

片剂中未发现苯酚峰。

表1 学生用核磁共振法和紫外分光光度法分析ASA片剂的典型结果

类 型	ASA %	
	紫外分析法 ⁺	核磁共振法
纯 ASA	100.0±0.3	100.0±0.4*
牌 号 A	75.2±0.4	76.4±0.3
牌 号 B (儿童用)	96.8±1.1	96.0±1.2
牌 号 C	82.3±0.4	80.5±0.6
牌 号 D	71.3±0.8	71.5±1.1
牌 号 E (含缓冲剂)	61.8±0.5	58.3±0.8

⁺ 参阅 The National Formulary, 14th ed., P. 46.

* 一个学生所做的结果运用三个最好的峰面积积分求得的标准差。

正如表1所示,运用核磁共振法所做的ASA分析,同通常使用的紫外法对比,结果是极佳的。核磁共振法分析的片剂平均误差是1.1%。

这项研究的提出,仅是作为运用核磁共振技术能够进行分析的一个典型例子。原则上,如果有适当的标准品,样品的浓度合适且峰的分离较好,任何分析都可采用这种方法。

[American Journal of Pharmaceutical Education 《美国药学教育杂志》, 42(3):290~291, 1978 (英文)]

郭寿卿译 张紫洞 李修禄校

应用特制薄层层析法避免类脂干扰分离药物的简易方法

Judith M. Bonicamp等

薄层层析法现已广泛地用以检测生物体液中的药物。此法在分析尿液标本时是成功的,但是在分析血样时却受到一些因素的限制。许多药物的血清治疗浓度都低于1 μg/ml,而在层析板上每一斑点检测限度需1 μg以上的药物,因此欲达到薄层检测浓度就需较多血样。除了这个因素以外,类脂的干扰也是一个因素。某些药物血清浓度高,本可以很快用薄层层析法加以检测,但由于在提取药物时某些类脂成份伴随药物进入有机相,类脂常会干扰药物的移动,同时由于许多检测试剂对药物和类脂同样染色,对药物和类脂无法分辨,这样类脂就会掩盖药物的检测。一个常用的除去类脂的方法是先有机溶剂提取血清,然后用稀酸或稀碱将药物转移到水相,再调节pH,浓缩及层析。这种方法工作量大,药物有损耗,且不是所有药物均能运用这种方法。本文介绍一种插入圆盘(disk)法加样,单向双展开快速薄层层析法,可以避免类脂干扰,从血样中检测药物。

实例之一是安宁(Meprobamate)，此药的治疗血清浓度为10—20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ，迁移值较大，容易受类脂干扰。具体方法是于pH 9萃取血清，将2 ml和3 ml水加到液液萃取管（专用毒物管）中，倒置混合一分钟，然后离心。于瓷板上加热浓缩样品，然后将其吸附到一个3.5mm直径的充满硅胶的玻璃微纤维介质的圆盘上（薄层板亦用同样材料制成）。如图1所示。将其插入薄层中央的两个小孔之一。另一个中央小孔是空的。其他四个小孔均填入用26种药物预先处理过的对照品。

第一相用3 ml低沸点的石油醚或正庚烷展开5—10cm。挥去有机溶剂，将点样圆盘转移到另一个中央小孔或另一块板上。再用第二相醋酸乙酯：甲醇：水(95:3.5:1.5容积)加上2 μl 浓 NH_4OH 展开；然后除去有机溶剂，分四步观察结果。首先将层析板暴露在甲醛蒸气中两分钟，再以Mandelin's试剂（200mg偏钒酸铵与250ml浓硫酸一起加热至盐生成完全即得）染色。其次是以水浸染。再次是在长波紫外光（366nm）下观察。最后是以改良的Dragendorff's试剂染色。如图II所示，两个中央小孔均为同样的样品，右面的点预先经过第一相展开，去除类脂的干扰，而左面的点没有经过这个步骤，层析结果也不一样，后者不能分辨药物。

这是一个有选择性的快速检出血液样品中药物的薄层方法。在第一相展开时，类脂等随石油醚展开，药物则留在原点。当用第二相展开时，除去了类脂的药物随展开剂展开，得到了很清晰的薄层图谱。除了安宁以外，扑热息痛、安定、安眠酮、非那西汀等均可用此法检测（见表1）。本法的不足之处是有时类脂在第一相展开时也会带走少量药物。

