

薄层扫描法测定腰痛宁中麻黄碱的含量

Determination of the ephedrine content in Yaotongning with gracile scanning

李守拙¹, 韩建立², 李云霞²

LI Shou-zhuo, HAN Jian-li, LI Yun-xia

关键词 腰痛宁; 麻黄碱 Key words Yaotongning; Ephedrine

腰痛宁胶囊中,麻黄碱是其成分之一,为更加有效的控制该制剂的内在质量,特增加麻黄碱的含量测定。对腰痛宁胶囊中麻黄碱含量进行测定,可以有多种方法,如高效液相色谱法、容量法、分光光度法、薄层扫描法等。但本实验建立了薄层扫描法对腰痛宁胶囊中麻黄碱进行含量测定,认为是精确、可靠、灵敏、简便的测定方法。

1 材料与方

1.1 仪器、药品与试剂 岛津CS-930薄层扫描仪;瑞士产梅特勒AG-245型电子分析天平;腰痛宁胶囊为承德颈复康药业集团有限公司产品;盐酸麻黄碱购于卫生部生物制品检定所;高效硅胶G薄层板为烟台化工研究所产品;微量定量毛细管为美国Drummond Co.产品;其它试剂均为AR级。

1.2 实验条件的选择

展开剂的选择:经反复多次摸索,认为以氯仿-甲醇-浓氨水(10:2:0.1)展开效果较好,麻黄碱的R_f值为0.35,分离良好。

展开温度对分离的影响 用硅胶G薄层板及氯仿-甲醇-浓氨水(10:2:0.1)为展开系统,相同条件下分别在10℃、20℃、30℃下进行层析,多次实验表明在此温度范围R_f值均无显著影响。

波长选择:点盐酸麻黄碱对照品的甲醇溶液于高效硅胶G薄层板上,同前展开,喷1%的茚三酮乙醇溶液为显色剂。105℃烘干,以SX=3,狭缝1.2*1.2mm,在CS-930双波长薄层扫描仪上进行全波长扫描^[1],选择测定波长和参比波长。盐酸麻黄碱的最佳测定波长λ_s=520nm,参比波长为λ_R=600nm。

稳定性试验:点含0.1mg/ml盐酸麻黄碱对照品的甲醇溶液于高效硅胶G薄层板上,同前展开,显色后,以SX=3,狭缝0.4*0.4mm,于扫描仪上反射法锯齿扫描,在选定的测定波长和参比波长下每隔20min重复测定盐酸麻黄碱斑点的积分值,结果表明盐酸麻黄碱斑点在3h内测定基本稳定。稳定性试验的相对标准偏差为2.7%(n=9)。

线性范围和回归方程:点0.092mg/ml盐酸麻黄碱对照品的甲醇液0.5、1、2、4、6、8μl于高效硅胶G薄层板上,同前

展开,显色后测定,以积分值对点样量绘制标准曲线,计算回归方程。点样量在0.046~0.736μg范围内与积分值呈良好的线性关系。麻黄碱回归方程Y=1463X+206,r=0.9997

干扰因素考察:将不含麻黄的腰痛宁胶囊空白样品制成空白样品后,点样,展开后显色,在对照品的相对位置上,未发现不清晰的杂质斑点,以测定波长扫描无吸收,表明无干扰。

精密度试验:重复8次点0.092mg/ml盐酸麻黄碱对照品的甲醇液各2μl于高效硅胶G薄层板上,同前展开,显色后测定,RSD为1.86%(n=8)。

重复性试验:精密称取5份样品,按含量测定方法测定,以麻黄碱计RSD为2.3%(n=5)。

回收率试验:精密称取相应量的盐酸麻黄碱对照品,加入已知麻黄碱含量的腰痛宁胶囊样品中,按样品测定法提取,点样,展开后显色,测定回收率,平均加样回收率为99.7%,RSD=2.04%(n=5)。

1.3 样品测定 样品及对照品溶液的制备 取腰痛宁胶囊样品,取内容物2g,精密称定后于50ml碘量瓶中,精密加入20.00ml氯仿及0.3ml浓氨溶液,盖严后称定重量,室温下浸泡24h后再次称重,并补足所损失的氯仿液,摇匀后过滤,弃去初滤液,精密量取续滤液10.00ml,挥去氯仿,将残渣用甲醇溶解后并定容为1ml,作为供试品溶液。另取盐酸麻黄碱对照品,加甲醇制成每1mg含0.1ml的溶液。

薄层分离:分别吸取供试品溶液及对照品溶液各2μl,分别交叉点于同一高效硅胶G薄层板上,以氯仿-甲醇-浓氨水(10:2:0.1)展开,取出,晾干,喷以1%的茚三酮乙醇溶液,于105℃烘至斑点显色清晰,取出,在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶布固定,分离良好。

样品含量测定:照薄层色谱法进行(2000版中国药典一部附录VIB)扫描,波长:λ_s=520nm,λ_R=600nm,测定供试品吸收度积分值与对照品吸收度积分值,计算,即得。

2 结果

用前述方法对本厂生产的10个批号的腰痛宁胶囊进行麻黄碱含量测定,结果见表1。

3 讨论

通过试验认为该方法测定腰痛宁胶囊中麻黄碱含量的重复性好,比其它的测定方法简单快速,并且使用仪器检测又可减少人为的误差,因此认为可作为腰痛宁胶囊中麻黄碱的检

1. 承德医学院中药研究所,河北 承德 067000; 2. 承德颈复康药业集团有限公司

表 1 10 种批号腰痛宁胶囊麻黄碱含量测定

Tab 1 Determination of Ephedrine content of Yaotongning in 10 kinds of batch number

