

盐酸小檗碱及其片剂中有关物质检查方法的探讨

朱天明 马伟东(扬州市宝应药品检验所 宝应 225800)

摘要 目的: 盐酸小檗碱原料及其制剂中有关物质产生及检查方法的探讨。方法: 盐酸小檗碱干燥过程中, 因受高温的影响产生分解产物, 能被薄层色谱检出。结论: 操作简单, 准确性、重现性好, 可有效地控制其产品质量。

关键词 盐酸小檗碱; 温度; 有关物质; 薄层色谱

Study on the Determination Method of Relative Substance in Berberine Hydrochloride and Its Tablets

Zhu Tianming, Ma Weidong (Baoying District Institute for Drug Control, Baoying 225800)

Abstract Objective: The study of production of relative substance in the berberine hydrochloride raw material and its products **Method:** In the dry process, the Berberine Hydrochloride decompositions were Produced because of being affected by high temperature, which can be detected by TLC. **Conclusion:** The operation is simple, accurate, reproducible, and can control its product quality effectively.

Key words berberine hydrochloride; temperature; relative substances; TLC

盐酸小檗碱及其片剂、胶囊剂收载于中国药典 2005 年版二部中, 其原料药检查其他生物碱, 而制剂不检查^[1], 作者在试验中发现有部分盐酸小檗碱片中有的存在着分解产物, 为了保证药品质量, 我们考察了盐酸小檗碱干燥温度对质量的影响, 在一定的温度条件下会产生分解产物小檗红碱, 用薄层色谱法进行探讨。

一、试药与样品

硅胶 G 薄层板(厚度: 0.3mm): 取薄层层析硅胶 G (60 型) 适量, 加 0.25% CM C 溶液, 依法制备^[2]; 乙醇、三氯甲烷、甲醇、氨水均为分析纯。对照品: 盐酸小檗碱、药根碱、巴马汀(中国药品生物制品检定所提供), 小檗红碱(分析纯)。样品: 盐酸小檗碱原料(经检验符合中国药典规定), 盐酸小檗碱片为市售品。

二、方法与结果

1. 温度影响试验

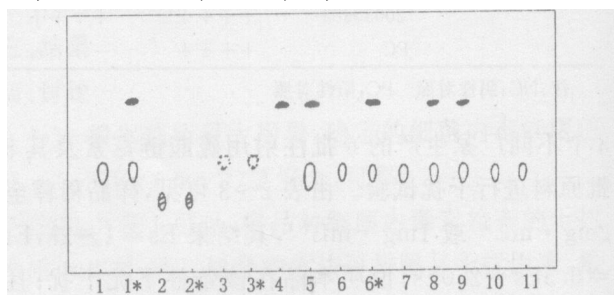
取盐酸小檗碱、药根碱、巴马汀对照品与盐酸小檗碱对照品和原料分别放入称量瓶中, 置电热恒温干燥箱中干燥, 当温度到达 85℃ 时, 盐酸小檗碱对照品与原料外观由淡黄色渐变为黄棕色, 并随着温度升高颜色而加深; 药根碱外观由金黄色渐变为深棕色; 巴马汀外观由黄棕色渐变为棕色。按“对照品溶液制备”项下, 盐酸小檗碱与干燥品的乙醇溶液由淡黄色变为黄棕色; 药根碱、巴马汀与干燥品的乙醇溶液比较颜色几乎无变化。

2. 薄层色谱检查

对照品溶液制备: 乙醇为溶剂, 超声使溶解。盐酸小檗碱(2mg/ml)、药根碱(0.1mg/ml)、巴马汀(0.04mg/ml)、小檗红碱(0.02mg/ml)、混合溶液(含盐酸小檗碱 2mg 与小檗红碱 0.02mg/ml)。

样品溶液制备: 取盐酸小檗碱 10 片, 除去包衣层, 研细, 精密称取适量, 置试管中加乙醇, 超声使溶解, 用干燥的滤纸滤过, 取滤液, 用乙醇稀释(2mg/ml) 备用。

薄层层析: 取对照品与样品溶液各 4μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-氨水(7.5:2:0.5)为展开剂, 使用前强烈振摇使混合均匀, 置层析缸中, 展开, 取出, 立即在日光下检视; 晾干, 置紫外光灯(365nm)下, 检视巴马汀(见图)。



薄层色谱图

斑点: ● 红色 ○ 黄褐色 ○ 淡黄色 ○ 淡黄色荧光
对照品: 1、盐酸小檗碱 2、药根碱 3、巴马汀 4、小檗红碱 5、混合溶液
样品: 6、盐酸小檗碱原料 盐酸小檗碱片产地: 7、成都 8、成都
9、成都 10、高邮 11、盐城
*: 为干燥后样品