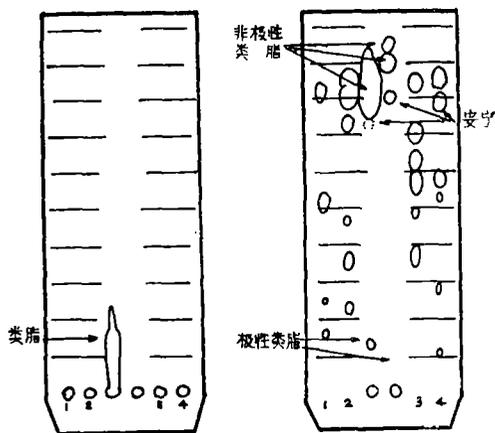


图 I 含安宁血样经处理后
经第一相石油醚展开，
四步显色之薄层图谱
(1.2.3.4.为对照品)

图 II 经第一相展开的安宁
血样(中右)及未经第
一相展开的血样(中
左)于第二相展开，
四步显色之薄层图谱

表1 双展开薄层层析技术在2ml血清中测定药物时所需的最低浓度

药物名称	治疗浓度($\mu\text{g/ml}$)	中毒浓度($\mu\text{g/ml}$)	检出界限($\mu\text{g/ml}$)
扑热息痛	2—13	30—300	15—20
卡马西平 (carbamazepine)	4—8	8—12	1
肌安宁 (carisoprodol)	—	37	5
安定	0.5—2.5	5—20	2.5
安宁	6—12	60—240	3
安眠酮	1—7	6—17	5
舒筋灵 (methocarbamol)	15—20	—	5
甲乙哌啶酮 (Methyprylon)	8—10	50—100	7.5
非那西汀	1—20	50—250	10

[Journal of Analytical Toxicology 《分析毒物学》, 5(11—12):261~263, 1981(英文)]
王洁之摘译 韩公羽校

· 文摘 ·

口服安定使静注安定所致的静脉炎复发

静脉给药包括皮渗盐水可引起静脉并发症,如注射部位疼痛、静脉炎及血栓性静脉炎。据报道,静注安定(注射用安定为pH 6.4—6.9,注射剂中含有40%丙二醇、10%乙醇、5%苯甲酸钠和苯甲酸作缓冲剂,1.5%苯甲醇作防腐剂)与此类静脉后遗症发生率较高是有关系的。静脉的大小、注射的速度、配制的溶剂、观察的时间以及确定反应的标准等,据认为对安定静脉注射后可能引起的静脉并发症都有影响。

作者讨论了一例静注安定而诱发静脉炎的病人,采用局部热敷炎症消退。消炎后三天,因口服一次剂量的安定而致静脉炎复发。

静注安定后所致静脉炎和其它局部并发症多在注射后24—48小时开始发生,可持续到几天至数周。静注安定引起静脉损伤的机理尚不清楚,提出的病因包括异物反应(由于稀释安定时所形成的沉淀)、丙二醇赋形剂及安定本身的化学刺激等。另一可能是由于机械刺激在静脉穿刺部位由套管造成的上皮损伤。Graham等给动物注射安定和丙二醇后结果发现有明显的血管损伤,包括明显的发炎。Driscoll等则假设局部血管并发症是由化学刺激引起的,但也夹杂其它未知因素,如迟发的过敏反应或某些其他类型的反应现象。

在与制造安定的药厂通讯后,发现象口服安定所致的静脉炎复发以前未报道过。可能是初期的静脉炎,仍处在恢复之中,由于口服安定干扰了这一临床症状不明显的痊愈过程,从而加重了静脉炎。

不久前,作者还报道了一个由青霉胺加重安定所致静脉炎的病例。作者认为,对于那些已知能产生局部血管副作用的药物(包括口服安定),在给近期发作过药源性静脉炎的病人使用时应特别小心,而且对这些病人要严密监护这类不良反应的发生。

[Drug Intell Clin Pharm 《药物知识和临床药学》, 17(2):125~126, 1983(英文)]

周龙祥译 张紫洞校