

薄层色谱法鉴别 2000 年版中国药典收载的多种激素类制剂

陈少良(湛江 524037 湛江市药品检验所)

摘要 目的: 完善 2000 年版中国药典收载的多种激素类制剂的质量标准。方法: 增加了薄层色谱法鉴别, 以喷硫酸-无水乙醇 (4: 1), 在 120℃ 加热 10~ 15 min 为显色方法。结果: 各制剂的斑点均清晰, 完整, 显色灵敏, 不易褪色。R_f 值大小适中。结论: 采用的方法可完善上述质量标准, 且可避免使用价昂难得的显色剂。

关键词 薄层色谱法; 中国药典; 激素

Identification of many hormonal classes products of CP2000 by TLC

Chen Shaoliang(Zhanjiang Institute for Drug control 524037)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To improve these quality standards of many hormonal classes productions in CP2000. **METHOD:** TLC analysis was used to identify these products. The spraying reagent was sulfuric acid: ethanol, absolute (4: 1), and plates were heated to 120℃ for 10~ 15 minutes. **RESULTS:** These spots of the products were distinguishable, the methods were sensitive, and these spots were not easily decoloured, R_f values were proper. **CONCLUSION:** This method may greatly improved the current quality standards, by using cheaper reagents.

KEY WORDS TLC, CP2000, hormonal

2000 年版中国药典收载的地塞米松磷酸钠注射液、滴眼

液, 醋酸泼尼松龙注射液、片, 醋酸氟轻松软膏, 醋酸地塞米

松片、注射液, 氢化可的松注射液、片、软膏等, 质量标准存在不足之处有四点: (1) 有的鉴别还停留在只作专属性不强的沉淀、显色化学反应和检出结果难以清晰判断的醋酸乙酯气味的检查。(2) 有的鉴别只作繁琐且专属性不强的有机氟化物的化学反应。(3) 有的只限于使用目前基层药检单位还未普及的高效液相色谱仪。(4) 不同制剂中同一成分的药品, 鉴别方法差异较大。这给有效地控制这些激素类制剂的质量带来困难。为此, 参照醋酸泼尼松片、眼膏^[1]采用薄层色谱法作主要鉴别方法, 及参照头孢拉定及其制剂^[1]选用薄层色谱法或高效液相色谱法进行鉴别, 本实验增加了这些制剂的薄层色谱法鉴别, 并且对显色方法进行了探索。现报告如下。

1 试药

地塞米松磷酸钠、醋酸泼尼松龙、醋酸氟轻松、醋酸地塞米松、氢化可的松对照品(均由中国药品生物制品检定所)。

地塞米松磷酸钠注射液(湛江制药总厂), 地塞米松磷酸钠滴眼液(郑州卓峰制药厂), 醋酸泼尼松龙注射液(湖北制药厂), 醋酸氟轻松软膏(天津药业有限公司), 醋酸地塞米松片(四川巴中制药厂), 氢化可的松注射液(郑州市新郑制药股份有限公司)。

2 方法与结果

2.1 地塞米松磷酸钠注射液、滴眼液的薄层色谱鉴别

分别取地塞米松磷酸钠注射液、滴眼液适量(约相当于地塞米松磷酸钠 2.5mg), 在水浴上蒸干, 放冷, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 为供试品溶液 I、II。另取地塞米松磷酸钠的样品, 同法制备, 得阴性对照溶液 I、II。再取地塞米松磷酸钠对照品, 加甲醇制成 2.5mg/ml 的溶液, 为对照品溶液。吸取上述 5 种溶液各 10 μ l, 点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇-醋酐-水(3: 1: 1)为展开剂, 展开约 12cm, 晾干, 喷以硫酸-无水乙醇(4: 1), 在 120℃ 加热 15min, 供试品溶液所显主斑点的颜色(褐色)和位置(R_f 值约 0.74)均与对照品溶液的主斑点相同, 阴性对照无干扰。

