

注射用青霉素钠的 X 射线衍射分析

刘广桢, 胡文红, 杨娜(山东省药品检验所, 济南 250101)

摘要: 目的 建立注射用青霉素钠的新鉴定分析方法。方法 应用 X 射线衍射分析方法, 对不同来源的注射用青霉素钠共 5 批进行 X 射线衍射分析鉴别。结果 注射用青霉素钠的 X 射线衍射图谱中均可检出青霉素钠的特征峰。结论 X 射线衍射分析可用于注射用青霉素钠的鉴定。

关键词: 注射用青霉素钠; X 射线衍射

中图分类号: R917.795

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2011)01-0076-03

X-ray Diffraction Analysis of Penicillin G Sodium for Injection

LIU Guangzhen, HU Wenhong, YANG Na(*Shandong Provincial Institute for Drug Control, Ji'nan 250101, China*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To develop a new identification and analysis method of penicillin G sodium for injection.

作者简介: 刘广桢, 男, 硕士, 主管药师

Tel: (0531)81216550

E-mail: l_guangzhen@yahoo.com.cn

METHODS Using the method of X-ray diffraction for the analysis and calculation of five samples of different sources of penicillin G sodium for injection. **RESULTS** The X-ray diffraction pattern of penicillin G sodium for injection was obtained. **CONCLUSION** The identification of penicillin G sodium for injection can be accomplished with X-ray diffraction. **KEY WORDS:** penicillin G sodium for injection; X-ray diffraction

青霉素对溶血性链球菌、肺炎链球菌、肠球菌、淋病奈瑟菌、脑膜炎奈瑟菌、白喉棒状杆菌、炭疽芽孢杆菌、牛型放线菌、念珠状链杆菌、李斯特菌、钩端螺旋体具有抗菌作用。青霉素适用于敏感细菌所致各种感染,如脓肿、菌血症、肺炎、心内膜炎、咽炎、扁桃体炎、猩红热、丹毒、蜂窝织炎、肺炎、中耳炎、脑膜炎、炭疽、破伤风、梅毒、钩端螺旋体病、回归热和白喉等。

为保证药品质量,确保临床疗效,运用现代分析仪器对其分析鉴别研究有着重要意义。由于粉末 X 射线衍射分析在鉴别药品质量方面有快速、简便、准确、图谱信息量大和指纹性强的特点,在物质的定性和结构分析方面得到广泛应用。美国药典、英国药典、欧洲药典、日本药典和中国药典均收载了 X 射线衍射法^[1-5],其中美国药典中琥乙红霉素、氨磷汀、注射用氨磷汀、卡马西平、盐酸金刚乙胺、吡哌美辛、盐酸普罗替林、利托那韦、镁加铝、醋酸对氟米松等品种采用了 X 射线衍射法鉴别^[2],方法简便、快速、准确。国外,Neelima 等^[6]利用 X 射线衍射法成功鉴别了对乙酰氨基酚片、氨苄西林胶囊、盐酸氯氮草胶囊、磺胺甲噁唑-甲氧苄啶片、阿司匹林-对乙酰氨基酚-咖啡因片及氧化锌软膏,而且对同种药物的不同物相状态也能进行区分。国内,兰静等^[7]利用 X 射线衍射法成功对利福平原料、胶囊及片剂进行了鉴别,并且能区分出不同的晶型。但目前尚未见 X 射线衍射法鉴别注射用青霉素钠的相关报道。本实验运用 X 射线衍射法对注射用青霉素钠进行鉴定研究,利用 X 射线衍射指纹图谱可以很直观地鉴别出青霉素钠,该方法准确、简便、快速。

1 仪器与材料

D8 ADVANCE 型 X 射线衍射仪(德国布鲁克公司)。注射用青霉素钠样品为市售 5 个不同厂家生产的样品(哈药集团制药总厂,批号: A071204406;山东瑞阳制药有限公司,批号: 07091801;华北制药股份有限公司,批号: S0604303;山东鲁抗医药股份有限公司,批号: S071215;兖州市尔康

泰药业有限公司,批号: 0804199)。

2 方法与结果

2.1 实验条件扫描方式

Cu 靶, $K\alpha$ 辐射,管压 40 kV,管流 40 mA,发散狭缝 1.0 mm,防散射狭缝 1.0 mm,接收狭缝 0.1 mm,扫描范围 $2\sim 50^\circ$,步长 0.02° ,每步计时 0.1 s。

2.2 样品测定

取样品研细后置样品架上直接压平后,置于 X 射线衍射仪中测定,得到 X 射线衍射图谱。

2.3 实验结果

实验数据以晶面间距 $d(\times 10^{-1}\text{nm})$ 和衍射相对强度 $I/I_0(\%)$ 表示,记为 $d/(I/I_0)$ 。相应的 X 射线衍射图谱见图 1,相应的衍射峰值如下:

