m}^3/\text{h}$), 发现当乙炔流量 $< 0.05 \text{ m}^3/\text{h}$ 时流量增加吸收度增加; 当乙炔流量 $> 0.06 \text{ m}^3/\text{h}$ 时乙炔流量增加吸收度下降。故选择乙炔流量为 $0.056 \text{ m}^3/\text{h}$ 为最佳燃气条件。

图 2 乙炔流量对吸收度的影响
(样品浓度为 $0.4 \mu\text{g}/\text{ml}$)

参 考 文 献

- [1] 徐佑金等. 中华心血管杂志, 1990 18(6): 330
- [2] 张华. 临床荟萃大内科, 1990, 5(11): 493
- [3] 三岛日夫[日]. 环境样品中痕量金属的测定. 北京大学出版社, 1989, 65
- [4] 李盛量等. 原子吸收光谱法. 上海科学技术出版社, 1989, 184