

中,以五氧化二磷为干燥剂,减压干燥至恒重后精密称取 10 mg,加乙醇溶解并定容至 10 mL,制备成 1 g·L⁻¹ 的对照品溶液。

2.1.3 阴性对照溶液的制备 取阴性对照胶囊,与供试品同法制成阴性对照液。

2.2 薄层色谱及扫描条件 取供试品溶液、对照品溶液各 6 μL,分别点于同一硅胶 G 板上,以丙酮-无水乙醇-盐酸(10∶6∶1)为展开剂,展距为 10 cm,取出,晾干,以改良碘化铋钾显色,以同样大小的玻璃板覆盖,四周用透明胶固定。波长,λ_s=510 nm,λ_R=590 nm。反射法锯齿扫描,灵敏度中等,狭缝 0.4 mm×0.4 mm,线性参数 S_x=3,背景补偿。

2.3 线性关系考察 精密吸取对照品溶液 2,4,6,10 μL 分别点于同一硅胶 G 板上,按薄层扫描条件测定。以点样量为横坐标,峰面积为纵坐标,求得回归方程为:Y=1 689.73X+417.176,r=0.999 4。盐酸水苏碱在 2.2~10.8 μg 范围内,水苏碱浓度与其峰面积呈良好的线性关系。

2.4 阴性干扰试验 吸取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 6 μL,分别点于同一硅胶板上,按薄层条件展开,显色,扫描,对照品、供试品溶液在 510 nm 处有吸收,而阴性对照溶液无吸收。

2.5 稳定性考察 吸取供试品液 6 μL 点于硅胶板上,依上法展开,测定,在 2 h 内每隔 30 min 测定一次斑点峰面积,供试品斑点积分值在 2 h 内基本不变,RSD 为 0.31%(n=5)。

2.6 精密度考察 吸取对照品溶液 6 μL 点于硅胶板上,各点 6 个斑点,依上法展开,测定,RSD 为 1.05%和(n=5)。

2.7 回收率测定 精密称取已知含量的同一批号样品 5 份,分别精密加入一定量盐酸水苏碱,依供试液制备方法制备,点样,显色,依法展开、扫描测定,计算回收率,结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

Tab 1 The results of recovery determination

编号	原有量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	$\bar{x}/\%$	RSD /%
1	3.252 1	3.014 7	6.167 3	96.7	98.12	2.15
2	3.305 5	3.067 9	6.229 2	95.3		
3	3.317 2	3.354 3	6.695 1	99.3		
4	3.267 0	3.644 5	7.310 9	100.6		
5	3.297 8	3.644 7	7.242 0	98.7		

2.8 样品测定 取复宫胶囊样品,依法制成供试品溶液,精密吸取供试液 6 μL,对照品溶液 6,10 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,依法展开,显色、扫描测定,用外标两点法计算含量。结果见表 2。

表 2 复宫胶囊中盐酸水苏碱含量测定结果

Tab 2 Determination of stachydrine in Fugong capsules

批号	含量/(mg/粒)	$\bar{x}/(\text{mg/粒})$	RSD/%
0901	5.146 3	5.052 9	1.20
0902	5.059 1		
0903	5.075 6		
0904	4.990 2		
0905	4.988 7		

根据测定结果,结合平均转移率,确定复宫胶囊每粒含水苏碱不得低于 4.8 mg。

3 讨论

本实验在样品提取过程中,采用超声法^[3]较索氏提取法所得盐酸水苏碱含量低一倍多,所以本实验采用索氏提取法制样。斑点显色后,迅速以冷风吹干,扫描测定应在 2 h 内完成。

[作者简介] 殷建忠,男,学士,主管药师,电话:0510-5102226-8212

否则会影响结果。该胶囊的制备工艺较为合理,结合中国药典对益母草水苏碱含量的要求不得低于(0.4%)^[4]及本工艺中的转移率 61.83%(工艺考察中已测定益母草含量),根据几批复宫胶囊样品的含量测定,确定每粒含水苏碱不低于 4.8 mg 较为合理。

参考文献:

- [1] 郑占虎 董宏泽,余静,等主编. 中药现代化研究与应用[M] . 第 4 卷. 北京: 学苑出版社, 1998. 3806~3809.
- [2] 虞和永 何翱,陈仙,等. 鲜益母草胶囊中水苏碱的含量测定[J] . 中国中药杂志, 2002, 27(2): 113.
- [3] 郭孝武,杨锐. 不同频率超声提取对益母草总碱提出率的影响[J] . 中国医院药学杂志, 1999, 19(8): 465.
- [4] 中国药典. 一部[S] . 2000. 238.

