

论文

dl-15-甲基PGF_{2α}及其甲酯的HPLC分析研究

吕湘林;汪秀云;曹秀玲

上海市药品检验所

摘要:

dl-15-甲基PGF_{2α}及其甲酯为前列腺素PGF的衍生物。它们的临床剂量甚小,其合成生产工艺及结构特征表明可能有多种异构体存在,且异构体间的生物活性差异很大。建立具有高专属性、灵敏度以及对各种制剂适用的分析方法是改进生产工艺、深入各项研究和临床安全有效使用所面临的迫切课题。本文报道的反相HPLC直接测定法用ODS柱、UVλ197nm检测、甲醇—水—醋酸为流动相,合成杜鹃素为内标,可对dl-15-甲基PGF_{2α}及其甲酯的各种差向和顺反异构体进行分离和分别直接定量。本法分辨率高,最低检测量为0.03μg,操作简便,定量线性关系良好,分析误差小于3%(CV),节省试剂,并可发展成制备工艺。本法适用于15-甲基PGF_{2α}及其甲酯的合成原料和各种制剂的分析。

关键词: 前列腺素 15-甲基前列腺素F_{2α} 15-甲基前列腺素F_{2α}甲酯 高效液相色谱法

SEPARATION AND DETERMINATION OF dl-15-METHYL PGF_{2α} AND ITS METHYL ESTER BY HPLC

LU Xiang-Lin; WANG Xiu-Yun and CAO Xiu-Ling

Abstract:

The dl-15-methyl PGF_{2α} and its methyl ester are the derivatives of PGF. They are used clinically in very low dose and show great difference in biological activities with different configurations. There are two epimer pairs of the 15-methyl (R & S), and C-5,6 (cis & trans). After careful study of the chromatographic behaviours and configuration relationships between these epimers in various chemically bonded phases, which are amino-, cyano-, phenyl-, fluoroether-, C8-, and ODS, and compare the different components of the mobile phase, a reverse phase method using ODS column and methanol-water-acetic acid (130:100:0.125) as mobile phase is proposed. This study also revealed that the UV max of PGF at shorter wavelength (max 195~197nm) can still be detected with enough sensitivity. The minimum detectable quantity is 0.03 μg with credibility. A procedure of directly introducing the sample solution with internal standard (farrerol) into the chromatographic system and detecting by UV 195~197 nm was suggested. A good resolution between epimer R and S (Rs>3), cis- and trans-isomer (Rs>1.5) can be obtained. The method exhibits very high accuracy (CV<3%) and can be used in a variety of their preparations, e.g. injections, suppositories and sponges (recovery>99%). Several epimer impurities had been separated by the established method in a number of "pure reference standard" of the Upjohn Company. The analytical results showed that the white crystalline products from the Shanghai Institute of Organic Chemistry was very pure in which epimer was not detected.

Keywords: PGF_{2α} dl-15-Methyl PGF_{2α} 15-Methyl PGF_{2α} methyl ester HPLC Prostaglandin

收稿日期 1986-02-01 修回日期 网络版发布日期

DOI:

基金项目:

通讯作者:

作者简介:

参考文献:

