

甲磺酸溴隐亭有关物质薄层色谱条件探讨

黄剑英 陈素俭(厦门 361012 厦门市药品检验所)

溴隐亭为多巴胺拮抗剂和催乳激素抑制剂,用于治疗高 PRL (催乳素)血症,震颤麻痹,肢端肥大和垂体肿瘤等病症^[1]。美国药典^[2]记载了甲磺酸溴隐亭的有关物质检查。我们对某化学药品公司生产的甲磺酸溴隐亭片进口药品企业标准进行技术复核,并对有关物质检查进行了研究,同时提出了最佳色谱条件,以保证药品的纯度。

1 材料与仪器

甲磺酸溴隐亭片(1)斯洛文尼亚化学药品公司,批号:0512804B;(2)瑞士诺华制药有限公司,批号:222M FD1199;(3)意大利雪兰诺制药公司,批号:Lot417。

薄层板(A)25 TLC aluminium sheets silica gel 60 MERCK;(B)硅胶G薄层层析预制板(上海东方药品科技实业有限公司);(C)自制硅胶G薄层板。

二氯甲烷 二氧六环 无水乙醇 氨水 甲醇均为分析纯,水为去离子水。

GAMAG LINOMAT IV薄层自动点样仪;点样台(陕西前进机械厂)。

2 方法与结果

2.1 固定相:取甲磺酸溴隐亭片(1)、(2)、(3)三种产品分别用甲醇溶解并制成每1ml中含溴隐亭10mg的供试品溶液;另取甲磺酸溴隐亭对照品制成每1ml中分别含溴隐亭0.1mg、0.3mg、0.5mg的对照品溶液,编号分别为(4)、(5)、(6),取上述编号的6种溶液各10ul分别点于同一薄层板A、B、C上,以二氯甲烷-二氧六环-无水乙醇-氨水(180:15:5:0.1)为展开剂,展开剂置层析缸中饱和20min,展开,减压干燥15分钟,喷以0.2%邻苯二甲醛的硫酸溶液后,置紫外灯(波长366nm)下检视,结果见图1-A、1-B、1-C。图中的编号与上述编号对应。

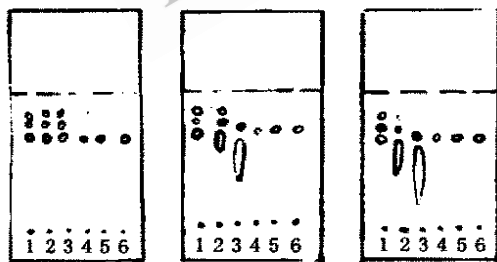


图 1-A

图 1-B

图 1-C

2.2 光照 将甲磺酸溴隐亭片(2)制成每1ml中含溴隐亭10mg的供试品溶液置于太阳光下照射30min,原来溶液颜色为无色变成淡棕色,编号为(7),取编号(2)、(7)溶液各10ul点于同一薄层板A上,同2.1条件展开,检测,结果见图2。



图 2

2.3 氮气 甲磺酸溴隐亭不稳定。有的产品有加抗氧剂,有的没有,针对这情况,本文对3种点样过程进行比较:采用薄层层析点样台直接点样,把点样台置于无菌抽样箱中,通入氮气,在纯氮气条件下点样;采用薄层自动点样仪,结果无明显差别。

2.4 最低检出量试验 不同的硅胶G薄层板,不同的点样形状其最低检出量有差异。本文进行了三种比较:取配制成每1ml含25、50、100、300、500μg的溴隐亭对照品溶液,分别吸取上述溶液10ul,于自制的硅胶G薄层板上点成圆形及1.5cm长条形,经显色后检视,结果点成圆形的溴隐亭检出灵敏度为0.25ng;点成1.5cm长条形的溴隐亭检出灵敏度为1ng;分别吸取上述溶液2ul,于硅胶G高效板(MERCK)上点成1.0cm长条形,结果溴隐亭的检出灵敏度为0.2ng。

3 讨论

3.1 本实验表明,相对湿度<70%,斑点易干,展开斑点边缘清晰,重现性好。

3.2 薄层板使用前活化30min否则影响分辨。

3.3 样品现配现用,点样时间越短越好,否则杂质斑点荧光强度增加。

3.4 建议最好使用高效薄层板,尤其对主斑点下有杂质斑点样品及边缘产品效果明显,有利于判断。

参考文献

- 1 王泽民主编. 当代结构药品全集[M]. 第 1 版. 北京: 北京科学技术出版社, 1993. 931.
- 2 美国药典[S]. NF19, 24 版. 250.

收稿日期: 2000- 03- 22