[收稿日期] 2004-10-26

紫外分光光度法测定肺移植保护液中腺苷含量

殷建忠 (无锡市第五人民医院,江苏 无锡 214073)

[摘要] 目的:建立肺移植保护液中腺苷含量测定的方法。方法:采用紫外分光光度法,检测波长为 260 nm。结果:腺苷在 2.5~17.5 mg·L⁻¹ 的范围内线性关系良好,r=0.999 9,平均回收率为 99.69%(n=9),RSD 为 0.37%。结论:该方法操作简便、结果准确,可用于腺苷的含量测定。

[关键词] 肺移植保护液;腺苷;含量测定;紫外分光光度法
[中图分类号] R927.2 [文献标识码] A [文章编号] 1001-5213 (2005)09-0894-02

我院研制的肺移植保护液,是以加拿大多伦多肺移植中心的低钾右旋糖酐液(LPD)^[1]为基础研制而成的一种改良型低钾右旋糖酐液。本品含右旋糖酐 40、棉子糖、腺苷和 Na⁺、K⁺、Mg²⁺、磷酸盐等电解质。临床实验证实,本品对肺移植时供体肺的灌洗和保存有较好的效果^[2]。本研究建立了紫外分光光度法测定肺移植保护液中腺苷含量的方法,为肺移植保护液的质量控制提供依据。

1 材料

CARY—100 紫外分光光度计(美国瓦利安公司);腺苷对照品(德国达姆施塔特生物科学有限公司,批号 B42696,含量:100.00%);肺移植保护液(本院自制,批号 040406,040820,041103);其他原料为药用级;磷酸二氢钠和磷酸氢二钠为分析纯。

2 方法与结果

2.1 测定波长的选择 精密称取腺苷对照品 50 mg,加水定容至 100 mL,摇匀。精密量取 2 mL,置 100 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀,以水为空白,于 200~400 nm 范围内扫描,在 260 nm 处有吸收峰;另按处方量精密称取除腺苷外的其余原料,加适量水后加热溶解,冷却后加水至处方量,制成不含腺苷的空白溶液。精密量取空白溶液 1 mL,置 100 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀,以水为空白,于 200~400 nm 范围内扫描。结果显示,其余原料在 260 nm 处无吸收,对腺苷含量测定无干扰。故选择 260 nm 处为测定波长。

2.2 标准曲线的制备 精密称取 105℃干燥至恒重的腺苷对照品 25 mg,加水定容至 100 mL,分别精密量取 1.0,2.0,3.0,

4.0, 5.0, 6.0, 7.0 mL 置 100 mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 即得到含腺苷为 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5, 15.0, 17.5 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液, 以水为空白, 于 260 nm 处测定吸收度。结果表明, 腺苷在 2.5 ~ 17.5 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的范围内, 吸收度与浓度呈良好的线性关系, 其回归方程为: $A = 0.05558C + 0.0107$, $r = 0.9999$ 。

2.3 回收率试验 精密称取 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的腺苷对照品 50, 100, 150 mg, 分别置 100 mL 量瓶中, 加“2.1 项”下的不含腺苷的空白溶液至刻度, 摇匀。分别精密量取 1 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 作为供试品, 以水为空白, 于 260 nm 处测定吸收度, 将吸收度代入回归方程, 计算腺苷的含量和回收率, 结果见表 1。

表 1 腺苷回收率测定结果

Tab 1 The results of recovery experiment

编号	理论浓度 / $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	实测浓度 / $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	回收率 /%	\bar{x} /%	RSD /%
1	5.12	5.11	99.80	99.69	0.37
2	5.02	4.99	99.40		
3	4.98	4.94	99.19		
4	10.06	10.07	100.10		
5	10.13	10.10	99.70		
6	10.20	10.15	99.50		
7	15.25	15.19	99.61		
8	15.41	15.47	100.39		
9	15.11	15.03	99.47		

2.4 稳定性试验 将“2.2 项”下含腺苷为 5.0, 10.0, 15.0 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液, 于室温条件下, 分别在 0, 1, 3, 6, 24, 48 h 时, 于 260 nm 处测定吸收度。结果显示, 在 48 h 内, 3 种溶液的吸光度几

乎无变化, 表明溶液的稳定性良好。

2.5 重复性试验 取肺移植保护液 1 批, 精密量取 1 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 以水为空白, 于 260 nm 处测定吸收度, 将吸收度代入回归方程, 计算腺苷的含量, 同法操作 6 次, 含量测定平均值为 99.93%, RSD 为 0.35%。

2.6 样品含量测定 取肺移植保护液 3 批(批号 040406, 040820, 041103), 照“2.5 项”下方法, 测定 3 批样品中腺苷的含量, 结果分别为 100.06%, 98.92%, 100.51%。

3 讨论

腺苷在近 200 nm 处有最大吸收峰, 其他原料在该处也有少量的吸收, 对含量测定有干扰, 而其他原料在 260 nm 处无吸收, 故选择 260 nm 处为测定波长。在 260 nm 处, 腺苷在 2.5 ~ 17.5 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的浓度范围内, 吸收度与浓度相关性良好。用本法测定腺苷的含量, 结果准确, 平均回收率为 99.69%, 且被测样品稳定性良好, 便于操作。本法具有简便、准确、可靠、重复性好等特点, 可为进一步提高肺移植保护液的质量提供依据, 可用于生产实践。

参考文献:

[1] Fischer S, Matte-Martyn A, DePerot M, *et al*. Low-potassium dextran preservation solution improves lung function after human lung transplantation[J]. J Thorac Cardiovasc Surg, 2001, 121: 594.

