

特非那定中苯哌啶酮的薄层色谱分离法

王雷梁颖 (天津市长征医院, 天津 300021)

刘淑贤 (国家医药管理局天津药物研究院, 天津 300090)

特非那定(苯哌啶醇, tefenadine)为组胺 H₁受体拮抗药, 化学名为2-(4-叔丁基苯基)-4-(羟基二苯基甲基)-1-哌啶丁醇, 用于治疗过敏性鼻炎。合成前步中间体—苯哌啶酮为其杂质, 本文采用薄层色谱法分离鉴别苯哌啶醇中苯哌啶酮的存在。

苯哌啶酮对照品, 苯哌啶醇对照品, 苯哌啶醇样品(8批)均由国家医药管理局天津药物研究院合成三室提供。

1 实验方法

1.1 对照品溶液的制备: 分别精密称取苯哌啶酮对照品及苯哌啶醇对照品各10 mg, 加入氯仿制成0.1 mg/ml的溶液。

1.2 供试品溶液的制备: 将浓度为1 mg/ml的苯哌啶酮对照品溶液加入盛有精密称定的苯哌啶醇对照品20 mg的1 ml容量瓶中, 加入氯仿制成苯哌

啶酮加入量为0.1 mg/ml的溶液。

1.3 样品液的制备: 同氯仿制备成20 μg/ml的溶液(共8批)。

1.4 层析条件

1.5 薄层色谱板: 硅胶 G₂₅₄加2.5% CMC-Na 溶液(1:25)调匀后, 铺在5 × 10 cm玻璃板上, 自然干燥后, 在110°C干燥1 h, 放入干燥器内备用。

点样量: 5 ml。

展开剂: 氯仿—乙酸乙酯—甲醇—氨水(30%)(4.5:4.5:0.5:0.5)

展距: 12 cm, 间距: 1.5 cm。上行法。

2 实验结果

实验表明, 苯哌啶酮的最小检测量为0.075 μg, 故样品中含有1%的苯哌啶酮即可检出。