本刊中的类似文章

1. 谷福根;崔福德;高永良.前列腺素E₁经不同途径给药后的大鼠体内药效学比较[J]. 药学报, 2007,42(7): 787-

扩展功能

本文信息

- Supporting info
- PDF(408KB)
- [HTML全文]
- 参考文献

服务与反馈

- 把本文推荐给朋友
- 加入我的书架
- 加入引用管理器
- 引用本文
- Email Alert
- 文章反馈
- 浏览反馈信息

本文关键词相关文章

- 前列腺素
- 15-甲基前列腺素F_{2α}
- 15-甲基前列腺素F_{2α}甲酯
- 高效液相色谱法

本文作者相关文章

- 吕湘林
- 汪秀云
- 曹秀玲

PubMed

- Article by
- Article by
- Article by

- 793
2. 马悦颖; 尚明英; 李沧海; 霍海如; 蔡少青; 姜廷良. 桂枝汤有效成分苯丙烯类化合物干预IL-1 β 刺激小鼠脑微血管内皮细胞释放PGE₂的构效关系[J]. 药学报, 2007,42(7): 798-802
 3. 岳天立; 麦凯; 佟丽. 山萘萜碱对大鼠胸水中性白细胞花生四烯酸代谢的影响[J]. 药学报, 1988,23(10): 727-731
 4. 谢辉; 王国祥. 苯妥英钠与前列腺素E₂联合应用抗实验性哇巴因心律失常的研究[J]. 药学报, 1988,23(12): 953-955
 5. 京建; 金有豫; 吴余升; 周兴. 人参总皂甙对¹⁴C-花生四烯酸在兔血小板中代谢的影响[J]. 药学报, 1987,22(3): 166-169
 6. 岳天立; 麦凯. 山萘萜碱对乙酰胆碱和去甲肾上腺素引起的兔虹膜释放前列腺素的影响[J]. 药学报, 1987,22(11): 807-811
 7. 萧绪玲; 李琼瑶; 张明强; 王夺元; 张麟华. 前列腺素E₁甲酯的仿生物合成[J]. 药学报, 1986,21(8): 630-632
 8. 束怀德; 王耀林; 史念慈. 硝苯吡啶对兔输卵管活动和卵子运行的影响[J]. 药学报, 1986,21(10): 740-743
 9. 刘志煜; 吴向荣; 何煦昌. 16-(m-氯苯氧基)-17,18,19,20-四碳前列腺素F_{2 α} 的全合成[J]. 药学报, 1985,20(2): 140-142
 10. 宋国秀; 张亚竞; 张莉; 任美月; 褚云鸿. 氯哌胺对15-甲基前列腺素F_{2 α} 致泻和兴奋子宫作用的影响[J]. 药学报, 1985,20(4): 252-256
 11. 褚云鸿; 赵志芳. 天花粉对妊娠大鼠子宫中孕酮、孕酮受体和前列腺素含量的影响[J]. 药学报, 1985,20(4): 262-266
 12. 王本祥; 刘爱晶; 程秀娟; 王庆贵; 魏广仁; 崔景朝. 鹿茸多糖抗溃疡作用[J]. 药学报, 1985,20(5): 321-325
 13. 杨秋生; 原田芳照; 鹿取信. 角叉菜诱导大鼠胸膜炎中环氧酶-2的生成及NS-398对其选择性抑制作用[J]. 药学报, 1999,34(3): 181-184
 14. 杨波; 曹霖; 方瑞英; 顾芝萍. 抗孕唑对假孕大鼠的溶黄体作用[J]. 药学报, 1999,34(5): 321-324
 15. 侯琦; 胡玉芳; 郭颖; 张成义; 程桂芳. 非普拉宗对环氧酶活性的影响[J]. 药学报, 2000,35(7): 481-483
 16. 杨波; 曹霖; 顾芝萍. 抗孕唑对妊娠大鼠子宫蜕膜、前列腺素含量和宫缩的影响[J]. 药学报, 2000,35(9): 641-644
 17. 程锦轩; 段金虹; 韩风云; 王振纲. 前列腺素F_{2 α} 放射免疫分析及其应用[J]. 药学报, 1988,23(6): 445-447
 18. 杨军; 王义明; 柴瑞华. 去氢紫堇碱对兔血小板TXB₂及主动脉6-keto-PGF_{1 α} 含量的影响[J]. 药学报, 1989,24(6): 472-475
