

精密度。

(三) 数据处理 采用 MCPKP 药动力学程序配对 t 检验 BA 法和 FPIA 法测定的血清药物浓度差别, 线性回归检验两种方法测定结果的相关性^[4]。

二、结果

用 BA 法和 FPIA 法测定 AMK 血药浓度的精密度见表 1, AMK 以 4mg/Kg 肌肉注射后所得 104 份血清标本经 BA 法测定的结果见表 2, 经 FPIA 法测定的结果见表 3, 血药浓度-时间曲线见附图 1。计算结果表明, FPIA 法测得的血药浓度数值显著高于 BA 法测得的结果 ($P < 0.01$), 但两组数据有良好的相关性, 线性方程为 $Y = 1.7755 + 0.9497X$ ($r = 0.9968$)。见附图 2。

三、讨论

BA 法和 FPIA 法是目前监测 AMK 血药浓度常用的两种方法。BA 法所需仪器设备较为简单, 费用较低, 测定过程较长, 在较低的 AMK 血药浓度时测定精密度较低; 而 FPIA 法依赖进口仪器和试剂盒, 支付费用

也较高, 由于我国目前经济尚不发达, 使其应用范围受到一定程度的限制, 但其操作方便, 测定迅速结果, 准确。因此, 两种方法各有优点和缺点。本研究证实, BA 法和 FPIA 法测定 AMK 血药浓度结果之间有良好的相关性, 提示该两种方法均可用于监测血清中的 AMK 浓度。

参考文献

- [1] Abstracts of 9th international congress of nephrology. Los Angeles USA. 1984: 353
- [2] Su Meijian, Chen Daiyong, Hu Ning. Change of auikacin pharmacokinetics in rabbits during the hyper metabolic phase after burns. Chinese Journal of Hospital Pharmacy. 1994: 2: 1
- [3] Jolley ME, Stroupe SD. Fluorescence polarization immunoassay I. Monitoring aminoglycoside in serum and plasma. Clinio Chemistry. 1981: 27: 1190
- [4] XIA WJ, CHENG ZR. MCPKP a microcomputer program specialized for pharmacokinetic analysis. Acta Pharmacologica Sinica. 1988. 9: 188

高效离子对液相色谱法测定促甲状腺激素释放激素 (TRH) 血药浓度的研究

柳正良 李名秀* 崔志平*

(第二军医大学药学院 上海 200433)

摘要 报告反相离子对高效液相色谱法测定兔血浆中促甲状腺激素释放激素 (TRH) 的浓度。采用 ODS 色谱柱, 流动相为 0.02NHAC : 乙腈 : 庚烷磺酸 (89.85 : 10 : 0.15), 流速 1.5ml/min, 检测波长为 220nm, 平均回收率 101.69%, RSD 为 1.28%。本法操作简便, 结果准确, 重现性好。

关键词 离子对; 高效液相色谱; 促甲状腺激素释放激素 (TRH); 血药浓度

The determination of thyotropin-releasing hormone in plasma by ion pair RP-HPLC

Liu Zhengliang, Li Mingxiu, Cui Zhipin

(College of Pharmacy, Second Military Medical University, Shanghai 200433)

ABSTRACT The method for the determination of Thyrotropin-Releasing Hormone in plas-

* 上海市医药公司

ma by ion pair RP-HPLC was studied. (column: ODS; mobile phase: 0.02mol/L HAC-acetonitril-sodium 1-heptanesulfonate (89.85 : 10 : 0.15); flow rate: 1.5ml/min; detector: UV 220nm. 0.1UFS. The average recovery was $101.69 \pm 1.31\%$. The relation coefficient reached 0.9998. The method was simple and gave correct result and better reproducibility.

KEY WORDS ION pair, RP-HPLC, thyrotropin-releasing hormone, plasma concentration

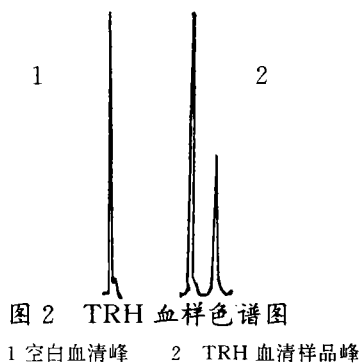
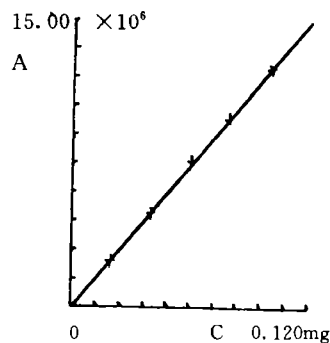


表 1 TRH 的回收率测定结果

编号	1	2	3	4	5	6
加入量(mg)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
测得量(mg)	0.5014	0.5165	0.5144	0.5032	0.5036	5.117
回收率(%)	100.3%	103.3%	102.9%	100.6%	100.7%	102.3%
$\bar{X} \pm RSD(\%)$	101.69 ± 1.31					
RSD(%)	1.28					

促甲状腺激素释放激素 TRH 是一种抗休克药, 副作用小, 疗效高, 是抗体克药中疗效比较满意的新药。其测定方法有 TLC、HPLC、RIA 等法。作者采用反相离子对高效液相色谱法, 在柱温 60 C 恒温情况下, 测定兔血浆中 TRH 的浓度, 优于其他两种方法。

