

硫酸阿米卡星、单硫酸卡那霉素和硫酸卡那霉素的薄层色谱鉴别的改进

陈少良(湛江 524031 湛江市药品检验所)

硫酸阿米卡星、单硫酸卡那霉素、硫酸卡那霉素是氨基糖甙类广谱抗生素。它们的原料及主要制剂都收载于《中国药典》1995 年版(下简称“原标准”)。我们在实际检验过程中作了一些改进。

1 仪器、试样和试剂

仪器:薄层色谱涂布器、层析缸。

试样:硫酸阿米卡星、硫酸卡那霉素标准品(中国药品生物制品检定所);单硫酸卡那霉素原料(本溪制药厂);硫酸阿米卡星原料(武汉制药厂);硫酸阿米卡星注射液、硫酸卡那霉素注射液(湛江制药厂)。

试剂:薄层色谱用硅胶 H、G(青岛即墨市化学试剂

厂),其余所用试剂均为分析纯。

2 色谱条件

薄层板:用薄层色谱涂布器按《中国药典》方法铺制。

展开剂:氯仿-甲醇-浓氨溶液-丙酮(10:10:10:2)。

3 硫酸阿米卡星的薄层色谱鉴别的改进

3.1 硫酸阿米卡星原标准:取样品与硫酸阿米卡星标准品分别加水制成 10mg/ml 的溶液,点样量各 10 μ l,分别点于同一硅胶 H 薄层板上,置展开剂氯仿-甲醇-浓氨溶液-水(1:4:2:1)中展开,喷显色剂后在 100℃加热 10min 显色。实际结果:供试品、标准品所显的主斑点

中国现代应用药理学杂志 1998 年 4 月第 15 卷第 2 期

R_f 值过小,拖尾,而且展距为 13cm 时,展开时间约需 3h,过长了;再者点样量过多,造成主斑点过大,不够集中(见附图 A)。因此,我们进行了以下改进实验。

3.2 展开剂的选择:在硅胶 H 薄层板上,寻找合适的展开系统。参照 USP(XXII)用甲醇-浓氨溶液-氯仿(60:30:25)展开,展开时间稍缩短,但 R_f 值还是小,仍不理想。于是继续用展开剂:氯仿-甲醇-浓氨溶液(1:4:2);氯仿-甲醇-浓氨溶液(1:1:1);氯仿-甲醇-浓氨溶液(1:1:1)混合振摇,放置,分取下层混合液;氯仿-甲醇-浓氨溶液-丙酮(25:60:30:15);氯仿-甲醇-浓氨溶液-丙酮(30:60:30:30);氯仿-甲醇-浓氨溶液-丙酮(1:6:3:1);氯仿-甲醇-浓氨溶液-丙酮(10:10:10:2)展开考察,结果以氯仿-甲醇-浓氨溶液-丙酮(10:10:10:2)展开的分离效果明显好, R_f 值增大,主斑点无拖尾。但分离效果还未达到最优。因此,我们认为还需同时对固定相进行筛选试验。

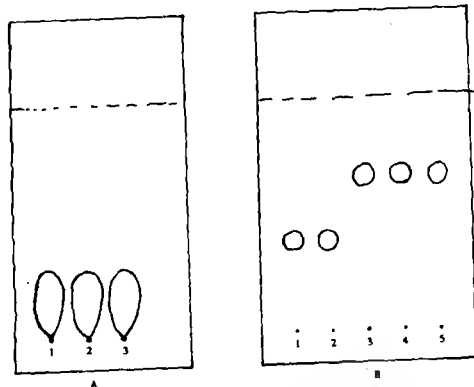
3.3 固定相的选择:用硅胶 G 代替硅胶 H 铺薄层板,用展开剂氯仿-甲醇-浓氨溶液-丙酮(10:10:10:2)进行展开,结果展距约 13cm 时,展开时间只需 1.5h,缩短了,而 R_f 值可达到 0.40,主斑点集中清晰,无拖尾。

3.4 点样量:在上述展开剂、固定相的选择试验中,我们还发现原标准的点样量取含硫酸阿米卡星 10mg/ml 的供试液、标准液 10 μ l,不合理。结果是由于点样量过多,造成主斑点过大,不够集中。因此,经过反复试验,认为点样量应改为 5 μ l,即含硫酸阿米卡星 50 μ g,这样主斑点大小适中,重现性好。

3.5 小结:经过以上试验,我们认为硫酸阿米卡星的薄层色谱鉴别改进为:取样品与硫酸阿米卡星标准品加水制成浓度为 10mg/ml 的溶液各 5 μ l,在硅胶 G 薄层板上,用氯仿-甲醇-浓氨溶液-丙酮(10:10:10:2)展开至 13cm,分离效果最优(见附图 B)。

4 单硫酸卡那霉素、硫酸卡那霉素的薄层色谱鉴别的改进

单硫酸卡那霉素、硫酸卡那霉素原标准的薄层色谱鉴别都是照卡那霉素 B 检查项下的方法,而卡那霉素 B 检查的薄层色谱实验条件要求严格,需使用的试剂、仪器多,操作过程繁琐、费时。



附图 中国药典方法(A)与改进方法(B)薄层色谱图
A1-硫酸阿米卡星标准品;A2-硫酸阿米卡星注射液;A3-硫酸阿米卡星原料;B1-硫酸阿米卡星标准品;B2-硫酸阿米卡星注射液;B3-单硫酸卡那霉素标准品;B4-硫酸卡那霉素注射液;B5-硫酸卡那霉素标准品

我们取单硫酸卡那霉素原料及其制剂硫酸卡那霉素注射液和硫酸卡那霉素标准品,分别加水制成浓度为 5mg/ml 的溶液,吸取上述溶液各 2~5 μ l,照上述的硫酸阿米卡星薄层色谱鉴别改进法,结果单硫酸卡那霉素与硫酸卡那霉素所显的主斑点的颜色和位置相同, R_f 值约 0.68,斑点集中清晰,无拖尾,分离效果好,重现性好,简便快速,而且与 R_f 值约为 0.40 的硫酸阿米卡星有明显的区别(附图 B)。

5 讨论

5.1 硫酸阿米卡星原展开剂含水较多,展开时间较长。经改进后,含水减少,展开时间缩短,加丙酮可减少展开剂的粘度,加快展开速度。

5.2 本法的显色条件以喷显色剂后在 100℃ 加热 10min 为佳。如温度超过 110℃,单硫酸卡那霉素、硫酸卡那霉素的斑点颜色会减退。

5.3 采用本法可在同一薄层板上区别硫酸阿米卡星与单硫酸卡那霉素、硫酸卡那霉素,以防用后两者假冒前者。

5.4 本法同样适用于硫酸阿米卡星的制剂硫酸阿米星注射液、注射用硫酸阿米卡星;硫酸卡那霉素的制剂硫酸卡那霉素滴眼液、注射用硫酸卡那霉素的鉴别。

收稿日期:1997-09-01