 19. 徐维敏; 张罗修; 程彰华; 蔡为众; 缪红华; 潘德济. 雷公藤红素对IL-1和IL-2活性及PGE₂释放的抑制作用[J]. 药学报, 1991,26(9): 641-646
 20. 强文安; 刘锦蓉; 王浴生; 雷幼导. 多抗甲素抗肿瘤转移作用及其机理[J]. 药学报, 1994,29(5): 340-345
 21. 金碧燕; 吴元鏊; 张守仁; 徐瑞明. 消旋15(R)-15-甲基PGE₂甲酯的合成[J]. 药学报, 1996,31(10): 795-797
 22. 张守仁; 徐瑞明; 金碧燕; 吴元鏊; 韩超. 消旋(15R)-15-甲基PGE₂甲酯(PG₆E)对大鼠实验性胃溃疡的保护作用[J]. 药学报, 1996,31(10): 746-750
 23. 黄驰; H; Tunon; and; L; Bohlin. 睡菜中的抗炎成分[J]. 药学报, 1995,30(8): 621-626
 24. 吴俊芳; 刘天培. 小檗碱对局灶性脑缺血大鼠血小板聚集及血浆TXB₂和6-keto-PGF_{1 α} 水平的影响[J]. 药学报, 1995,30(2): 98-102
 25. 要庆平; 张乃峥. 雷公藤单一有效成分T₄对类风湿关节炎患者滑膜细胞产生前列腺素E₂的影响[J]. 药学报, 1994,29(10): 790-792
 26. 雷汉琴; 徐元秀. 醋酸棉酚对大鼠输卵管平滑肌收缩活动的影响[J]. 药学报, 1993,28(1): 6-6
 27. 齐爱东; 吴葆杰; 周序斌. 花生四烯酸、二十碳五烯酸及二十二碳六烯酸对兔主动脉条张力的影响[J]. 药学报, 1992,27(4): 246-251
 28. 陈新生; 龙焜; 岳天立; 姜远英; 万维勤. 咪苯嗪酮对TXA₂和HHT生成的选择性抑制作用[J]. 药学报, 1990,25(9): 658-663
 29. 徐理纳; 吁文贵; 田金英; 刘秦越. 阿魏酸钠对花生四烯酸代谢的影响[J]. 药学报, 1990,25(6): 412-416
 30. 薛玲; 张守仁; 於毓文. 用细口径反相柱HPLC分离多种前列腺素[J]. 药学报, 1989,24(4): 300-301
 31. 肖殿模; 王晓鲁; 陈华粹. 山萘萜碱对内毒素刺激的巨噬细胞和内皮细胞前列腺素合成的影响[J]. 药学报, 1988,23(5): 327-331
 32. 谷福根; 崔福德; 高永良. 前列腺素E₁与羟丙基- β -环糊精在水溶液中包合作用的研究[J]. 药学报, 2004,39(9): 742-746
 33. 吴元鏊; 金碧燕; 杨光中; 胡家玉; 王志蓉. 消旋17-苯-18,19,20-三碳前列腺素F_{2 α} 甲酯及其15-差向异构体的合成[J]. 药学报, 1983,18(5): 351-355
 34. 叶干才; 许焯; 钱绍祯; 蒋秀娟; 孙伟康; 唐希灿. 大剂量PGE对大鼠生精作用及组织PG含量的影响[J]. 药学报, 1983,18(6): 406-410
 35. 周志仁; 顾重华; 许广和; 应翠堤. 利凡诺引产时羊水中前列腺素水平的动态研究[J]. 药学报, 1983,18(8): 569-571
 36. 周美华; 李全; 束怀德; 包亚敏; 褚云鸿. 天花粉抗早孕作用的药理研究[J]. 药学报, 1982,17(3): 176-181
 37. 刘志煜; 吴向荣. 用二异丁基铝氢还原前列腺素中间体[J]. 药学报, 1982,17(4): 296-298

38. 王仲山;朱耀华;张叔良;诸季瑜;王美丽. 15-甲基前列腺素 F_{2a} 的衍生化高压液相层析测定[J]. 药化学报, 1982,17(8): 603-608

文章评论 (请注意:本站实行文责自负, 请不要发表与学术无关的内容!评论内容不代表本站观点.)

反馈人	<input type="text"/>	邮箱地址	<input type="text"/>
反馈标题	<input type="text"/>	验证码	<input type="text" value="1000"/>

Copyright 2008 by 药化学报