

一阶导数紫外分光光度法测定气喘合剂中氨茶碱的含量

吴文飞 刘明忠(上海市第一肺科医院药剂科 上海 200433)

摘要 目的:探讨气喘合剂中氨茶碱的含量测定方法。方法:采用一阶导数紫外分光光度法,测定波长为282nm和286nm。结果:氨茶碱浓度在8~18 μ g/ml范围内线性良好($r=0.9999$),平均回收率为99.72%($n=5$), RSD 为0.42%。结论:本法取量少,无需化学试剂,所用仪器普通,操作简便、快速,能消除其他组分干扰。适用于医院制剂分析。

关键词 氨茶碱;一阶导数光谱法;含量测定

Determination of aminophylline in asthma mixture by first-order derivative spectrophotometry

Wu Wenfei, Liu Mingzhong(Department of pharmacy, Shanghai First Pneumological Hospital, Shanghai 200433)

ABSTRACT OBJECTIVE: To determine aminophylline in Asthma Mixture, a first-order derivative spectrophotometry method was established. **METHODS:** The absorbance was measured at 282nm and 286nm. **RESULTS:** The Linear range was 8~18 μ g/ml($r=0.9999$). The average recovery for the assay was 99.72% with relative standard deviation of 0.42% ($n=5$). **CONCLUSION:** This method is simple, convenient, rapid and free of interference. The instrument used is common and chemical reagents are needless. It is suitable for analysis in hospital.

KEY WORDS aminophylline, derivative spectrophotometry, determination

本院自制制剂气喘合剂具有平喘作用,常用于咳嗽、胸闷等患者。其组方为氨茶碱、盐酸麻黄碱、盐酸苯海拉明、溴化钾、枸橼酸、橙皮甙和单糖浆等。其中氨茶碱具有显著的药理活性,制备操作不当易析出沉淀,故有必要对它作含量监控。在200~260nm波长范围内,前三种成份在测定时相互干扰,难以进行。在273nm波长处,氨茶碱水溶液有一吸收峰,但其它组分对测定有干扰,这种干扰在270~290nm波长范围内用一阶导数方法可以消除,而氨茶碱水溶液一阶导数峰对应的中间波长在284nm处。当浓度在8~18 μ g/ml时,振幅与浓度呈线性关系($r=0.9999$)($n=5$)。因此本方法可以用作气喘合剂中氨茶碱的定量控制。

1 仪器与试剂

756多功能紫外分光光度计(中国科学院上海昆虫研究所宜兴县分析仪器厂);氨茶碱对照品(由上海市信谊药厂提供);药用氨茶碱、盐酸麻黄碱、盐酸苯海拉明、溴化钾等各制剂成份均为市售,并符合中国药典规定;气喘合剂(本院自制)。

2 实验与结果

2.1 供试液的制备

2.1.1 用蒸馏水(以下简称水)配制10 μ g/ml的氨茶碱对照液;

2.1.2 精密量取气喘合剂0.5ml,置500ml量瓶中,加水稀释定容(约含氨茶碱10 μ g/ml),作为样品供试液;

2.1.3 按照气喘合剂处方,配制不加氨茶碱的溶液,取0.5ml置500ml量瓶中加水稀释定容,作为背景液。

2.2 光谱测定

2.2.1 紫外吸收光谱的绘制 取上述三种供试液,分别以水为空白,在260~290nm波长范围内测定并绘制紫外吸收光谱(见图1)。氨茶碱对照液和样品供试液在273nm波长处有一

峰值,其它组分也有吸收,其值约占样品峰值的4.1%。

2.2.2 一阶导数光谱的绘制 根据上项测得的吸收度,算出一系列的 ΔA 值为零(见图2),因而排除了干扰。本实验选择峰零法^[1],测定波长为282nm和286nm,以振幅 $\Delta A = A_{282} - A_{286}$ 为定量依据。

2.3 标准曲线的绘制

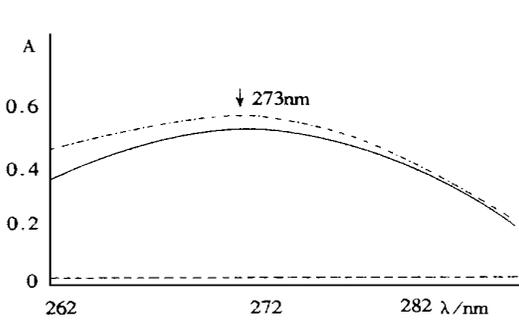


图1 零阶光谱图

— 氨茶碱对照液

- - - 背景液

精密称取干燥至恒重的氨茶碱对照品100.0mg,置100ml量瓶中,加水微温溶解,放冷,加水稀释至刻度,混匀,精密量取0.4ml、0.5ml、0.6ml、0.7ml、0.8ml和0.9ml,分别置50ml量瓶中加水稀释定容,摇匀,以水为空白,在282nm和286nm波长处测定吸收度,计算 ΔA 值并与相应的浓度C回归,求得回归方程为 $\Delta A \times 10^3 = 11.56C - 0.743$, $r = 0.9999$ ($n = 5$)。

2.4 回收试验

精密量取气喘合剂0.80ml,置500ml量瓶中为第一组,作含量测定;精密量取气喘合剂0.50ml或0.40ml置500ml量瓶中,加1mg/ml标准茶碱液2.5ml或4.0ml为第2、3组供作回收试验,3组均加水稀释至刻度,依法测定和计算 ΔA ,从回归方程计算氨茶碱的含量,进而计算回收率。结果见表1。

