

与峰面积呈良好的线性关系。

2.2.3 精密度试验 取由乙醇做溶剂的对照品溶液,重复进样 5 次,对照品峰面积值的 RSD 值符合药典规定(不得大于 10%)^[2],表明本仪器及试验精密度良好。

2.2.4 稳定性试验 由于是乙醇做溶剂,考虑到乙醇的挥发性,本样品最好是临用新配。

2.2.5 加样回收试验 精密称定盐酸甲基麻黄碱 1 g(已知无二甲苯)(5份)分别置 10 mL 量瓶中,再精密称取对照品 2.17 mg,置上述量瓶中,加乙醇适量,超声 20 min,放冷,用乙醇并稀释至刻度,摇匀,过滤,取滤液,作为供试品溶液;再精密称取二甲苯适量,加

乙醇制成 $217 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液,作为对照品溶液;分别精取上述两种溶液 $1 \mu\text{L}$ 注入气相色谱仪,计算回收率。回收率在 99.89%,RSD 为 0.59%,结果满意。结果见图谱 2。

3 讨论

由于取样量大,在溶解时进行超声后仍有可见固体盐酸甲基麻黄碱存在,并不影响结果(因为二甲苯已完全溶解在乙醇里),将固体过滤掉,取滤液备用。

参考文献

- [1] 国家药典委员会.《国家药品标准》.第五册[S].2002:205.
[2] 国家药典委员会.《中国药典》.2005年版.二部[S].附录 P54.

硫酸庆大霉素薄层色谱鉴别的改进

马丽娟,王澜,朱会琴(宁夏区药品检验所,银川 750001)

中图分类号:921.2 文献标识码:A 文章编号:1009-3656(2010)-1-52-2

Improvement on the Identification of TLC for Gentamicin Sulfate

Ma Li-juan, Wang Lan, Zhu Hui-qin(Ningxia Institute for Drug Control, Yinchuan 750001)

硫酸庆大霉素是氨基糖甙类抗生素,其薄层色谱鉴别采用三氯甲烷-甲醇-浓氨溶液(1:1:1)^[1-3]混和,放置 1 h,分取混和溶液的下层溶液为展开剂,操作烦琐,费时;展开后,标准品和供试品溶液的主斑点比移值 R_f 极小(0.036~0.13),各斑点间分离较差,斑点拖尾严重,即使展开时间长,分离效果也不理想。因此对其薄层色谱鉴别进行了如下的改进,改进后的硫酸庆大霉素薄层色谱鉴别各主斑点较清晰,比移值大,分离效果好。

1 仪器与试剂

硫酸庆大霉素标准品(中国药品生物制品检定所,0326-9713);硫酸庆大霉素注射液(四个厂家共六个批号),硫酸庆大霉素片(三个厂家共三个批号),硫酸庆大霉素碳酸铋胶囊(一个厂家共三个批号);硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂分厂,五个批号);三氯甲烷、甲醇、浓氨溶液(25%~28% $\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ 、乙酸乙酯、二乙胺均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱条件

展开剂为甲醇-浓氨溶液-三氯甲烷(12:7:5);薄层板:50 mm \times 200 mm 或 100 mm \times 200 mm 硅胶 G 薄层板;105 $^{\circ}\text{C}$ 活化 2 h,在碘蒸气中显色。

2.2 溶液的制备

2.2.1 标准品溶液的制备 取硫酸庆大霉素标准品适量,加水溶解,制成每 1 mL 中含庆大霉素 5 mg 的溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 分别取硫酸庆大霉素注射液、硫酸庆大霉素片细粉(如为糖衣片,取除去糖衣的细粉),硫酸庆大霉素碳酸铋胶囊内容物适量,加水稀释或振摇溶解过滤,制成每 1 mL 中含庆大霉素 5 mg 的溶液。

2.3 展开剂的选择

取标准品溶液、供试品溶液各 $1 \mu\text{L}$,点样,分别在甲醇-浓氨溶液-三氯甲烷(12:7:5)、三氯甲烷-甲

作者简介:马丽娟,女,助理学士。学科及研究方向:药品检验。联系电话:13409597902。

醇-浓氨溶液(1:1:1)混合溶液的上层和下层、三氯甲烷-甲醇-浓氨溶液(20:13:10)的下层^[4]、乙酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(5:12:7)、甲醇-二乙胺-乙酸乙酯(12:7:5)、甲醇-浓氨溶液-三氯甲烷-水(4:2:1:1)^[4]、甲醇-浓氨溶液-乙酸乙酯(12:7:5)等展开剂中展开,其中甲醇-浓氨溶液-三氯甲烷(12:7:5)、甲醇-浓氨溶液-乙酸乙酯(12:7:5)展开剂较好,薄层板上至少可看到三个主斑点,各斑点分离较好, R_f 值在0.32~0.45,前者展开剂较后者更好,最后采用甲醇-浓氨溶液-三氯甲烷(12:7:5)为展开剂;其他展开剂展开后,或者各斑点 R_f 值较小或斑点分离不好,薄层板上只能分离看到一个或两个斑点。

