

DAN 荧光法测定云硒冲剂中硒的含量

张军东¹, 韩广轩¹, 常英¹, 刘洪涛², 谷莉¹, 王麦丽¹, 王其田¹, 孙义华¹ (1. 解放军第 534 医院药剂科, 洛阳 471003; 2. 第二军医大学药学院, 上海 200433)

摘要 目的: 建立云硒冲剂中硒的含量测定方法。方法: 采用 DAN 荧光光度法进行硒含量测定, 激发波长 376nm, 发射波长 520nm。结果: 采用本法测定云硒冲剂中硒的含量, 回归方程为: $Y = 3.84678X - 1.98733$ ($r = 0.99855$); 平均回收率 98.97%, $CV = 2.32\%$ ($n = 5$); 三批样品测定硒含量为 9.50 ~ 10.66 $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 。结论: 测定结果稳定, 影响因素少, 而且设备较其它硒含量测定方法简单常见, 危险性又小, 适于推广。

关键词 偏二甲肼损伤; 云硒冲剂; DAN 荧光法; 硒; 含量测定

中图分类号: R927.2

文献标识码: A

文章编号: 1006-0111(2002)04-0243-02

硒是一种人和动物体内都必需的微量元素, 是谷胱甘肽过氧化物酶(GSH-Px)的活性中心, 研究表明具有增强淋巴细胞功能, 而且能显著提高免疫抑制小鼠的免疫功能^[1]。云硒冲剂是我院研制的一种硒制剂, 主要用来防治我部队多见的偏二甲肼损伤所致的机体免疫功能低下。本文采用 DAN 荧光法对云硒冲剂中的硒含量进行了测定。

1 试剂与仪器

荧光分光光度计(Hitachi-4000)主要试剂 2,3-二氨基萘(DAN)(为美国 Fluka 产品); 标准硒粉(光谱纯); 其余均为国产分析纯试剂。混合酸溶液、EDTA 混合液、0.10% DAN 试剂及标准硒溶液的配制均按文献^[2]要求进行。(本院研制, 批号为 010618、010728、010803)。

2 方法

2.1 样品消化

取样品 2g 精密称定, 加混合酸 10ml, 预消化过夜, 次日在电热板上加热消化至溶液呈浅黄色透明时冷却, 加 HCl 3ml 使六价硒还原为四价硒, 再加热到终点为止。

2.2 硒含量测定

上述消化液用 1:1 氨水调 pH 值 1.5 ~ 2.0, 加入 10% 盐酸羟胺溶液 1ml 和 1% EDTA-钠盐溶液 1ml, 摇匀后静置 5min, 再加入 2ml 0.10% DAN, 放置沸水浴加热 5min, 稍冷后将溶液移至 60ml 分液漏斗中, 准确加入 5ml 环己烷振摇 3min。静置分层后弃水相, 有机相从擦干的 60ml 分液漏斗上口小心转入 100ml 量瓶, 环己烷加至刻度, 精取此稀释液 10ml 加入 50ml 量瓶, 环己烷加至刻度, 荧光光度计测定, 激发波长 376nm, 发射波长 520nm。

2.3 硒标准曲线绘制

精确取标准硒溶液($0.5\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$) 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0ml 与样品同步加 10ml 混合酸消化并进行硒含量的测定, 其中环己烷萃取液不进行稀释, 直接进行测定, 以测得的荧光强度与相对应的标准硒含量进行线性回归, 得标准曲线。

3 结果

3.1 硒含量与荧光强度的线性关系

以硒含量与测得的荧光强度进行线性回归, 得标准曲线方程为 $Y = 3.84678X - 1.98733$ ($r = 0.99855$), 根据空白对照荧光强度的标准差($n = 10$), 求得该法最低检出量 10.8ng 硒。

3.2 精密度的试验

取同一份消化好样品重复测定($n = 6$) 得到 $RSD = 1.90\%$, 表明精密度良好。

3.3 重复性试验

取同一批样品, 按拟定的含量测定方法平行测定 5 次, 含硒量 $9.134 \pm 0.129\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$, $RSD = 2.52\%$ 。

3.4 回收率试验

精密量取 $1\mu\text{g}$ 硒标准品, 加入到已知含量的样品中, 照样品测定方法进行荧光测定回收率, 回收率变动范围为 96.58% ~ 103.28%, 平均回收率 98.97%, $RSD = 2.93\%$ ($n = 5$)。

