

氨力农在胶束溶液中的极谱特性

朱明芳 龙 宁

张正奇

(广东药学院药科学院, 广州 510006) (湖南大学化学化工学院, 长沙 410082)

摘要 在 pH 值为 4.1 的 HAc - NaAc 缓冲溶液中, 氨力农于 -1.37 V 处产生一灵敏的示波极谱峰, 当有 0.0010% Tween - 60 存在时, 峰电流显著增大, 在 $5.5 \times 10^{-8} \sim 2.8 \times 10^{-5}$ mol/L 范围内, 峰高与浓度呈良好的线性关系, 检测下限为 6.0×10^{-9} mol/L, 相关系数 $r = 0.9980$ 。利用此峰测定了血清中的氨力农, 加标回收率为 97.5% ~ 103.0%, 测定结果的相对标准偏差 RSD 不大于 5%。利用电毛细管曲线、换液实验以及循环伏安法对氨力农的机理进行了探讨。

关键词 氨力农 极谱法 胶束溶液 测定

氨力农(amrinone, 简称 AMR)是双吡啶类化合物, 属于非甙非儿茶酚胺类强心药。具有增强心肌收缩性和直接扩张血管的功能。文献报道的氨力农的测定方法有永停滴定法^[1]、紫外分光光度法^[1]、高效液相色谱法^[2-4]和示波极谱法^[5]等。笔者研究了氨力农在胶束溶液中的极谱行为, 利用示波极谱峰测定了血清中的氨力农, 该方法与文献方法相比较, 灵敏度高, 检测限低, 适于血清中微量氨力农的测定。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

示波极谱仪:JP - 1A型(成都仪器厂),经本室改装;

悬汞电极:JM - 01型,江苏电分析仪器厂;

溶出分析仪:MP - 2型,山东电讯七厂有限责任公司;

滴汞电极(工作电极)、饱和甘汞电极(参比电极)、铂电极(对电极)、pHS - 25 数显 pH 计:上海精密科学仪器有限公司;

氨力农标准溶液: 5.0×10^{-3} mol/L。准确称取 0.0467 g 氨力农, 溶于 2 mL 0.10 mol/L HCl 溶液中, 用水稀释至 50 mL, 贮于棕色容量瓶中, 置于冰箱中保存;

Tween - 60 溶液:0.010%。准确称取 0.050 g Tween - 60 溶于适量水中, 稀释至 500 mL, 摆匀;

HAc - NaAc 缓冲溶液:pH = 4.1;

实验所用其它试剂均为分析纯;

实验用水为二次蒸馏水。

1.2 实验方法

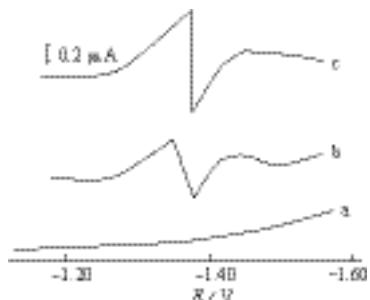
移取 2.0 mL HAc - NaAc 缓冲溶液, 加入 1.0 mL Tween - 60 溶液, 适量氨力农标准溶液后混合均

匀, 稀释至 10 mL, 以 -0.1 V 为起始电位, 测定 -1.37 V 处的导数极谱波。

2 结果与讨论

2.1 氨力农的导数示波极谱波

在 HAc - NaAc 缓冲溶液中, 氨力农产生一灵敏的示波极谱波, 如图 1 所示。由图 1 可以看出, 波形稳定性良好。当有 0.0010% Tween - 60 溶液存在时, 峰电流显著增大, 峰电位为 -1.37 V; 在 $5.5 \times 10^{-8} \sim 2.8 \times 10^{-5}$ mol/L 范围内, 极谱峰高与氨力农的浓度呈良好的线性关系, 检测下限为 6.0×10^{-9} mol/L。



a—0.15 mol/L HAc - NaAc, 0.0010% Tween - 60;
b—0.15 mol/L HAc - NaAc + 2.8×10^{-6} mol/L AMR;
c—a + 2.8×10^{-6} mol/L AMR

