

- 项目)
- 参考文献
- [1]王家良等. 醋柳总黄酮治疗缺血性心脏病的疗效观察. 四川医学院学报, 1982;13(1):6
- [2]陆燕誉. 药用沙棘. 中国中药杂志, 1989;14(1):57
- [3]鲁静等. 黄芪甲甙的薄层扫描法测定. 中成药, 1992; 14(6):34
- [4]唐湘红等. 生脉饮(党参方)及黄芪生脉饮中党参的薄层色谱法确证. 现代应用药学, 1991;8(5):32
- [5]杨建瑜等. 沙棘果汁中总黄酮甙元的含量. 西北药学杂志, 1989;4(3):31
- [6]魏立中等. 咳乐冲剂制备工艺及其质控指标研究. 中成药研究, 1985;(2):12
- [7]肖蓉等. 醋柳黄酮甙元的含量测定. 四川医学院学报, 1982;13(1):2

## 高效液相色谱间接光度检测法测定 心脏停搏液中钠、钾、钙、镁的含量

袁 成 王景祥 梁竹 焦素云 李凡东  
(济南军区总医院 济南 250031)

**摘要** 本文用高效液相色谱间接光度检测法测定了心脏停搏液中钠、钾、钙、镁的含量。以 Soherisorb SCX 为固定相, 0.35mmol/L 硫酸铈的[水-乙腈(85:15), 并用磷酸调 pH 至 3.2~3.4]溶液为流动相, 亚铈离子作为流动相平衡离子直接应用光度检测器测定, 并与其他测定方法比较。结果表明, 分离度较好, 104% > 回收率 > 97%, 线性关系良好。结果与滴定法相比无显著性差异。该法具有操作简便快速, 灵敏准确, 适于作为制剂中 4 种离子的常规检测方法。

**关键词** 心脏停搏液; 钠; 钾; 钙; 镁; HPLC-IPD

## Determination of sodium, kalium, magesium and calcium in liquor of cardioplegia by high performance liquor chromatography – indirect photometric determination method

Yuan Cheng, Wang Jingxiang, Liang Zhu, et al

(Department of Pharmacology, General Hospital of Jinan Command, Jinan 250031)

**ABSTRACT** **OBJECTIVE:** To determine the content of sodium, kalium, magesium and calcium in liquor of cardioplegia by HPLC-IPD method. **METHOD:** The chromatographic system consisted of Soherisorb SCX column and mobile phase of the solution of 0.35 mmol/L cerium sulphate in water-acetonitrile(85:15), that were regulated to pH 3.2~3.4 with phosphoric acid. Cerium was a balance-ion in mobile phase, therefore the content of sodium, kalium, magesium and calcium were determined directly by photometer. The detected wave length was UV254 nm. **RESULTS:** The mean recovery of 4 ion were between in 97~104% and detection limits of sodium, kalium, magesium and calcium were 5, 8, 5 and 4 ng. There was noremarkable between in this HPLC-IPD method and titrative method. **CONCLUSION:** The method is constant, sensitive, have a good concentration and is good for determination of sodium, kalium, magesium and calcium concentration.

**KEY WORDS** liquor of cardioplegia , sodium, kalium, magnesium, calcium, HPLC - IPD

心脏停搏液用于心脏手术时的心肌保护,并使心脏暂时停搏,无疑对其中离子浓度的准确性要求很高。现在一般以滴定法测定主要离子的含量,非常繁琐<sup>[1,2]</sup>;原子吸收分光光度法准确性较差。本文应用近年来研究很活跃的高效液相色谱间接光度检测(HPLC - indirect photometric determination, HPLC - IPD)<sup>[3]</sup>法,以亚铯离子作为流动相平衡离子,应用光度检测器直接测定了上述心脏停搏液中钠、钾、钙、镁的含量。

**一、实验材料**

HPLC 系统:510 泵,U6K 进样器、490E 检测器、Baseline810 色谱工作站(Waters 公司);Soherisorb SCX 柱(250×3.5mm,中科院大连化物所);AA-660 原子吸收分光光度计(岛津制作所);氯化钠、氯化钾、硫酸镁、氯化钙和硫酸亚铯为分析纯;水为二次重蒸水;心脏停搏液(本院配制)。

**二、方法和结果**

**(一)色谱条件**

固定相为 5μ 的 Soherisorb SCX,流动相为 0.35mmol/L 铯离子的[水 - 乙腈(85:15),用磷酸调 pH 至 3.2~3.4]溶液,流速为 0.5ml/min,检测波长为 254nm,检测灵敏度为 0.005AUFS;室温。

**(二)制备标准工作曲线**

钠和钾:精密称取氯化钠 45.0mg 和氯化钾 20.0mg,加水溶解后置 200ml 容量瓶中,并加水至刻度,是为钠和钾标准溶液,浓度分别为 3.85mmol/L 和 1.34mmol/L;精取该溶液 1、2.5、4、6、10ml 置 25ml 容量瓶中并用水稀释至刻度,分别进样 5μl。经 Baseline810 工作站收集图谱并整理计算,浓度 C 对峰高响应值 H 的线性回归方程为:

钠  $C = 6.351 \times 10^{-6}H - 0.20, r = 0.9996$

钾  $C = 3.164 \times 10^{-6}H - 0.37, r = 0.9995$

钙和镁:精密称取 2 水氯化钙 10mg 和 7 水硫酸镁 20mg,加水溶解后置 100ml 容量瓶中,并加水至刻度,是为钙和镁离子标准溶液,浓度分别为 0.68mmol/L 和 0.81mmol/L;精取该溶液 1、2、3、4、5ml 置 10ml 容量瓶中并用水稀释至刻度,分别进样 5μl。经 Baseline810 工作站收集图谱并整理计算,浓度 C 对峰高响应值 H 的线性回归方程为:

钙  $C = 1.105 \times 10^{-4}H + 0.22, r = 0.9997$

镁  $C = 1.336 \times 10^{-4}H + 0.45, r = 0.9996$

**(三)测定方法考察**

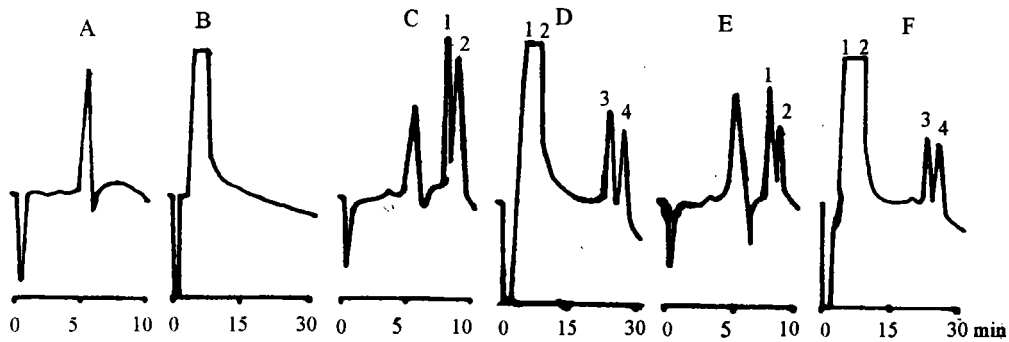
回收率:精密量取钠和钾离子标准液 2.5、4、6ml 置 25ml 容量瓶中并用不含钙、镁离子并稀释 100 倍的心脏停搏液稀释至刻度,进样;精密量取钙和镁离子标准溶液 2、3、4ml 置 10ml 容量瓶中并用不含钠、钾离子并稀释 10 倍的心脏停搏液稀释至刻度,进样,经 Baseline810 工作站处理,结果见表 1。

表 1 Na<sup>+</sup>、K<sup>+</sup>、Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup> 回收率结果 (x±s)(n=5)

离子	加入浓度(mmol/L)	回收率(%)	RSD(%)
Na <sup>+</sup>	0.385	99.3±5.1	5.1
	0.616	102.6±3.5	3.4
	0.924	100.8±3.3	3.3
K <sup>+</sup>	0.134	103.5±6.5	6.3
	0.214	102.2±4.5	4.4
	0.322	103.4±2.3	2.2
Ca <sup>2+</sup>	0.136	97.5±3.3	3.4
	0.204	98.7±2.9	2.9
	0.272	101.4±5.0	4.9
Mg <sup>2+</sup>	0.162	101.7±3.7	3.6
	0.243	99.9±1.9	1.9
	0.324	103.1±3.0	2.9

最低检出量:按信噪比≥2 计算,钠、钾、钙、镁离子最低检出量分别为 5、8、5、4ng。

干扰试验:取不含 4 种离子的心脏停搏液,稀释 100 和 10 倍后进样,色谱图见附图。可见制剂中其他成分对测定基本无干扰。



附图 钠、钾、钙、镁及空白色谱图

A. 稀释 100 倍空白液 B. 稀释 10 倍空白液 C. 钠、钾标准品

D. 钙、镁标准品 E. 钠、钾样品 F. 钙、镁样品

1. 钠 2. 钾 3. 钙 4. 镁

## (四) 样品测定

前者测定钠、钾离子, 后者测定钙、镁离子。

分别精密量取样品溶液 1ml, 置 100ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 进样。同时用原子吸收分光光度计测定。结果见表 2, 色谱图见附图。

表 2 样品测定结果 (mmol/L) (n=3)