2.2 醋酸泼尼松龙注射液的薄层色谱鉴别

取本品 1ml, 在水浴上蒸干, 放冷, 残渣加氯仿 1ml 使溶解, 为供试品溶液。另取缺醋酸泼尼松龙的样品, 同法制备, 得阴性对照溶液。再取醋酸泼尼松龙对照品, 加氯仿制成 25mg/ml 的溶液, 为对照品溶液。吸取上述 3 种溶液各 10 μ l, 点于同一硅胶 G 薄层板上, 以二氯甲烷-乙醚-甲醇-水(385: 60: 15: 2)为展开剂, 展开约 15cm, 晾干, 喷以硫酸-无水乙醇(4: 1), 在 120℃ 加热 10min, 供试品溶液所显主斑点的颜色(紫色)和位置(R_f 值约 0.40)与对照品溶液的主斑点相同, 阴性对照无干扰。

2.3 醋酸氟轻松软膏的薄层色谱鉴别

取本品 4g, 加无水乙醇 30ml, 在水浴上加热使溶解, 放冷, 置水浴中约 30min, 滤过, 取滤液置水浴上蒸干, 残渣加

氯仿 1ml 使溶解, 为供试品溶液。另取缺醋酸氟轻松的样品, 同法制备, 得阴性对照溶液。再取醋酸氟轻松对照品, 加氯仿制成 1mg/ml 的溶液, 为对照品溶液。吸取上述 3 种溶液各 15 μ l, 点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-甲醇(97: 3)为展开剂, 展开约 15cm, 晾干, 喷以硫酸-无水乙醇(4: 1), 在 120℃ 加热 15min, 供试品溶液所显主斑点的颜色(褐色)和位置(R_f 值约 0.38)与对照品溶液的主斑点相同, 阴性对照无干扰。

2.4 醋酸地塞米松片的薄层色谱鉴别

取本品的细粉适量(约相当于醋酸地塞米松 1mg), 加无水乙醇 10ml, 振摇提取, 滤过, 滤液为供试品溶液。另取缺醋酸地塞米松的样品, 同法制备, 得阴性对照溶液。再取醋酸地塞米松对照品, 加无水乙醇制成 0.1mg/ml 的溶液, 为对照品溶液。吸取上述 3 种溶液各 10 μ l, 点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-丙酮(4: 1)为展开剂, 展开约 15cm, 晾干, 喷以硫酸-无水乙醇(4: 1), 在 120℃ 加热约 15min, 供试品溶液所显主斑点的颜色(褐色)和位置(R_f 值约 0.70)与对照品溶液的主斑点相同, 阴性对照无干扰。

2.5 氢化可的松注射液的薄层色谱鉴别

取本品 2ml, 在水浴上蒸干, 放冷, 残渣加无水乙醇 1ml 使溶解, 为供试品溶液。另取缺氢化可的松的样品, 同法制备, 得阴性对照溶液。再取氢化可的松对照品, 加无水乙醇制成 10mg/ml 的溶液, 为对照品溶液。吸取上述 3 种溶液各 5 μ l, 点于同一硅胶 G 薄层板上, 以二氯甲烷-乙醚-甲醇-水(385: 60: 30: 2)为展开剂, 展开约 15cm, 晾干, 喷以硫酸-无水乙醇(4: 1), 在 120℃ 加热 15min, 供试品溶液所显主斑点的颜色(黄褐色)和位置(R_f 值约 0.41)与对照品溶液的主斑点相同, 阴性对照无干扰。

3 讨论

3.1 本实验采用薄层色谱法鉴别了上述激素类制剂, 结果各斑点均清晰, 完整, R_f 值在 0.2~0.8 间^[3], 大小适中, 重现性好, 专属性强, 简便可行。

3.2 经多次试验证明, 本显色方法灵敏, 不易褪色, 可避免使用鉴别激素类惯用的显色剂^[1]; 价昂难得的进口分装品四氮唑蓝, 易行, 实用。

3.3 上述鉴别方法适用于不同制剂中同一成分的药品鉴别。

3.4 2000 年版中国药典收载的鉴别方法存在上述不足的激素类制剂, 还有多种, 其质量标准可按本文的方法进行完善。

参考文献

- 1 中国药典. 二部. 2000: 1024; 182.
- 2 安登魁. 药物分析. 济南: 济南出版社. 1992: 369.

收稿日期: 2001-06-05