图 1 氨力农的导数示波极谱波

2.2 实验条件的选择

2.2.1 酸度和缓冲溶液

通过试验发现, 当 pH < 1.5 或 pH > 8.0 时, 氨力农不产生极谱波, pH 在 3.0 ~ 5.0 时, 峰高较高且稳定。试验了 Britton - Robinson、磷酸盐、HAc - NaAc 等缓冲溶液对氨力农导数示波极谱峰高的影响, 发现以 HAc - NaAc 缓冲溶液的效果最佳。因此

本实验选择 HAc - NaAc 为缓冲溶液, pH = 4.1。

2.2.2 支持电解质

试验了 KNO_3 、 NaCl 、 KCl 等支持电解质对氨力农导数示波极谱峰高的影响, 当溶液 pH 值为 1.5 ~ 2.5 时, KNO_3 、 NaCl 、 KCl 等均使峰高增加, 但当溶液的 pH 值为 3.0 ~ 5.0 时, 上述 3 种电解质对峰高影响不大, 本实验选择不加支持电解质。

2.2.3 表面活性剂

研究了 OP、Tween - 60、Tween - 80、Triton X - 100、SLS、CTMAB、四甲基溴化铵及四乙基溴化铵等表面活性剂对氨力农的导数示波极谱峰高的影响。其中 OP、Triton X - 100 对峰高无影响; SLS、CTMAB、四甲基溴化铵及四乙基溴化铵使峰高降低; Tween - 60、Tween - 80 使峰高增加, 以 Tween - 60 为最佳。因此本实验选择 Tween - 60 为表面活性剂, 其浓度为 0.0010%。

2.2.4 温度

氨力农的导数峰高与其温度有关。当温度 $T < 20^\circ\text{C}$ 时, 峰高降低; 当温度 $T > 38^\circ\text{C}$ 时, 峰高随温度的升高迅速降低; 当温度在 20 ~ 38℃ 之间时, 峰高最高且稳定, 本实验选择氨力农的温度为室温。

2.3 线性方程和检测限

在最佳实验条件下, 氨力农浓度 (x) 在 $5.5 \times 10^{-8} \sim 2.8 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$ 范围内与导数极谱峰高 (y) 呈良好的线性关系, 在 $5.5 \times 10^{-8} \sim 1.1 \times 10^{-6} \text{ mol/L}$ 范围内, 回归方程为 $y = 0.79x + 0.010$, 相关系数 $r = 0.9980$; 在 $1.1 \times 10^{-6} \sim 2.8 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$ 范围内, 回归方程为 $y = 0.030x + 0.089$, 相关系数为 $r = 0.9980$ 。检测下限为 $6.0 \times 10^{-9} \text{ mol/L}$ 。

2.4 干扰实验

在 $2.8 \times 10^{-6} \text{ mol/L}$ 的氨力农溶液中, 在 $\pm 5\%$ 误差范围内, 10 倍的 Fe^{3+} , 1000 倍的 K^+ 、 Na^+ 、 NO_3^- 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 ClO_4^- 不干扰实验, 通常 Ni^{2+} 在溶液中较少存在, 对实验无干扰。

2.5 样品测定

取模拟血清 0.60 mL, 加入 6 mL 乙酸乙酯, 移入比色管中, 充分振荡, 转入 10 mL 离心管中, 以 6000 r/min 离心 10 min, 把上层清液倒入 10 mL 小烧杯中, 在 50℃ 水浴中将乙酸乙酯蒸干。残留物用 1.50 mL HAc - NaAc 缓冲溶液溶解, 稀释至 10 mL。按照实验方法, 记录 -1.37 V 处的导数示波极谱峰高, 用标准加入法定量, 同时做回收试验, 测定结果列于表 1。

表 1 血清中氨力农的测定及回收试验结果 ($n=3$)

样品编号	本底值/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	加入量/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	测得量/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	回收率/%	RSD/%
1	0.16	2.00	2.12	98.0	3.1
2	1.67	4.00	5.80	103.0	2.5
3	3.00	8.00	10.80	97.5	4.3

