

无极膏中丙酸倍氯米松薄层鉴别的改进

王世刚(安徽省蚌埠市药品检验所,安徽 蚌埠 233000)

摘要:目的 改进无极膏中丙酸倍氯米松薄层鉴别的方法。方法 增加软膏的取样量和滤除基质干扰后进行试验。结果 提高了样品中主药检出的准确性。结论 本改进方法优于原标准。

关键词:提取;丙酸倍氯米松;薄层色谱法

中图分类号:R917.70.1;R286 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2004)06-0491-02

The improvement of the identification beclometasone dipropionate in WujiGao

WANG Shi-gang(*Bengbu Municipal Institute for Drug Control, Bengbu 233000, China*)

ABSTRACT:OBJECTIVE To improve the identification of thin layer chromatography for beclometasone dipropionate in WujiGao. **METHOD** The improvement was done effectively by increasing the amount of WujiGao and eliminating the disturbance of formulated base in the ointment named as WujiGao. **RESULTS** The accuracy of method was enhanced. **CONCLUSION** The method is more accurate than the original standard.

KEY WORDS: extraction; beclometasone dipropionate; TLC

无极膏具有消炎、镇痛、止痒、抗菌和局部麻醉等作用,由樟脑、薄荷脑、丙酸倍氯米松和基质等组成,其中丙酸倍氯米松的薄层鉴别采用软膏加热溶解后取上清液操作,但是按原标准检验得不出阳性结论甚至相反的结论。本实验在原标准^[1]的基础上稍加调整能获得满意的结果,报道如下:

1 试样和试剂

无极膏(湖北成田制药有限公司,批号 2003109;漳州无极药业有限公司,批号 030324);丙酸倍氯米松对照品(中国药品与生物制品检定所,批号 119-9101);其他试剂均为分析纯。

表 1 本方法与原标准结果比较

Tab 1 Comparison of experimental result between the method and the original standard

方法	取样量	对冰水冷却后上清液的处理	结果
本方法	取本品 10g,加 80% 甲醇溶液 60 mL	加氯化钠和水后不立即加氯仿混匀,等振摇分层后取下层澄清液相加氯仿萃取操作	样品和对照品显相同颜色的斑点,结果为阳性
原标准	取本品 5g,加 80% 甲醇溶液 20 mL	加氯化钠和水后立即加氯仿混匀振摇,分层后取氯仿萃取液操作	样品不显与对照品相同颜色的斑点,结果为阴性

2 方法

取本品 10g,加 80% 甲醇溶液 60 mL,置水浴上加热至沸腾,然后用冰水冷却 30 min,离心,取全部上清液,移入分液漏斗中,加入氯化钠 5g,水 15 mL,振摇后放置使分层,取下层液体移入另一分液漏斗中,加氯仿 15 mL,振摇,分取氯仿层,在

水浴上蒸干,残渣用 1 mL 氯仿溶解,作为供试品溶液;另取丙酸倍氯米松对照品适量,加氯仿制成每 1 mL 含 0.2 mg 的溶液,作为对照溶液。照薄层色谱法^[2]试验,吸取上述两种溶液各 10 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-丙酮-无水乙醇(100:10:5)为展开剂,展开后晾干,喷以 50% 硫酸乙醇溶液后置 105 $^{\circ}$ C 加热 10 min,供试品溶液与对照品溶液在相应的位置上应显相同颜色的斑点。见表 1

3 讨论

3.1 样品取样量对结果的影响

分别取样品 5.0、10.0 和 15.0g,以原标准所采用的步骤提取主药丙酸倍氯米松,薄层分离后显色,结果主药斑点全部被基质斑点覆盖,难以判断样品中有无丙酸倍氯米松,其中 15.0g 样品按原标准操作,难以获得薄层点样所需的提取物,不能进行点样操作。原标准为了获得所要的 10 mL 提取液,仅用了 20 mL 80% 甲醇溶液用于提取,在按原标准的操作中,大部分 80% 甲醇被基质吸附而得不到应有的 10 mL,使得点样液中丙酸倍氯米松的浓度降低,主药斑点的检出变得困难。

3.2 基质浓度对结果的影响

分别取样品 5.0、10.0、15.0g,以改进的提取方法操作。以 5.0g 的取样量操作,不出现基质斑点,但是主药的斑点也比较模糊;以 15.0g 的取样量所获主药的斑点虽然清晰,但不同厂家由于所用的基质不同,对主药斑点仍有轻微干扰,但是不影响对主药斑点有无的判断;以 10.0g 的取样量所获得的主药斑点最清晰,不同厂家的样品均不出现基质斑点。与原标准比较,本方法增加了两倍的提取液,相对增加了冰

作者简介:王世刚,男,副主任药师,1986 年毕业于安徽中医学院药学院,主要从事药品检验和药品质量标准的制订工作。电话:0552-2044302,(0)13004074818

水冷却后所获上清液的体积,使得后续操作得以有足够的丙酸倍氯米松检测量。基质在 80% 甲醇中的溶解度较在水中的大,离心后所获得的甲醇溶液加氯化钠和水后改变了原溶液的极性,故又有部分基质析出。如果此时直接加氯仿萃取,会使析出的基质又部分溶解在氯仿中,用展开剂展开时,基质和丙酸倍氯米松在本实验的色谱条件下具有相近的展开距离,而且基质的浓度大大超过丙酸倍氯米松的浓度,基质的较大斑点覆盖于丙酸倍氯米松的较小斑点上;两者都能

被本实验显色剂显色,其中基质斑点显黄色,丙酸倍氯米松斑点显蓝色,黄色覆盖在蓝色上干扰判断。本实验在提取程序上的改进,能有效地降低点样液中基质浓度,减少干扰。上述两处改进使得本方法较原标准有更高的准确性。

参考文献

- [1] 中国卫生部药品标准[S]. 新药转正标准第一册 47.
- [2] 中国药典 2000. 二部[S]. 2000: 附录 31.

收稿日期:2003-08-01