3.5 样品测定

分别测定 3 批样品, 测定结果见表 1。

4 讨论与小结

本实验中还考察了另一种荧光试剂 3,3-二氨基联苯胺, 测定结果也较稳定, 可作为荧光法中 DAN 的代替品。 (下转第 255 页)

起变质,如花片、泛色、吸潮、霉变等,但在配药时并未检查发现。

发出的药品因包装简陋或包装袋不牢,在病人取药后或回家途中赞成散失或破碎,而引发纠纷。

2 防止调剂差错的对策

2.1 加强责任心,严格执行配方制度

要防止调剂差错,首先药房调剂人员必须充分认识到发生差错的危害性,树立全心全意为人民服务思想,对病人负有高度的责任感,严格遵循操作规范及配方制度,并把各项制度落实到实处,真正做到“三查”和“七对”。培养认真细致、严谨扎实的工作作风。在此前提下,应建立适合于本院实际工作条件的调配工作制度及规范服务条例。这是防止调剂差错最根本的措施。

另外,药房调剂人员应具备良好的心理和生理状况,不宜超负荷调剂工作。调剂工作环境应保持整洁、明亮、安静,避免对调剂者工作的干扰。

2.2 加强业务培训,提高专业技术水平

药房调剂人员必须具备扎实的药学知识和较高的业务水平。应积极参与药学专业的继续再教育,加强医药学知识的学习,不断提高专业基础知识,这对于识别处方错误、合理用药等,有着很大的益处。

调剂人员应熟悉处方过程、配方发药的规律和步骤。调剂处方前,对处方字迹模糊的内容,不应该

假设或猜想,发现问题应及时与医师联系,核对无误后再行配方。

2.3 合理调整药品货位架,增设警示标志

药品位置除按剂型、用途、习惯摆放外,还应注意将易搞错的药品分开放置。应经常性检查药架上的药品是否摆放无误。对近效期药品应设有标牌提示,防止过期的药品发放给患者。

总之,防止药房调剂差错是一项任重而道远的工作,医院药学工作者应积极采取有效措施,降低差错的发生率。近年来出现的“优良药房工作准则”(Good Pharmacy Practice, GPP),对药房服务质量的提高和完善,必将起到积极的推动作用^[1]。目前正在推行的门诊药房敞开式服务形式,已得到专家们在理论上的论证^[2]和消费者的认同。计算机网络技术在医院药房的实施,对促进合理用药,推广药物利用的研究,合理调整用药结构,提高服务质量,减少调剂差错将能起到积极的推动作用。

参考文献:

- [1] 周济中. 21世纪我国医院药剂科的发展趋势[J]. 中国药房, 1999, 10(3): 114.
- [2] 黄仲义. 医院药学的变革与未来[J]. 中国药房, 1998, 9(5): 213.

收稿日期: 2002-04-18

(上接第 245 页)

表 1 三批云硒冲剂硒含量测定结果

批号	样品号	硒含量($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	均值	SD	RSD(%)
010618	1	10.823	10.659	0.135	1.28
	2	10.644			
	3	10.510			
010728	1	9.733	9.644	0.398	4.13
	2	9.980			
	3	9.220			
010823	1	9.748	9.503	0.212	2.23
	2	9.333			
	3	9.428			

目前常用的硒含量测定方法有原子吸收分光光度法、等离子体发射光谱法^[3]、催化褪色光度法^[4]等。原子吸收分光光度法、等离子体发射光谱法需要复杂的设备条件,在一般的单位难以开展;而催化

褪色光度法操作安全性差。本实验采用 DAN 荧光光度法对云硒冲剂中硒含量进行了测定,结果稳定,精密度高,影响因素少,而且设备较其它方法简单常见,危险性又小,适于推广。

参考文献:

- [1] 魏虎来,赵怀顺,孙万里等. 硒对小鼠免疫功能的影响[J]. 免疫学杂志, 1995, 11(2): 104.
- [2] 王光亚,周瑞华,孙淑庄等. 生物样品、水及土壤中痕量硒的荧光测定法[J]. 营养学报, 1985, 7(1): 39.
- [3] 韩丽琴,董顺福,陈忠航. 硒的分析方法及进展[J]. 广东微量元素科学, 2001, 8(7): 9.
- [4] 秦永慧,崔建升,宫晓平. 催化褪色光度法测定人发中微量硒[J]. 理化检验(化学分册), 1986, 22(4): 228.

收稿日期: 2002-03-05