2.6 机理研究

2.6.1 电毛细管曲线

图 2 为安力农的电毛细管曲线, 由图 2 可以看出, 氨力农 - HAc - NaAc 体系的电毛细管曲线 (b) 高于底液的电毛细管曲线 (a), 但是在氨力农的峰电位附近, 氨力农 - HAc - NaAc 体系的电毛细管曲线迅速降低并且往里面收, 低于底液的电毛细管曲线, 表明氨力农在汞电极上有强烈的吸附; 氨力农 - Tween - 60 - HAc - NaAc 体系的电毛细管曲线 (d) 低于 HAc - NaAc - Tween - 60 的曲线 (c), 表明 Tween - 60 的存在能使氨力农在汞电极上的吸附性增强。

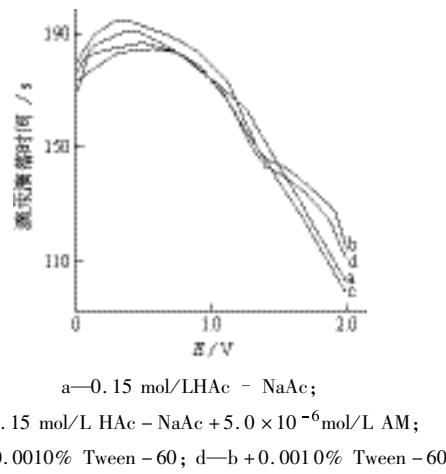


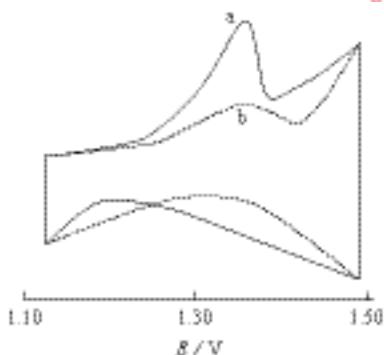
图 2 氨力农的电毛细管曲线

2.6.2 换液试验

JM - 01 悬汞电极, 固定汞滴大小, 进行换液试验。富集、漂洗、换液后, 氨力农在 Tween - 60 - HAc - NaAc 底液中的峰电流 ($0.108 \mu\text{A}$) 明显大于在 HAc - NaAc 底液中的峰电流 ($0.089 \mu\text{A}$), 表明氨力农在胶束溶液中被汞强烈吸附, 这与电毛细管曲线的结果相一致。氨力农的常规脉冲极谱图呈峰形, 表明氨力农在汞电极上的吸附为反应物吸附。

2.6.3 循环伏安法

图 3 为氨力农的循环伏安图, 从图 3 可以看出, 第 1 次扫描峰电流比第 2 次高, 表明氨力农在汞电极上吸附, 与电毛细管曲线及换液实验一致。在还原分支上有还原峰, 而在氧化分支上无氧化峰, 表明氨力农在电极上的反应为不可逆反应。



a—第1次扫描; b—第2次扫描
图3 氨力农的循环伏安图

3 结语

以含有 0.001 0% Tween - 60, pH 4.1, 0.15 mol/L HAc - NaAc 缓冲溶液为底液, 测定血清中痕

量的氨力农, 灵敏度高, Tween - 60 具有增敏作用。该法操作简便, 分析速度快, 检测限低, 精密度好, 准确度高。

参 考 文 献

- [1] 国家药典委员会. 中国药典(二部)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2000: 609.
- [2] 栾成章, 庞靖, 王尊文. HPLC 法测定氨力农对照品的色谱纯度[J]. 齐鲁药事, 2006, 25(1): 23-24.
- [3] 王波, 徐志洲, 周木阳. 氨力农及其有关物质的 HPLC 测定[J]. 中国医药工业杂志, 2004, 35(9): 551-552.
- [4] Pappas J B, Allen E M, Ross M, et al. HPLC micromethod for amrinone and metabolites in patients receiving concurrent cephalosporin therapy[J]. Clin Chem, 1996, 42(5): 761-765.
- [5] 张成志, 李永如, 徐变珍. 氨力农的极谱测定及其电化学行为[J]. 分析化学, 1997, 25(10): 1185-1188.