[2] 陈静瑜, 胡春晓, 朱乾坤, 等. 改良低钾右旋糖酐液供肺灌注保存的临床观察[J]. 中华医学杂志, 2004, 84(17): 1417.

[收稿日期] 2005-01-22

应用利多卡因局麻致重度呼吸困难 1 例

胡桃红, 方平 (北京第二炮兵总医院, 北京 100088)

[关键词] 利多卡因; 呼吸困难; 局麻药

[中图分类号] R971.2 [文献标识码] B [文章编号] 1001-5213 (2005)09-0895-01

利多卡因为常用抗心律失常及局麻药物, 常规剂量使用疗效可靠, 鲜见不良反应报道。现将 1 例因使用利多卡因凝胶行局部表面麻醉后发生重度呼吸困难的病例报道如下。

患者, 男, 88 岁, 既往有糖尿病史 5 年, 经口服降糖药治疗, 血糖控制尚可。有前列腺增生病史 10 年, 曾有前列腺电切术及膀胱镜下前尿道狭窄部切开手术史。冠心病病史不明确, 无高血压病、慢支病史。此次住院前 2 h 在本院门诊, 在利多卡因凝胶(北京紫竹药业, 规格 20 mL/400 mg, 批号 20040402)200 mg 尿道内注入表面麻醉下, 行尿道扩张术, 术中经过顺利, 术后约半小时后即出现胸憋、气短、呼吸急促, 伴大汗, 无胸痛、心慌、头晕、恶心、呕吐等不适。经含服丹参滴丸及吸氧后半小时, 患者症状缓解。为求进一步诊治, 门诊拟诊“冠心病, 心绞痛”, 收住院。住院时查: 无明确不适主诉, T 36.4 $^{\circ}\text{C}$, 呼吸 18 次 $\cdot \text{min}^{-1}$, 脉搏 84 次 $\cdot \text{min}^{-1}$, 血压 17.33/9.33 kPa, 心肺、腹部四肢体检无异常, 住院后考虑诊断为: 1. 冠心病, 心绞痛; 2. 糖尿病; 3. 前列腺增生症。住院后给予扩冠、抗血小板、降血糖等治疗, 未再发作胸憋、气短症状。生活能够自理, 无明确不适主诉。住院 14 d 时, 又复按上次同样方法在泌尿外科行尿道扩张术, 术后约 20 min 返回至病房

时, 突发呼吸困难, 立即转为呼吸浅慢 8 次 $\cdot \text{min}^{-1}$ 。患者意识丧失, 大小便失禁, 全身紫绀, 大汗, 监测血压 10/4 kPa, 心率 123 次 $\cdot \text{min}^{-1}$, 血氧饱和度 70%, 静脉应用呼吸兴奋剂, 多巴胺及行气管插管, 接呼吸机辅助呼吸, 血压维持在 10.67 ~ 13.33/6.13 ~ 9.33 kPa, 血氧饱和度升高至 90% ~ 100%, 急查血气提示代酸呼吸失代偿中毒, 经使用地塞米松、呋塞米、多巴胺、甘露醇、碳酸氢钠、低分子右旋糖酐等药物后, 病情渐趋稳定, 约半小时后意识恢复, 在呼吸机辅助呼吸及维持多巴胺低剂量持续泵入支持下, 血液动力学稳定, 继续观察抢救, 3 h 后拔除气管插管, 经鼻吸氧, 生命体征平衡, 意识清楚, 呼吸困难主诉, 血氧饱和度维持在 95% 左右, 心率 82 次 $\cdot \text{min}^{-1}$, 血压 16/10 kPa 左右, 患者抢救成功。考虑术后突发病情变化, 出现呼吸困难及呼吸停止, 系利多卡因的不良反应所致。

利多卡因为临床上常用的中效酰胺类局麻药和 Ib 类抗心律失常药, 其通过抑制神经细胞膜的钠离子通道起到阻断神经兴奋与传导作用, 利多卡因对中枢神经系统具有兴奋和抑制的双相作用^[1]。利多卡因作为临床上常用的局麻药, 因其不良反应罕见, 且皮肤试验对预测本药的过敏反应的价值有限, 故一般不做用药前过敏试验。本病例先后两次因使用利多卡因凝胶剂局麻后出现呼吸困难, 其可能原因为: (1) 对呼吸中枢的抑制作用; (2) 诱发支气管痉挛, 气道阻塞, 使吸气相及呼吸相的通气时间均延长。因此, 对利多卡因的罕见严重不良反应引起重视, 特别是对老年患者应谨慎使用。

参考文献:

[1] 李家泰. 临床药理学[M]. 第 2 版. 北京: 人民卫生出版社, 1999. 896.

[收稿日期] 2005-01-22

[作者简介] 胡桃红, 男, 硕士, 副主任医师, 电话: 010-66343429, E-mail: taohonghu3429@yahoo.com.cn