

• 药物分析与检验 •

注射用盐酸米托蒽醌含量的薄层色谱

—分光光度测定法

李会林 (浙江省药品检验所, 杭州 310004)

摘 要 用薄层色谱—分光光度法测定注射用盐酸米托蒽醌的含量。实验结果表明该方法简便实用, 结果准确可靠, 能有效地测定注射用盐酸米托蒽醌的含量。

关键词 薄层色谱 分光光度法 注射用盐酸米托蒽醌 含量测定

注射用盐酸米托蒽醌为抗肿瘤药物, 具有一定的毒副作用, 准确地测定其含量, 能更有效地提高治疗效果, 减少毒副作用的影响。目前其作为二类新药已制定了卫生部试行标准, 在试行标准中, 含量测定方法采用分光光度法, 由于含杂质较多, 且这些杂质均在与主药的同一波长处有吸收, 测定结果往往偏高, 不能反映其真实含量。美国药典23版采用 HPLC 法测定, 但由于该品对色谱柱的污染损害程度较大, 限制了它的使用。本文通过采用薄层色谱—分光光度法, 能排除杂质, 较准确地测定出其真实的含量, 有效地控制了该品的质量。

1 实验条件

仪器 日本岛津 UV2201型紫外可见分光光度计

试剂 注射用盐酸米托蒽醌(浙江某厂提供)盐酸米托蒽醌对照品(含量: 98.5%)

辅料 乳糖、甘露醇均为分析纯

2 实验条件的选择

薄层板: 硅胶 G 板(10×20 cm)

110℃活化 1 h

展开剂: 氯仿—甲醇—浓氨水(15:3:0.6)

点样量: 0.1 ml (2.5 mg/ml 的无水乙醇液)

3 测定方法

3.1 实验步骤

精密吸取供试品溶液(2.5 mg/ml 的无水乙醇液)0.1 ml 以条状点于薄层板上, 吹干, 置色谱缸

饱和 30 min, 展开至溶剂前沿到达 17 cm 处时, 取出薄层板, 晾干。刮取盐酸米托蒽醌斑点置 15 ml 量瓶中, 另在空白处刮取与盐酸米托蒽醌斑点相同大小的硅胶置另一 15 ml 量瓶中, 分别加入 1.5 ml 稀盐酸, 充分振摇, 洗脱后, 加无水乙醇至刻度, 摇匀, 过滤, 取滤液于 663 nm 波长处测吸收值, 以被测斑点附近的硅胶洗脱液为空白, 将吸收值代入标准曲线方程, 计算, 即得。

3.2 标准曲线的制备

精密称取盐酸米托蒽醌对照品适量, 先加少量稀盐酸溶解, 再加无水乙醇稀释至刻度, 制成每 1 ml 含 3 μg、6 μg、12 μg、18 μg、24 μg、30 μg 的溶液, 在 663 nm 的波长处测定吸收度, 经线性回归, 在 3 μg/ml~30 μg/ml 的浓度范围内线性良好, 其回归方程为:

$$A = 0.0198C - 0.0102 \quad r = 0.9995$$

3.3 回收率实验

按处方配制模拟注射用盐酸米托蒽醌 6 份, 照 3.1 项下的方法测定, 其平均回收率为: 98.7%, RSD = 1.0% (n = 6)

3.4 样品测定

名称取样品适量加少量稀盐酸溶解后, 加无水乙醇制成每 1 ml 含 2.5 mg 的盐酸米托蒽醌, 按 3.1 方法测定, 结果与直接分光光度法测定及 USP 23 版 HPLC 法所得结果比较, 见下表

4 讨论

样品测定结果($n=3$)

按标示量(%)

编 号	本 法	分光光度法	HPLC法
1	95.3	101.8	94.6
2	94.9	102.3	94.3
3	97.2	102.9	96.5

4.1 比较了三种不同的展开系统:(1)氯仿—甲醇—水(15:3:1)(2)氯仿—甲醇—浓氨水(25:5:0.3)(3)氯仿—甲醇—浓氨水(15:3:0.6)。结果表明以展开系统(3)为佳,杂质Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ能与盐酸米托蒽醌分离较好,利于主成份的刮取,其 R_f 值为:盐酸米托蒽醌约0.60;杂质Ⅰ约0.30;杂质Ⅱ约0.75;杂质Ⅲ约0.85。

4.2 比较0.1 ml样液条状和圆形两种点样方法,展开后,圆形点样形成的盐酸米托蒽醌的主斑点稍有拖尾现象,而条状点样形成的条状主斑点分离较好,故采用条状点样。

4.3 考察了不同重量的空白硅胶的吸收度,发现吸收度与硅胶重量不成比例关系。操作时刮取面积大致相同的空白硅胶即可。

4.4 由于盐酸米托蒽醌对照品的提纯难度较大,不易达到较高的纯度,故在对照品的称样中要相应折算。

参 考 文 献

- 1 卫生部药品标准 WS-273(X-219)—90
- 2 USP 23版 NF 18, 1995

收稿日期:1995—12—15