离子	处方 I		处方 II		处方 III	
	960321	960909	960423	960424	960117	961111
含量						
Na <sup>+</sup>	88.98		39.58		123.20	
K <sup>+</sup>	22.78		12.50		22.33	
Ca <sup>2+</sup>	1.36				3.78	
Mg <sup>2+</sup>	2.07		1.612		9.00	
滴定法						
(%) <sup>*1</sup>						
Na <sup>+</sup>	103.5	103.1	95.5	97.6	101.4	93.3
K <sup>+</sup>	101.0	98.9	104.1	97.3	99.8	102.6
Ca <sup>2+</sup>	97.4	100.9			104.2	96.3
Mg <sup>2+</sup>	99.5	94.8	94.7	101.8	95.3	100.7
本法 <sup>*2</sup>						
(%) <sup>*1</sup>						
Na <sup>+</sup>	105.4	103.6	94.4	98.3	102.5	93.7
K <sup>+</sup>	100.2	98.4	106.2	96.7	100.8	103.2
Ca <sup>2+</sup>	95.5	100.2			107.4	95.9
Mg <sup>2+</sup>	98.7	94.1	95.3	102.5	94.7	100.4
原子吸						
收 <sup>*3</sup>						
(%) <sup>*1</sup>						
Na <sup>+</sup>	107.3	103.2	99.6	102.5	97.5	98.7
K <sup>+</sup>	95.3	94.5	102.8	96.5	96.4	100.2
Ca <sup>2+</sup>	90.6	96.9			104.4	93.1
Mg <sup>2+</sup>	91.4	95.8	93.9	99.3	92.7	97.0

\*<sup>1</sup>指占标示量的%; \*<sup>2</sup>与滴定法相比 P>0.05; \*<sup>3</sup>与滴定法相比 P<0.01

## 三、讨论

HPLC-IPD 法是在流动相中添加具有

检测响应的检测剂来完成响应低或无响应化合物分离检测的一种有效方法, 它避免了柱

前、柱后衍生化方法的操作繁琐等缺点<sup>[4]</sup>。本文以亚铈离子作为流动相平衡离子,使检测在短波长处进行,避免了其他杂质的干扰,也使制剂中的其他成分(如葡萄糖、甘露醇)等的干扰降低到最小。

待测离子的保留时间随着流动中亚铈离子浓度增加而缩短但分离度变差;随着乙腈浓度的增加保留时间延长但分离度变好;pH值的增加使保留时间缩短同时分离度变差,尤其是对钠和钾离子分离影响更大。实验中对各因素对分析时间及分离度影响进行了综合分析,选择了本实验的色谱条件,虽然钠与钾、钙与镁离子的分离还不十分完全,但分析时间比较适中,否则分析时间将大大延长。

测定钠和钾离子时在可能检出待测离子的前提下应尽量稀释样品,否则制剂中其他成分将影响到它们的检出;另外如果制剂中钠与钾、钙与镁浓度相差太大时,应加入与浓

度较低离子相同离子以使浓度差变小,以防止由于高浓度离子峰对低浓度离子峰的遮盖而使其无法检出,文献<sup>[5]</sup>也有相同的结论。

本方法的测定结果与滴定法相比无显著性差异,原子吸收分光光度法与滴定法相比有显著性差异,适于作为钠、钾、钙、镁离子的常规定量方法。

#### 参考文献

- [1]中国人民解放军总后勤部卫生部. 中国人民解放军医疗单位制剂规范. 北京:人民军医出版社,1993:462
- [2]济南军区后勤部卫生部. 医院制剂操作技术. 济南:山东科学技术出版社,1992:421
- [3]Jeffrey H, Toesi JI. Comparison of inorganic mobile counterions for cationic indirect photometric chromatography. *Anal Chem*, 1987;47(3):490
- [4]周炜,刘文英,安登魁. 高效液相色谱间接光度检测法及其应用. *国外医学(药学分册)*, 1991;18(5):269
- [5]王白露,程辉跃,吴蔚,等. 间接光度色谱法测定血定安溶液中钠、钙、镁的含量. *药物分析杂志*, 1996;16(4):241

## 桔痔液中小檗碱的含量测定

傅龙根 李 昆 宋彦蓉

(武警江西总队医院药局 南昌 330001)

**摘要** 本文采用薄层扫描法可不经分离直接测定桔痔液中小檗碱的含量。测定波长为 340nm, 平均回收率为 99.4%, RSD 为 1.2% (n=6)。此法具有简便、快速、准确等优点。

**关键词** 薄层扫描法;小檗碱;含量测定;桔痔液

## Determination of the contents of berberine in kr zhi injection

Fu Longgen, Li Kun, Song Yanrong

(Department of Pharmacy, Jiangxi Provincial Corps Hospital,  
Chinese People's Armed Police Forces nanchan 330001)

**ABSTRACT** A dual wavelength TLC-scanning method was successfully used without separation for the determination of berberine in ku zhi injection. The wavelength of determination was 340nm, the average recovery was 99.4%, RSD was 1.2% (n=6). The method is simple, rapid and accurate.

**KEY WORDS** dual wavelength TLC-scanning method, berberine, determination of content, Ku zhi injection