一、仪器与试剂

(一) 仪器 Waters HPLC (510 泵, 740 数据处理机, 680 梯变仪, 490 紫外检测器)

(二) 试剂 乙腈 (色谱纯, FIUKa Switerland); 庚烷磺酸 (色谱纯, 天津化学试剂二厂); 甲醇 (色谱纯, 上海吴泾化工厂); 冰醋酸 (分析纯, 上海试剂一厂); 促甲状腺激素释放激素对照品 (上海生化研究所)。

二、色谱条件: 柱: Lichrosorb RP-18 (10 μ m, 250 \times 5mm); 柱温: 60 C; 流动相:

0.02NHAc- 乙腈- 庚烷磺酸 (89.85 : 10 : 0.15) 以孔径 0.50 μ m 微孔滤膜过滤, 超声脱气; 流速: 1.5ml/min; 检测波长为 220nm, 0.1AU/FS。

三、测定方法与结果

(一) 标准溶液的配制 精密称取 TRH 对照品适量, 用甲醇制成 1mg/ml 的溶液。

(二) 标准曲线制备 精密量取 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00ml 标准溶液分别置 10ml 量瓶中。用甲醇稀释至刻度, 摇匀。各进样 20 μ l。每一浓度重复进样 3 次。以峰面积 A (μ V) 为纵座标, TRH 浓度 C (mg/ml) 为横座标作标准曲线 (图 1)。

计算回归方程: $A = 1.249 \times 10^{-8} - 8.648 \times 10^{-4} \cdot Y = 0.9998$. 在 0.02~0.1mg/ml 范围内线性良好。

(三)回收率测定 精密量取标准溶液 0.5ml,加 1ml 血清于 15ml 离心管中、加硅藻土 1g,搅拌后精密加甲醇 10ml 摇匀。以转速 2500rpm 离心 20 分钟,取上清液用 0.5 μ m 微孔滤膜过滤,取滤液进样 20 μ l(重复进样 3 次),用外标法定量。结果见表 1。

(四)样品测定 按兔体重 5mg/Kg 剂量耳静脉给药,3 分钟后以股静脉插管取兔血浆 2~3ml,3000rpm 离心后,精取 1ml 血清,以下同回收率方法操作。结果见图 2。

四、小结

薄层扫描法测定四逆散口服液中芍药甙的含量

杨丽彬 姜晓析 靳宝峰 王 锦

(沈阳军区药检所 沈阳 110026)

摘要 本文采用薄层扫描法测定四逆散口服液中芍药甙的含量。在所试浓度范围内呈良好线性关系,标准曲线回归方程 $Y=448.7X-237.5$,相关系数 $r=0.9992$,其方法回收率为 98.18%,RSD 为 0.60%。

关键词 薄层扫描法,芍药甙,四逆散口服液

四逆散为传统祛邪解郁,疏肝理脾之和解类药,由枳实、白芍、柴胡、甘草四味中药组成。近年来,根据临床实验观察,其口服液比蝮蛇抗栓酶、藻酸双酯钠作用更全面,能显著地影响血液流变学参数,促进血液循环,降低血糖,还可调整神经机能,无明显的不良反应。为了保证临床用药安全有效,控制该药的内在质量,我们应用薄层扫描法,成功地测定了该药中主药有效成分芍药甙的含量,为复方制剂中芍药甙的含量测定提供了参考依据。

一、实验条件

(一)仪器与药品 CS-920 薄层扫描仪和显色装置,日本岛津;硅胶 G,青岛海洋化工厂;薄层自动铺板器,四川省中医研究所监制;标准微量毛细管,USA;芍药甙对照品,中国药品生物制品检定所提供;四逆散口服液,大连高等医学专科学校提供;其它试剂均

促甲状腺激素释放激素系抗休克新药。用反相离子对高效液相色谱法测定兔血浆 TRH 浓度,分离效果好,检测灵敏度高,结果准确,重现性好。可用于 TRH 血药浓度监测及药代动力学研究。

参考文献

- [1] Elot Spinel et al. Journal of Chromatography. 1979:175:198
- [2] E. C. Griffiths. Clinical science, 1987;73:449
- [3] Dennis Engler et al. Clin Inves, 1981;67:800

为 AR。

(二)层析及扫描条件 展开剂:氯仿-甲醇-乙酸乙酯-甲酸(20:10:2.5:0.2),以浓氨水饱和层析槽。硅胶 G 板(CMC-Na0.3%):15cm \times 15cm。上行展开,展距 10cm。显色条件。5%香草醛硫酸液,加热显色呈紫兰色斑点。扫描条件 $\lambda_s=583\text{nm}$,反射法锯齿扫描,SX=1,狭缝 2nm \times 2nm,背景 ON。

二、实验方法与结果

(一)线性化试验 精密称取芍药甙对照品适量,加无水醇溶解成 1mg/ml。溶液作为对照品溶液。以微量毛细管分别吸取 1,2,3,4,5 μ l。点于同一硅胶 G 板上,按前述条件展开,显色,扫描,测定。对照品含量 X 为横坐标,峰面积 Y 为纵坐标,在 1~5 μ g 之间呈直线关系,回归方程为 $Y=448.7\bar{X}-237.5$, $r=0.9992$ 。

(二)精密度试验 依法在同一块硅胶 G