薄层色谱图显示: 药根碱、巴马汀干燥前后, 斑点位置和颜色无变化。干燥后的盐酸小檗碱对照品与原料, 混合溶液、部分市售片剂约在 R_f 值: 0.7处, 呈现与小檗红碱对照品位置完全相同的红色斑点。

三、讨论

1. 文献报道, 盐酸小檗碱为黄色小针状结晶, 加热至 220°C 左右分解, 生成红棕色的小红檗碱, 继续加热至 285°C 左右完全熔融^[3]。我们试验发现经检验合格的盐酸小檗碱, 当干燥温度在 85°C 左右时会产生部分分解产物, 因此, 原料和制剂生产干燥过程中要确保受热均匀, 防止局部过热, 同时应严格控制

温度在 80°C 以下。

2. 按照《中国药典》盐酸小檗碱的检查其他生物碱项下, 所采用薄层色谱法试验条件进行检查小檗红碱, 结果不能被检出, 但能被本法检出, 具有斑点清晰, 重现好的特点。为了更好地控制盐酸小檗碱原料及其制剂的质量, 建议在质量标准中增加有关物质的检查项目。

参考文献

- [1] 中华人民共和国药典 二部2005; 464-466
- [2] 中华人民共和国药典 二部2005; 附录VB
- [3] 肖宗厚主编 中药化学 上海科学技术出版社, 1997: 143

僵蚕薄层鉴别方法的改进

张丽增 代云桃 秦雪梅* 王爱娜(山西大学化学化工学院 山西太原 030006)

摘要 目的: 改进中药材僵蚕的薄层鉴别的方法。方法: 甲醇溶解, 超声提取, 氯仿-甲醇(12:1)展开, 365nm 紫外灯下检视。结果: 对照药材图谱中有清晰的红色荧光斑点, 无阴性干扰。结论: 该方法操作简单, 斑点清晰, 重现性好, 可用于不同来源僵蚕药材的鉴别及利咽灵片中僵蚕药材的检测。

关键词 僵蚕; 薄层鉴别

Improvement on TLC Identification of Bombyx Batryticatus

Zhang L i-zeng, Dai Yun-tao, Q in Xue-mei, W ang A i-na (College of Chemistry and Engineering of Shanxi University, Taiyuan 030006)

Abstract **Objective:** To improve the method for identifying Bombyx Batryticatus. **Methods:** Bombyx Batryticatus is ultrasonic extracted with methanol, spotted on silica gel G plate, and then developed in the mobile phase (trichloromethane: methanol=12:1). **Results:** Characteristic spots can be observed at 365nm. **Conclusion:** The method is simple, reliable and could be used for identifying Bombyx Batryticatus.

Key words Bombyx Batryticatus; TLC

僵蚕(Bombyx Batryticatus)具祛风解痉, 化痰散结之功效, 常用于治疗中风、惊痫抽搐及风热头痛^[1], 是常用动物类中药材。《中国药典》2000年版僵蚕鉴别项下, 只收载其粉末的显微鉴别, 且现有的文献^[1]报道的薄层鉴别方法以碘熏法显色, 耗时多, 稳定性差。笔者经多次实验摸索建立了僵蚕薄层鉴别的新方法, 并对含僵蚕的中成药利咽灵片进行了薄层鉴别, 斑点清晰, 重现性良好。现报道如下:

1. 实验材料

1.1 实验仪器与材料: $10\mu\text{l}$ 点样器, 硅胶G(青岛海洋化工厂), 氯仿、甲醇(分析纯)。利咽灵片(市售); 药材样品3种(分别购自不同药店, 由山西大学药物研究中心秦雪梅教授按《中国药典》2000版僵

蚕的性状、鉴别项鉴定, 其2种样品(标为1#、2#)为正品, 另1种样品与正品性状不符(标为3#)。僵蚕阴性样品(本室自制)。

1.2 色谱条件

层析板: 取硅胶G, 加5%羧甲基纤维素钠, 研匀, 铺板, 干燥, 105°C 活化1小时。

展开剂: 氯仿-甲醇(12:1)。

2. 实验方法与结果

2.1 药材溶液的制备: 分别取3种僵蚕粗粉各1g, 置50ml具塞三角烧瓶中, 加甲醇20ml, 超声提取30min, 滤过, 滤液浓缩至1ml, 作为对照药材溶液。

2.2 利咽灵片供试品溶液的制备: 取利咽灵片10片, 研碎, 过筛, 置100ml具塞三角烧瓶, 加甲醇