

磷酸吡哆醛的差热分析法鉴定

林锦明¹, 卞红平², 王小燕¹, 何邦平¹, 周后元² (1. 第二军医大学药学院实验教学中心, 上海 200433; 2. 上海医药工业研究院, 上海 200437)

摘要 目的: 磷酸吡哆醛进口标准品及合成品的比较与鉴定。方法: 应用 TG / DTA 联用热分析仪分别对磷酸吡哆醛进口和国内合成品进行差热图谱扫描与分析。结果: 进口及国内合成的磷酸吡哆醛的热谱特征一致, 说明磷酸吡哆醛合成成功; 其中的出峰温度、峰面积的差异是由于它们的纯度不同所致。结论: 差热分析法用于对物质的鉴定, 简便、快速。

关键词 磷酸吡哆醛; 差热分析; 鉴定

中图分类号: R927

文献标识码: A

文章编号: 1006-0111(2007)01-0031-02

Identification of pyridoxal phosphate by differential thermal analysis

LIN Jin-ming¹, BIAN Hong-ping², WAN Xiao-yan¹, HE Bang-ping¹, ZHOU Hou-yuan² (1. Experiment Teaching Center, College of Pharmacy, Second Military Medical University, Shanghai 200433, China; 2. Shanghai Institute of Pharmaceutical Industry, Shanghai 200437, China)

ABSTRACT Objective: Comparison and identification of pyridoxal phosphate (including importation and own preparation). **Methods:** TG/DTA scanning and analyse. **Results:** They were unanimous that characteristic thermal diagram of pyridoxal phosphate which importation and own reparation, this shows that own preparation was successful. At the same time difference that peaking temperature and the peaking area was due to their different purity. **Conclusion:** Differential thermal analysis method are simple and speedy for to identification of materials.

KEY WORDS pyridoxal phosphate; differential thermal analysis; identification

磷酸吡哆醛 (pyridoxal phosphate) 是维生素 B₆ 的一种衍生物, 是维生素 B₆ 在细胞内经三磷酸腺苷激酶的作用下形成的一种活性成分, 它是氨基酸的氨基转移酶、脱羧酶及消旋酶的辅酶, 参与许多代谢过程, 如脑中抑制性递质 γ -氨基丁酸是由谷氨酸脱羧产生, 色氨酸转化为烟酸亦需维生素 B₆ 参与。此外, 磷酸吡哆醛可参与亚油酸转变为花生四烯酸过程。动物缺乏维生素 B₆ 时可有动脉粥样硬化病变。临床上用于: ①防治因大量或长期服用异烟肼、胍屈嗪等引起的周围神经炎、失眠、不安; 减轻抗癌药和放射治疗引起恶心、呕吐或妊娠呕吐等。②治疗婴儿惊厥或给孕妇服用以预防婴儿惊厥。③白细胞减少症。④局部涂搽治疗痤疮、酒糟鼻、脂溢性湿疹等。目前, 磷酸吡哆醛制剂在国内没有报道有厂家生产, 均须进口且价格比较贵, 因此, 我们经不懈的努力, 自主合成了磷酸吡哆醛。为证明磷酸吡哆醛合成成功, 我们用差热分析方法 (differential ther-

mal analysis, DTA) 进行鉴定, 结果满意。

1 材料和方法

1.1 仪器 TG / DTA 联用热分析仪 (Perkin Elmer, 日本产)。

1.2 材料 磷酸吡哆醛标准品 (日本 Sigma - Aldrich 生产, 曲线名: B-06-83BZ), 磷酸吡哆醛 (国内合成 - 上海医药工业研究院, 曲线名: 粗品 B-06-83C; 精制品 B-06-83J)。

1.3 实验条件 差热量程 $\pm 50 \mu\text{V}$; 升温速率 $8 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$; 升温范围 $40 \text{ }^\circ\text{C} \sim 500 \text{ }^\circ\text{C}$; 气氛氮气, $200 \text{ mL}/\text{min}$; 参比物 6.0 mg 左右三氧化二铝。

