

薄层扫描法测定痛炎速灵兔血浆浓度

冯玲玲 (河南省开封市第一人民医院, 开封 475000)

摘要 采用薄层扫描法测定兔血浆中痛炎速灵的浓度。方法的血浆平均回收率为 $98.23 \pm 5.36\%$, 检测限为 $0.3\mu\text{g}$, 线性范围为 $0.5 \sim 15\mu\text{g}$ ($r = 0.9975$)。痛炎速灵是非甾体抗炎镇痛新药。动物实验证明, 有明显抗炎镇痛作用^[1]。临床试用对风湿性和类风湿性关节炎有效^[2]。目前采用紫外分光光度法测定其血药浓度^[3]。本文建立了痛炎速灵兔血浆浓度的薄层扫描测定方法。

关键词 痛炎为灵 薄层扫描法

1 药品与仪器

痛速迷灵标准品, 批号 86004, 紫外法测得含量 100.3% (河南省医药工业研究所提供)。CS—920 型薄层扫描仪(日本岛津)。 $10 \times 20\text{cm}$ HSGF₂₅₄ 薄层板(山东烟台化工所)有机溶剂均为分析纯。

2 测定条件

2.1 扫描条件 吸收波长 $\lambda_s = 339\text{nm}$, 扫描速度 10mm/min , 扫描光板 $1.2 \times 1.2\text{mm}$ 。

2.2 标准曲线制备 以 15mm 间隔在薄层板上点样, 全部点完后, 再用约 $0.05\text{ml} 20\%$ 甲醇二氯甲烷洗管壁点于板上, 用甲醇:氯仿:氨水($12:30:1$)为展开剂, 60°C 斜线上行展开, 展距约 8cm 。斑点扫描后, 以吸收峰面积积分值对药量作图得标准曲线。

2.3 提取测定 准确吸收痛炎速灵标准液, 50°C 水浴流通 N_2 下吹干, 加空白血浆 0.5ml , 放置 15min

使其平衡, 加入 $\text{PH}6.43$ 的缓冲液 0.5ml , 摆匀, 再加 8ml 氯仿, 振摇 3min , 3500r/min 离心 5min , 取有机层 50°C 水浴流通 N_2 下吹干, 残渣用 20% 甲醇二氯甲烷溶解点样。同时每块板上定量点三个标准点, 扫描后得到的标准曲线进行直线回归, 当 $r \geq 0.99$ 时, 同板上的血浆样品未知浓度由校标准曲线回归方程 $Y = BX + A$ 求出; 若 $r < 0.99$ 时, 需重新取样分析。

3 结果

3.1 线性关系 痛炎速灵在点样量 $0.5 \sim 15\mu\text{g}$ 范围内线性关系良好, $r = 0.9975 \pm 0.003$, 回归方程中, $B = 671.89 \pm 113.01$, $A = -171.13 \pm 114.30$, $n = 3$ 。检出限为 $0.3\mu\text{g}$ 。

3.2 提取回收率 精确吸取 $1, 5, 10, 15\mu\text{g}$ 的痛炎速灵于空白血浆中, 按 2.2 项提取测定其药量。平均

回收率为 $98.23\pm 5.36\%$ 。变异系数为5.46%。

3.3 溶点稳定性 将同一块板放置10d后再扫描测定,比较两次测定结果的回归方程,其斜率基本不变,即展开后的薄层板可保存较长时间。

3.4 兔体内血药浓度测定

取健康家兔,禁食14h,耳静脉注射痛炎速灵100mg/kg,给药后从另一侧耳静脉取血,12h内采血12次,血浆样品按2.2项提取测定,求出不同时间兔体内血药浓度,绘制血药浓度—时间曲线。

4 讨论

试验表明,板间标准曲线的斜率变化不大,但截距变化较大,说明不同板间有一定差别,因此,我们采用同板标准曲线定量,克服板间造成的误差。

氯仿为提取剂时,强烈振摇,易产生乳化现象。严重影响回收率和样品测定的准确性,提取过程中,

振摇应适当。展开剂应临用新配,否则会影响测定结果。

使用本法测定免静脉注射痛炎速灵后的血药浓度,获得满意结果。由此可见,本法适用于痛炎迷灵药物动力学及生物利用度研究。

参 考 文 献

- 1 曾炎根,卢瑾,董娟等,抗炎-2号药理初步研究。河南医药,1984,4(6):391
- 2 李进禧,张达荣,俞国瑞等,痛炎速灵和炎痛喜康的临床疗效比较分析。新药与临床,1985,4(3):132
- 3 黄云志,郭兴杰。家兔血浆中抗炎-2号紫外分光光度法,中国药理通讯,1988,5(1):16