

Study on Bypass Calibration Quantitation for HPLC

Lin Lixing, Lin Kedan¹, Zhang Bin

Nanjing Institute of Materia Medica, 210009; ¹Nanjing Municipal Institute for Drug Control, 210015

A novel quantitative method for HPLC-bypass calibration method has been established. Since the standards for preparation of standard curve are pure, it may be flowed into the detector directly from bypass equivalent tube under same flow rate without being separated by the column. This method is more saving both in time and reagent. It could prolong the lifetime of column and its results coincide with those of absolute calibration method. The relative deviation is less than 2%.

Key words: Bypass Calibration Method; Rapid quantitation HPLC; Bypass equivalent tube

《中国药典(1990年版二部)注释》简介

药典是记载药品标准的法典。国家药典由国家卫生部门主持编纂、颁布和实施。我国现代药典的编纂已有60余年历史。1930年出版的《中华药典》为我国现代药典的肇始,1949年中华人民共和国诞生后,自1950年开始编纂《中华人民共和国药典》(简称中国药典),迄今已先后出版了1953、1963、1977、1985和1990年版共5个版次。

药品标准是药品现代生产和质量管理的重要组成部分;它是药品的生产、供应、使用和监督管理等部门共同遵循的法定技术依据;同时也是医药生产、科技发展和临床用药水平的综合反映。因此,制订药品标准必须坚持质量第一的观点,充分体现安全有效、技术先进和经济合理的原则。

药品质量的内涵概括起来有三个方面:真伪、纯度和品质;三者的统一即使用中的有效性和安全性。药品标准的内容根据品种和剂型的不同,一般应包括以下诸项:品名(法定名、汉语拼音名和拉丁名);有机药物的结构式、分子式和分子量;来源或有机药物的化学名;含量或效价规定;处方与制法;性状;鉴别;检查;含量测定或效价测定;类别;剂量;注意;规格;贮藏;制剂。上述内容就其性质区分,一为标准规定,二为检测方法。由于药典体例、文字规范化要求十分严格,故对每项规定的原由和依据,对选用的检测方法的原理及其准确度和精密度等内容,在各论中均不可能赘述。因此使用者在操作实践中常有困惑不解之感,为此特组织编写了《中华人民共和国药典(1990年版二部)注释》一书,目的是辅导药典实施和帮助读者加深对药典内容的理解。该书采用注与释结合的方法编写。在内容上除理论性解说外,还尽可能写进了在药典实践中积累的一些比较成熟的经验以及国内外有关文献的提示。

对药典各论的注释系以1990年版收载的项目规定为基础,顺序编写。以每种原料药为一个编写单元;制剂注释随原料药,避免内容上的重复。附录的注释按附录目次顺序编写,一项附录为一个编写单元。为节约篇幅,药典各论和附录的注释均不转录药典原文。全部注释的列项顺序与药典相同,但无注释内容的项目则付缺如。

对药品各论的注释主要增加了各药的概述和制法概要两部分内容。概述部分扼要介绍按临床疗效划分的药物类别,主要的药理作用、临床适应症、体内吸收代谢和不良反应等内容以及各该药物的历史与药典收载情况等等。制法概要主要介绍药物的来源与制法,侧重介绍药物合成或制取的路线流程,尽可能以反应式表示。对具体生产环节的控制因素,如:反应温度,时间,加入试剂的量等条件则不详列。一般均按文献记载简述,但力求结合国内生产实际。其它注释的内容则主要是解释各项具体规定的原由及所采用的检测方法的原理和操作中需要注意之点,如:在列述某药的紫外吸收时,同时附示该药紫外吸收图谱;对采用红外光谱法进行药物鉴别的品种,均在鉴别项下列出

(下转243页)

2.3 核糖霉素和新霉胺均无紫外吸收,必须选择一种简单灵敏的显色剂,浓硫酸,碘蒸气,硫酸铈和钼酸钠,茚三酮喷雾及次氯酸钠等均不理想,甘油-无水乙醇显色加热时间太长。本文将茚三酮显色剂浓度降低50倍后,浸渍显色,灵敏度提高过10倍,经济实用。丹酰氯,荧光胺,邻苯二醛等荧光显色剂,灵敏度高,但价格昂贵,在薄层色谱中,用量较大,故不宜采用。

2.4 经显色后的薄板,必须用另一块玻板盖住密封,扫描积分值在2.5 h内稳定,若敞于空气中扫描,2 h内积分值下降30%。

本文方法简便易行,分离效果好,文献^[3]用

反相HPLC分析核糖霉素,仅分出新霉胺和另一杂质峰,我们在薄板上,一般样品均能发现三个杂质斑点。所以本法可用于硫酸核糖霉素产品的质量分析及生产过程的监控。

参 考 文 献

- 1 Miguel ID., Puech-costes E and Samain D. Use of mixed perfluorinated ion-pairing agents as solvents in ion-pair high performance liquid chromatography for the preparative purification of aminoglycoside antibiotics. *J Chromatogr* 1987; 407:109
- 2 Omoto S, Inouye S and Niida T. Separation of aminoglycosidic antibiotics by GC. *J Antibiot* 1971; 24(7):430
- 3 杨大军,许鸿章,陈汝贤. 硫酸核糖霉素及新霉胺的反相高效液相色谱分析. *抗生素*, 1990, 15(5):378

Determination of Ribostamycin and Neamine by TLC

Ni Kunyi, He Hua and Wang Hongyan

Division of Analytical Chemistry

A thin layer chromatographic method was described for determination of ribostamycin and neamine in ribostamycin sample. Standard substance ribostamycin was prepared by TLC. They were separated on silica gel-CMC plates with chloroform-methanol-ammonia water-aceton (2:3:2:2). Spots were visualized with 0.03% ninhydrin, and determined by using CS-930 dual wavelength TLC scanner at $\lambda_S=535$ nm, $\lambda_R=700$ nm. Six samples were determined.

Key words Ribostamycin; Neamine; TLC

(上接240页)

对其显示的主要特征吸收的解析;对药品稳定性则结合实际考察或文献报道的资料予以说明。对附录的注释按药典附录所列内容原则上要求逐项解说,如:各检测法所采用的测试方法的原理,实验设计、实验装置、供试品处理、操作要点、干扰因素、结果判定、方法灵敏度和系统适用性等内容,尽可能结合实践经验的总结,从感性到理性,深入浅出地加以阐述。凡属通用试验法的注释则在文末附一现行版药典中采用该方法检测的药品品种一览表,摘要列出各品种的测试条件和要求。

该书共收载注释约500篇,200余万字。由药典各起草单位的专业人员参加编写;由注释编委会组织审定。每篇注释均署有撰稿人姓名。每篇注释文末尚列有主要参考文献,可供读者进一步查阅时参考。本书将由化学工业出版社出版。

(张庆玺)