批号	取样量	麻黄碱含量(mg/粒)
030201	2.0012	0.25
030202	1.9921	0.26
030203	1.8978	0.24
030204	2.1003	0.28
030301	2.0421	0.27
030302	1.9382	0.23
030303	1.9218	0.23
030304	1.8992	0.22
030401	1.9287	0.23
030402	2.0079	0.27

测手段。

麻黄碱的药效明显,也有副作用,故麻黄碱含量的高低,可直接影响临床的用药安全,需严格控制含量。建议每粒腰痛宁胶囊中,麻黄碱的含量应控制在 0.16~0.32 mg/粒,即腰痛宁胶囊中麻黄原药材中麻黄碱的含量应为 0.8~1.6 之间,所以控制腰痛宁胶囊中麻黄碱的含量应在麻黄原药材及其腰痛宁胶囊成品两点来进行控制,以确保腰痛宁胶囊的内任质量。

参考文献

- 1 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典(一部). 北京: 化学工业出版社, 2000. 附录.

(收稿日期: 2003-08-12 本文编辑: 李为农)

• 骨伤护理 •

镇痛泵在骨科术后患者中的应用及护理措施

王玉娟

(107 医院创伤骨科中心, 山东 烟台 264002)

术后疼痛是机体对手术造成的组织损伤和机体动员各系统恢复损伤的一种复杂的生理反应。疼痛不但给患者带来了肉体上的和精神上的痛苦,而且也不利于疾病的恢复,使病人身心受到影响。现针对骨科 32 例术后病人使用镇痛泵过程需关注的护理问题浅谈如下。

1 临床资料

1.1 一般资料 本组 32 例,男 26 例,女 6 例;平均年龄 45 岁。胫腓骨折 10 例,腰椎间盘突出 7 例,股骨干骨折 5 例,股骨颈骨折 7 例,髌骨骨折 3 例。镇痛泵放置时间 48~72 h,镇痛效果均满意。

1.2 方法 32 例术后病人使用的镇痛泵由扬州市客乐医用器械厂生产,麻醉师依据病人疼痛情况预先设定适量药物于储液泵内,调整正常工作状态约 5 min 后,按手控键数次,等管内空气排尽后,同时药物渗出时自动给药,从而达到镇痛效果。

1.3 药物 布比卡因注射液 100 mg(20 ml);芬太尼注射液 0.2 mg(4 ml);氟派啶注射液 5 mg(2 ml),加入 0.9% 生理盐水 100 ml 稀释后用,为 24 h 维持量。

2 护理措施

2.1 硬膜外导管的管理 术后应保持硬膜外针孔部位的敷料清洁、干燥,避免硬膜外腔感染。导管固定在安全位置,以防止滑脱,影响药物输入。保持导管通畅,确保药物的有效发挥。

2.2 副作用的观察

2.2.1 恶心、呕吐的预防及护理 主要是药物作用引起的,本组病例中有 2 例。轻者护理上做好解释工作,消除病人的心理顾虑,反应明显时遵医嘱给予止吐药物,以缓解症状。同时保持好呼吸道通畅及口腔清洁。

2.2.2 尿潴留的预防及护理 硬膜外腔或静脉应用麻醉性镇痛药物可降低膀胱副交感神经兴奋性,加重骶髓副交感神

经的抑制,导致尿潴留。一般发生在术后 1~2 d 内。我们一般在术前给予病人留置导尿管,术后的镇痛期间严密观察尿液的颜色、量、性状,必要时遵医嘱给予 0.1 mg 纳络酮分次静脉注射。留置的导尿管应在镇痛泵结束之后,同时注意护理,防止泌尿系感染。本组病例中有 3 例尿潴留的发生,无泌尿系感染的发生。

2.2.3 腹胀、便秘的预防及护理 由于麻醉、手术及术后的镇痛药物的作用,使患者胃肠蠕动减弱,胃排空延迟,使便意迟钝,因而易产生腹胀、便秘。护理易给予进食易消化的半流质饮食,定时按摩腹部,促进肠蠕动,必要时遵医嘱给予缓泻剂。本组病例中有 5 例均有不同程度的腹胀,经对症处理后,症状消失。

3 并发症的预防及护理

3.1 压疮的预防及护理 硬膜外腔应用麻醉镇痛药物后,感觉运动神经传导障碍,肌肉张力降低,对疼痛、压痛及体位不适的反应不敏感,加之术后卧床时间长,所以很容易出现压疮。术后加强皮肤护理,按时 1~2 h 翻身扣背 1 次,预防压疮及坠积性肺炎的发生。按摩骨隆突部位,肢体的被动活动,同时翻身时应注意各种导管,防止滑脱。

3.2 下肢静脉血栓的预防及护理 由于病人卧床不动及硬膜外腔镇痛药物的应用,双下肢运动神经传导及疼痛反射均受到抑制,血流变缓,易形成下肢深静脉血栓,因此注意下肢感觉及运动,使肢体被动活动,防止血栓形成。

3.3 呼吸抑制的预防及护理 呼吸抑制是较为严重的并发症,发生在术后 1~2 h 内,病人常表现为意识状态的改变,嗜睡,呼吸深度减弱。因此,需严密监测病人的呼吸、脉搏、血压,一旦呼吸频率 < 10 次/min,即为呼吸抑制,需及时汇报医师,必要时备好急救复苏设备和抢救治疗药品。

自控镇痛泵虽有一定的副作用及并发症,但通过临床应用表明,只要预防及时,措施到位是可以避免的。

(收稿日期: 2003-05-28 本文编辑: 王宏)