2.5 样品测定

精密量取检品1.50ml置1000ml量瓶中或检品0.80ml置500ml量瓶中,加水稀释定容,依法测定和计算氨茶碱的含量,结果见表2。

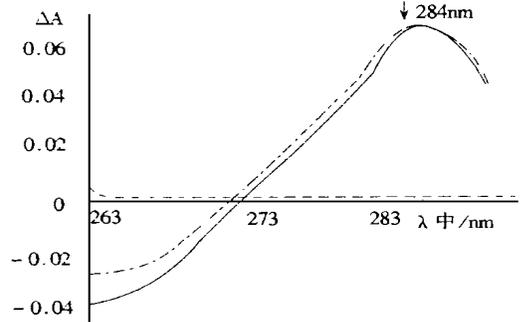


图2 一阶导数光谱图

— 样品供试液

表1 回收试验结果 $n = 5$

样品中量 (μg)	加入量 (μg)	测得总量 (μg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
9.50	5.00	14.42	99.48	99.72	0.42
9.50	5.00	14.51	100.07		
7.60	8.00	15.55	99.68		
7.6	8.00	15.46	99.10		
7.60	8.00	15.64	100.26		

表2 样品测定结果 ($n = 4$)

批号	氨茶碱含量(mg/ml)	RSD/%
960823	9.085	0.33
961205	8.804	0.30
970204	9.500	0.31

根据中国药典1995年版规定^[2]:氨茶碱($C_2H_8N_2(C_7H_8N_4O_2)_2 \cdot 2H_2O$)含茶碱($C_7H_8N_4O_2$)应为84.0%~87.4%,取平均85.7%;氨茶碱制剂含无水茶碱($C_7H_8N_4O_2$)应为氨茶碱标示量的74.0%~84.0%。本实验3批样品含无水茶碱分别为氨茶碱标示量的77.86%,75.45%和81.42%。故各批制剂氨茶碱的含量均合格。

3 讨论

3.1 导数光谱具有消除低频干扰成份及背景吸收的优点。本实验可以不经预先处理,不必使用化学试剂,简便、迅速、准确地直接从气

喘合剂中测出氨茶碱的含量,因而能够满足医院制剂快检的需要。

3.2 样品含无水茶碱为氨茶碱标示量的百分数(%),它等于样品中氨茶碱测得的含量乘以85.7%,再除以样品氨茶碱的理论含量,所得的

值乘上100%。

参考文献

- 徐嘉凉. 导数光谱法及其在药物分析中的应用. 药物分析杂志, 1984, 4(1): 124
- 中华人民共和国药典. 1995年版. 二部. 1995: 745
(收稿: 1999-02-10)

荧光偏振免疫法测定环孢素 A 全血浓度结果分析

张 强 徐丽婷 谢景文 贾正平(兰州军区总医院药局 兰州 730050)

摘要 目的: 考察不同器官移植患者环孢素谷浓度与效果之间的关系。方法: 采用荧光偏振免疫法对157例肺、肾、骨髓移植患者进行常规CsA血药浓度监测,并结合临床进行归纳、分析、统计。结果: 发现食物、性别、肝功等均可影响CsA的全血浓度,不同患者服用相同剂量的CsA血药浓度差异较大。结论: 在临床器官移植中,要加强血药浓度监测。

关键词 环孢素 A; 全血浓度; 荧光偏振免疫法

Analysis of concentration of CsA in whole blood by FPIA

Zhang Qiang, Xu Liting, Xie Jingwen, Jia Zhengping (General Hospital of Lanzhou Command of PLA Lanzhou 730050)

ABSTRACT OBJECTIVE: To investigate the relationship between the concentration of Cyclosporine (CsA) and the results of different transplant. **METHODS:** C_{min} of CsA of 157 renal, lung and bone marrow transplantation case were monitored by using the method of fluorescence; polarization immunoassay (FPIA). The results were statistically analyzed in conjunction with the symptoms of the patients. **RESULTS:** Food, sex, liver function were important factors in influencing the through concentration. The concentration was remarkable differences while someone take the same doses. **CONCLUSION:** It is necessary to monitor the CsA concentration in organ transplantation.

KEY WORDS cyclosporine A; fluorescence polarization immunoassay; whole blood concentration

环孢菌素 A (cyclosporine A, CsA) 是目前临床常用的免疫抑制剂,广泛应用于器官移植,防止器官移植后的排异反应,使器官移植成功率和患者生存率大大提高^[1]。但由于 CsA 个体药动学差异大,临床上中毒与排异反应不易区别。故监测 CsA 全血浓度对于指导临床合理用药有极其重要的意义。本文对我院 1997 年~1998 年 6 月常规监测的 159 例次环孢 A 全血标本作一分析,现报告如下。

1 材料与方

1.1 仪器与试剂

全自动药物荧光偏振免疫分析仪(TDX),环孢素 A 全血单克隆试剂盒。

1.2 病例资料

同种尸体肺移植 49 例次,肾移植 43 例,异体骨髓移植 67 例次,其中女 27 例次,男子 132 例次,年龄 12~46a。

1.3 方法

按 TDX 仪器说明进行分析,所测浓度均为