

薄层扫描法测定国产硫酸小诺霉素中 小诺霉素组分含量

蔡美明* 马新荣 (江苏省药品检验所, 南京 210008)

硫酸小诺霉素(Micronomicin MCR)属氨基糖甙类抗生素, 具抗菌谱广、杀菌活性强、而毒副作用轻微的特点。本文介绍采用薄层扫描法测定硫酸小诺霉素中小诺霉素组分的含量。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

CS-930双波长薄层扫描仪(日本岛津); 1.0~5.0 μ l 定量毛细管(日本); 玻璃板(20 $\times$ 20 cm²); 硅胶G(青岛海洋化工厂); 实验所用试剂均为分析纯。

小诺霉素标准品、硫酸小诺霉素样品(由江苏

省产)。

1.2 实验条件

1.2.1 薄层板的制备: 硅胶G与0.5% CMC-Na溶液按1.3 (g/ml)比例混合调至均匀的糊状, 由涂布器制成薄层厚度为0.3 mm的薄层板, 室温晾干。临用前必须经105 $^{\circ}$ C活化2 h后使用。

1.2.2 展开剂: 氯仿-甲醇-浓氨水选用氯仿-甲醇-浓氨水(1:1:1)下相为展开剂, 结果MCR的 R_f =0.52, 庆大霉素 C_{1a} 的 R_f =0.40, C_{2a} 的 R_f =0.32, 见图(1)



图1 薄层色谱图

1. 样品溶液
2. 标准品溶液

1.2.3 显色剂: 选用0.25%茚三酮乙醇溶液作为显色剂, 均匀喷雾4 ml左右, 经105 $^{\circ}$ C加温5 min,

1.3 标准品溶液与样品溶液的制备

1.3.1 标准品溶液的制备: 取小诺霉素标准品(99.0%)约50 mg, 精密称定, 置10 ml容量瓶中, 加水制成每1 ml中含小诺霉素5.0 mg, 即成标准品溶液。

1.3.2 样品溶液的制备: 取硫酸小诺霉素样品约50

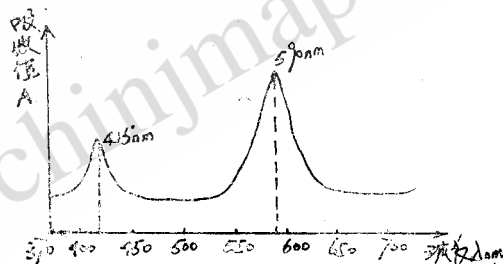


图2 吸收图谱

mg, 精密称定, 制备同标准品溶液, 得样品溶液。

2 结果

2.1 标准曲线的绘制

分别精密量取标准品溶液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μ l 点于同一薄层板上, 以展开剂展开后, 取出, 晾干, 显色后, 测定各斑点的峰面积值。以峰面积值为纵坐标, 小诺霉素(μ g)为横坐标, 绘制标准曲线, 得一条通过原点的直线。结果表明小诺霉

(下转51页)

* 蔡美明, 33岁。1983年毕业于上海医科大学, 主管药师。

表 1 硫酸小诺霉素样品中
小诺霉素的含量测定结果表

批 号	1	2	3	4	5
含量(%)	75.6	72.6	72.1	74.2	75.5
CV (%)	1.4	1.8	2.0	0.9	1.4

注: $n = 3$

同一薄板上重复五次点同一量, 测定其峰面积值, 变异系数为1.5%。

收稿日期: 1994-11-04

(上接43页)

素在 $0 \sim 25 \mu\text{g}$ 范围内与其峰面积值呈良好的线性关系, 回归方程为 $Y = 718.07 X + 94.48$, 相关系数 $r = 0.9996$ 。

2.2 样品测定

精密量取样品溶液 $4.0 \mu\text{l}$ 点样, 同时在薄层板上点标准品溶液 2.0 、 $4.0 \mu\text{l}$ 两点, 然后按上述标准曲线绘制项下方法进行薄层扫描测定, 采用外标二点法计算, 结果如表 1。