1.4 实验方法 每次实验用量均为 6.0 mg 左右, 置三氧化二铝样品坩埚中, 按实验条件程序升温, 分别对上述样品进行热图谱扫描。

2 结果与讨论

2.1 磷酸吡哆醛标准品及自己合成品的差热图谱曲线见图 1。

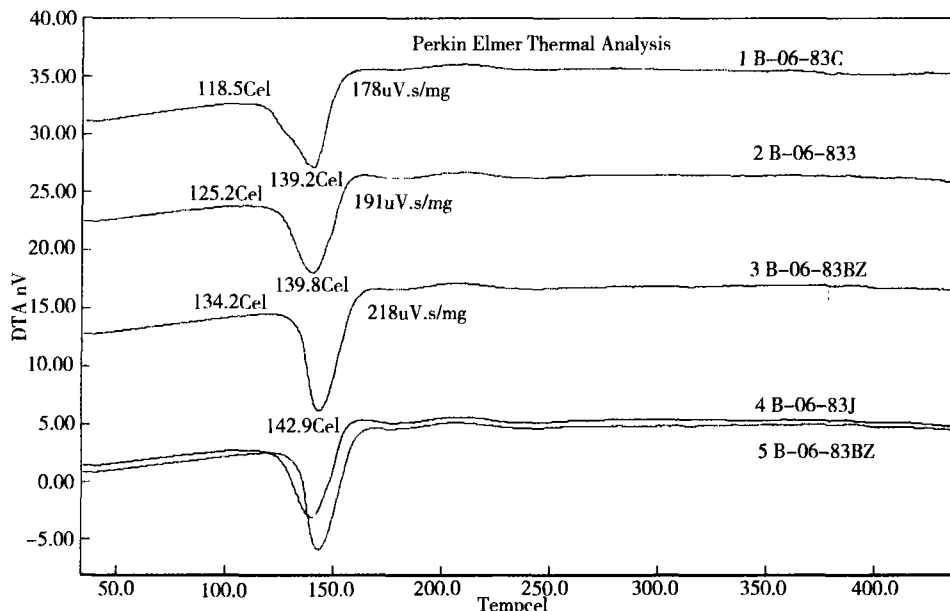


图1 磷酸吡哆醛标准品及合成品的 DTA 图谱

1 - 磷酸吡哆醛合成粗品; 2, 4 - 磷酸吡哆醛合成精制品; 3, 5 - 磷酸吡哆醛标准品

2.2 从图1可以看出: 1号、2号、3号热谱曲线, 从开始到出现吸热峰之前, 曲线斜率平顺无热效应发生, 吸热峰形顺畅无明显肩峰。说明均不含结晶水。

2.3 1号曲线与2号曲线的样品是同一种物质, 即磷酸吡哆醛粗品及经纯化得到的精制品, 只是纯度有差异。因此, 根据热分析原理, 其热图谱上将对应地表现出异同, 即: 它们的热谱特征是一致的, 而出峰温度、峰的大小及峰面积会有些差异。

2.4 为了比较磷酸吡哆醛标准品及自己合成热谱曲线的相似性, 我们将2号、3号热谱曲线放在一起, 即成4号、5号曲线。经比较可以看出: 合成精制品与进口标准品的曲线走向、热谱特征均非常一致, 可以说明自己合成的产品即为磷酸吡哆醛, 合成

已经成功。根据上述2.3所述, 4号、5号热谱曲线的出峰温度、峰的大小、及峰面积有差异的原因, 是由于其纯度差异所致, 提示合成产品的纯度还需进一步提高。

应用差热分析方法对物质进行定性, 是热分析仪器最基本的功能。由于其具有简便、快速、准确的特点, 因此它已经成为新药研究、药物分析等药学领域中一种必不可少的仪器分析手段^[1]。

参考文献:

- [1] 林锦明, 张东春, 魏红, 等. 热分析技术在药学领域中的应用[J]. 第二军医大学学报, 2001, 22(11): 1043.

收稿日期: 2006-07-03

测定通脉灵片中丹参素含量

邢军, 李正国, 张中湖(济宁市药品检验所, 山东 济宁 272025)

摘要 目的: 建立通脉灵片中丹参素的含量测定方法。方法: 采用 KromasilTM C₁₈ 柱(200 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-乙腈-0.045 mol/L 磷酸溶液(10:4:86), 检测波长 281 nm。结果: 丹参素的线性范围为 0.194 ~ 2.129 μg, $r = 0.9998$ 。平均加样回收率为 99.56%, RSD 为 0.84% ($n = 5$)。结论: 该方法灵敏、简便、重现性好, 可用于该制剂的质量控制。

关键词 通脉灵片; 丹参素; 高效液相色谱法