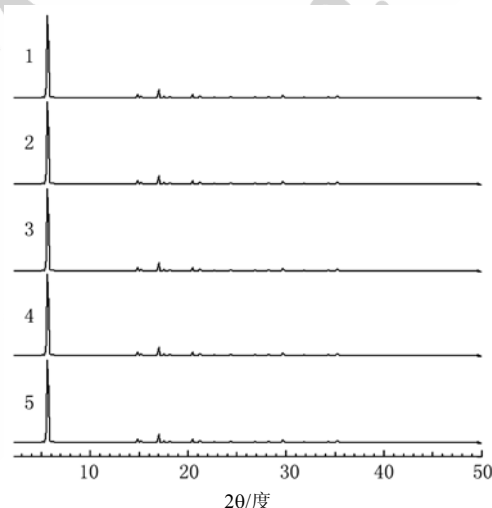


图 1 注射用青霉素钠的 X 射线衍射图谱

1~5—样品

Fig 1 The X-ray diffraction patterns of penicillin G sodium for injection

1-5—samples

样品 1 的 X 射线衍射图谱相应的特征标记峰为: 15.574/100、5.961/4、5.213/10、5.065/2、4.874/2、4.334/5、4.183/3、3.914/2、3.652/2、3.320/2、3.160/1、3.001/4、2.541/2。

样品 2 的 X 射线衍射图谱相应的特征标记峰为: 15.556/100、5.955/4、5.207/8、5.064/2、4.873/2、4.328/5、4.175/2、3.907/1、3.653/2、3.317/1、3.156/1、

3.003/3、2.540/2。

样品 3 的 X 射线衍射图谱相应的特征标记峰为: 15.626/100、5.965/4、5.214/8、5.063/2、4.871/2、4.329/5、4.185/2、3.914/1、3.653/2、3.322/1、3.161/1、3.003/3、2.541/2。

样品 4 的 X 射线衍射图谱相应的特征标记峰为: 15.553/100、5.961/1、5.206/10、5.065/1、4.869/1、4.334/2、4.178/0.4、3.908/1、3.652/1、3.320/1、3.165/1、3.001/2、2.540/1。

样品 5 的 X 射线衍射图谱相应的特征标记峰为: 15.615/100、5.962/4、5.214/7、5.058/2、4.871/1、4.334/4、4.176/2、3.910/2、3.648/1、3.321/1、3.160/1、3.003/3、2.540/2。

3 讨论

晶体的 X 射线衍射图实质上是晶体微观结构形象的一种精细复杂的变换。由于每一种结晶物质,都有其特定的结构参数,包括点阵类型、晶胞大小、单胞中原子(离子或分子)数目及位置等,而晶体物质的这些特定参数,反映在衍射图上表现出衍射线条的数目、位置及相对强度各不相同。因此,每种晶态物质与其 X 射线衍射图之间有着——对应的关系。任何一种晶态物质都有自己独立的 X 射线衍射图,不会因为其他种物质混聚在一

起而产生变化。这就是 X 射线衍射物相定性分析的方法的依据。

对不同厂家注射用青霉素钠的 X 射线衍射的特征峰值进行分析,均可检出青霉素钠的特征峰,以晶面间距 $d(\times 10^{-1} \text{ nm})$ 表示为: 15.6, 5.96, 5.21, 5.06, 4.87, 4.33, 4.18, 3.91, 3.65, 3.32, 3.16, 3.00, 2.54; 与青霉素钠的特征峰(PDF 数据库中的编号为 00-040-1961)一致。从实验数据分析结果可知, X 射线衍射图谱分析可以很直观地鉴别出注射用青霉素钠的成分,表明使用 X 射线衍射指纹图谱鉴定注射用青霉素钠是一种非常简便、准确的方法。

REFERENCES

- [1] Ch.P(2005)Vol II(中国药典 2005 年版.二部)[S]. 2005: Appendix 64-65.
- [2] USP32[S]. 2009: 390-392.
- [3] BP[S]. 2009: A457-463.
- [4] EP6.0[S]. 2008: 314-320.
- [5] JP15[S]. 2006: 64-65.
- [6] NEELIMA V P, RAGHU K C, RAJ S. Identification of drugs in pharmaceutical dosage forms by X-ray powder diffractometry [J]. J Pharm Biomed Anal, 1997, 15(7): 929-943.
- [7] LAN J, HU C Q. Determination of rifampicin crystalline forms in preparation [J]. Chin J Antibiot (中国抗生素杂志), 2003, 28(6): 347-350.

收稿日期: 2010-03-01