PALARGRAPHIC CHARACTERISTIC OF AMRINONE IN COLLOIDAL SOLUTION

Zhu Mingfang, Long Ning

(College of Pharmacy, Guangdong Pharmaceutical University, Guangzhou 510006, China)

Zhang Zhengqi

(College of Chemistry and Chemical Engineer, Hunan University, Changsha 410082, China)

ABSTRACT In a pH 4.1, 0.15 mol/L HAc - NaAc buffer solution containing 0.001 0% Tween - 60, amrinone yielded a sensitive polarographic wave at -1.37 V. The peak height was linear with its concentration in the range of 5.5×10^{-8} - 2.8×10^{-5} mol/L and with a detection limit of 6.0×10^{-9} mol/L, and correlation coefficient was 0.9980. The proposed method applied to the determination of trace amounts of amrinone in serum samples. The electrochemical behavior and reaction mechanism of amrinone were discussed.

KEYWORDS amrinone polarography, colloidal solution, determination

我国将建立饮用水卫生监测网络

不久前, 从卫生部获悉, 我国即将在北京、黑龙江、上海、江苏、浙江、湖南、广东等七省市建立饮用水水质与水性疾病监测点, 试行监测数据网络直报, 开展城市饮用水卫生监测网络试点工作, 此举意味着我国将逐步建立健全饮用水卫生监测网络。

据介绍, 试点工作包括对市政供水单位出厂水、末梢水与二次供水水质监测, 自建设施供水单位出厂水水质监测, 当地水性疾病相关资料收集与水性疾病监测, 监测信息网络直报系统运行以及饮用水卫生监督信息公示等。试点地区饮用水水质监测与水性疾病监测应当同步进行, 水质监测点尽可能与重点传染病监测点、慢性病相关危险因素监测点吻合。通过传染病监测网、城市全死因疾病监测点以及公众投诉热线等途径, 收集城市水性疾病发生情况和相关资料, 经进一步调查、分析、整理, 建立水性疾病监测数据信息库, 形成水性疾病监测网络, 掌握水性疾病状况。

水性疾病监测内容主要包括: 经水传播的肠道传染病(如伤寒、霍乱、痢疾等)监测; 肿瘤及慢性非传染性疾病死因监测; 突发性饮水污染引起的急性化学中毒监测; 饮水所致的地方病监测; 可能经水引起的其它疾病监测。 (李)

净水器行业国标制定工作启动

全国家用电器标准化技术委员会在浙江省慈溪市宣布, 全国家用电器标准化技术委员会净水器及其系统标准化工作组正式成立, 《家用及类似用途净水器》国家标准的制定工作同时启动。这是继冷热饮水机国家标准制定工作去年启动后, 又一个着手制定的国家标准。由宁波沁园集团有限公司担任组长的全国家用电器标准化技术委员会净水器及其系统标准化工作组, 其成员单位由宁波市产品质量监督检验所、美的集团有限公司、奇迪电器集团有限公司、中国疾病预防控制中心环境与健康相关产品安全所、浙江省卫生监督所等卫生部门、检测中心、行业代表组成。

据了解, 在美国、日本等国, 净水器的普及率已达 70%, 而我国上海、北京等地净水器家庭拥有率尚不足 15%。虽然净水器在国内市场潜力巨大, 但标准的缺失使净水器行业发展出现混乱。许多净水器产品标出的概念如“亲水膜”、“纳米膜”、“纯晶技术”、“数码过滤”等, 一些原材料不合格、技术不过关的伪劣产品在市场上鱼目混珠。这给消费者的健康埋下隐患。此次制定净水器国家标准, 将整合行业内现存的不同标准, 同时借鉴美国、日本、德国等国标准和经验, 争取年底前完成《家用及类似用途净水器》国家标准。(志)