2.4 点样浓度的选择

取标准品溶液 40, 20, 10, 5, 2.5, 1, 0.5, 0.2, 0.1 $g \cdot L^{-1}$ 各 1 μ L,点样。从薄层板上的结果可看出:40, 20 $g \cdot L^{-1}$ 的浓度斑点拖尾严重,斑点间分离较差;10, 5, 2.5, 1, 0.5 $g \cdot L^{-1}$ 的浓度斑点,其拖尾现象随点样浓度降低有所改善,斑点间分离较好;0.2, 0.1 $g \cdot L^{-1}$ 的浓度显色后斑点颜色很淡,可看到三个斑点,斑点间分离较好,稍放置一下,斑点颜色消失的较快,0.2 $g \cdot L^{-1}$ 为薄层鉴别的最低检出浓度。综合考虑斑点拖尾、显色后斑点颜色深浅及放置一下斑点颜色的变化采用 5 $g \cdot L^{-1}$ 的浓度作为薄层鉴别的浓度。

2.5 硅胶 G薄层板的活化时间的选择

比较了买来的不同批号的硅胶 G薄层板及自制硅胶 G薄层板于 105 $^{\circ}$ C 活化 30 min, 1, 2 h,有的批号的薄层板活化 30 min, 1, 2 h展开显色后的结果无明显变化,有的批号的薄层板活化 2h展开显色后的结果较好。因此硅胶 G薄层板活化采用 2 h。对自制硅胶 G薄层板、高效 G板、不同批号的硅胶 G薄层板进行了试验,各硅胶 G薄层板的展开显色结果差别不大,仅高效 G板(3 cm \times 10 cm)展开较快,30 min。

2.6 展开时间的选择

比较了展开 30 min, 1, 1.5, 2, 2.5 h,展开 30 min, 1 h后斑点间分离差,仅看到两个斑点,且拖尾;展开 1.5, 2, 2.5 h后斑点间分离较好,可看到 3 或 4个斑点,各斑点较好。因此选择展开 1.5~2 h。建议采用 50 mm \times 150 mm 或 100 mm \times 150 mm 的硅胶 G薄层板,展开距离(从基线至展开剂前缘的距离)最少在 11. cm 以上,各斑点分离较好。

2.7 样品的薄层鉴别

分别取疏分离酸庆大霉素注射液、片、硫酸庆大霉素碳酸铋胶囊样品,加水制成 5 $g \cdot L^{-1}$ 的溶液点

样,点样量为 1 μ L。结果见图 1。

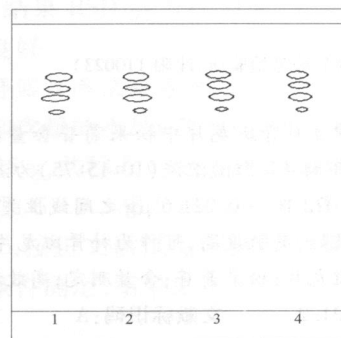


图 1 硫酸庆大霉素薄层色谱鉴别图

1. 硫酸庆大霉素注射液; 2. 硫酸庆大霉素片; 3. 庆大霉素标准品; 4. 硫酸庆大霉素碳酸铋胶囊(图中上面 3个斑点颜色较深,是主斑点;下面的斑点颜色较浅,点样浓度低时,此斑点颜色特别的浅或没有)

3 讨论

庆大霉素是发酵提取物,其发酵液主要含庆大霉素 C复合物 C_1 、 C_{1a} 、 C_2 、 C_{2a} ,尚有少量次要成分, C_1 、 C_{1a} 、 C_2 、 C_{2a} 结构极其相似, C_{2a} 为 C_2 的同分异构体。药典薄层鉴别方法展开剂配制麻烦,要分取下层液,展开显色斑点分离差,斑点拖尾,主斑点比移值 R_f 极小。本文采用的薄层鉴别方法展开剂配制方便,展开显色三个主斑点分离较好,斑点较圆整,比移值 R_f 合适。硫酸庆大霉素注射液、片、硫酸庆大霉素碳酸铋胶囊样品同厂家不同批号薄层鉴别显色结果相同,不同厂家薄层鉴别显色斑点数不尽相同,其共同的是都有三个颜色清晰的主斑点,有的厂家浓溶液如 20 $g \cdot L^{-1}$ 的显色斑点除三个主斑点外,还有一或三个颜色较淡的斑点,表明生产厂家间工艺或加入的辅料不尽相同。陈世仁^[13]采用的 TLC法分析庆大霉素组分的展开剂与《中国药典》2005年版相同,配制麻烦,主斑点 R_f 值都较小,展开分离效果不好。连胜田^[15]采用的 TLC法,薄层板要采用 15% (V/V)甘油水溶液铺板,展开剂也采用下层,配制麻烦。本文展开剂按比例配好,不需分离下层溶液,铺板采用常规法,无特殊要求。

参考文献

- [1] 国家药典委员会.《中国药典》.2005年版.二部[S].2005:718,730,736.
- [2] BP[S].2000.Vol. :748.
- [3] 陈世仁.薄层紫外分光光度法测定庆大霉素组分[J].药物分析杂志,1985,1(6):342-344.
- [4] USP/NF30[S].1372,2220.
- [5] 连胜田.庆大霉素组分的分离与测定[J].药物分析杂志,1985,1(5):283-284.