

## 薄层扫描法测定通达滴鼻剂中小檗碱的含量

## Determination of Berberine in Tongdadibiji by TLC-scanning

赖茂祥 梁珍惠\*

Lai Maoxiang Liang Zhenhui

(广西中医药研究所, 南宁市东葛路 20-1号 530022)

(Guangxi Institute of Traditional Medical and Pharmaceutical Sciences,  
20-1 Donggelu, Nanning, Guangxi, 530022, China)

**摘要** 采用双波长薄层扫描法测定通达滴鼻剂中小檗碱的含量, 点样量在 0.25~ 2.59 $\mu$ g 范围内呈良好的线性关系, 平均回收率为 98.84% ( $n = 5$ )。该方法可靠, 数据准确, 操作简便, 易行, 可以作为通达滴鼻剂质量控制的方法之一。

**关键词** 通达滴鼻剂 小檗碱 含量测定 薄层扫描法

中图分类号 TQ460.72

**Abstract** To establish the quality control standard for Berberine in Tongdadibiji, the content in Tongdadibiji was determined on TLC-scanning. The methodological study showed that a good linear correlation existed in the range of 0.25 $\mu$ g to 2.59 $\mu$ g of the sample applied, and the average recovery was 98.84% ( $n = 5$ ). It shows that this method is reliable, accurate and simple.

**Key words** Tongdadibiji, Berberine, determination, TLC-scanning

通达滴鼻剂是国家批准正式上市的药品(批准文号: 国药准字 B20020318)。通达滴鼻剂由黄连、辛夷、白芷等 5 味中药组成。具有疏散风寒, 辛温通窍, 止痛止痒的功能, 用于各种急慢性鼻炎。本药品的主要药物黄连主含小檗碱。为了制定通达滴鼻剂中小檗碱的含量控制标准, 我们建立双波长薄层扫描法测定通达滴鼻剂中小檗碱的含量。该方法可靠, 简便易行, 可以作为通达滴鼻剂质量控制的重要指标之一。

## 1 仪器与药品

日本岛津 CS-930 双波长薄层扫描仪; 定量毛细管 (USA Drummand scientific Co. 生产); BXIH 型薄层层析点样台 (陕西前进机械厂生产); PBQH 型薄层自动铺板器 (重庆南崖新力电器厂生产); ZFH 三用紫外分析仪 (上海顾村电光仪器厂生产); 对照品盐酸小檗碱 (批号: 713-8702, 供含量测定用, 中国药品生物制品检定所生产, 经薄层扫描测定, 纯度为 100%); 硅胶 G (青岛海洋化工厂生产); 正丁醇、冰醋酸等均为分析纯。通达滴鼻剂样品 (批号: 200203) 广西药用植物园制药厂生产。

## 2 方法与结果

### 2.1 对照品溶液的制备

精密称取于 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的盐酸小檗碱, 加入甲醇溶解制成每毫升含 0.259mg 的溶液, 即得。

### 2.2 供试品溶液的制备

取通达滴鼻剂 10 支内容物, 混匀, 精密量取 25 ml, 用氯仿振摇提取 5 次 (20 ml 15 ml 15 ml 10 ml 10 ml), 合并氯仿液, 在水浴上蒸至少量, 取出, 放冷, 转移至 2 ml 容量瓶中, 加氯仿至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

### 2.3 色谱条件及扫描条件

色谱条件: 吸附剂为硅胶 G 65 g, 与 0.7% 羧甲基纤维素钠 160 ml, 匀浆, 用自动铺板器铺板, 制成厚度为 0.3 mm 的 10 cm $\times$  20 cm 薄层板, 于 105 $^{\circ}$ C 活化 1 h, 取出放冷, 置干燥器中备用。展开剂: 正丁醇-冰醋酸-水 (7: 1: 2)。扫描条件: 双波长反射法锯齿扫描。

### 2.4 测定波长的选择

吸取盐酸小檗碱对照品及本品供试品适量点样, 展开, 取出, 凉干, 定位, 用 CS-930 型双波长薄层扫描仪在 350~ 600 nm 波长段进行光谱扫描, 对照品和供试品均在 430 nm 波长处有最大吸收 (图 1) 故选用波长  $\lambda_s = 430$  nm 作为测定波长; 参比波长为

2003-03-05 收稿, 2003-06-25 修回。

\* 广西中医学院学生。

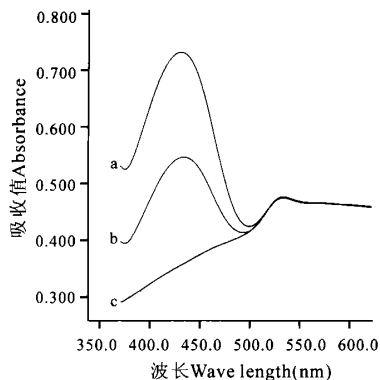


图 1 通达滴鼻剂薄层色谱紫外吸收扫描图

Fig. 1 UV of TLC-scanning of Tongdadibiji

a. 盐酸小檗碱对照品; b. 通达滴鼻剂供试品; c. 阴性对照 (不含黄连)

a. Control sample of berberine hydrochloride; b. Sample of Tongdadibiji; c. Control sample (non-coptidis rhizoma) in negative test.

### 2.5 线性关系

用定量毛细管精密吸取浓度为 0.259 mg/ml 的盐酸小檗碱溶液 1 $\mu$ l, 2 $\mu$ l, 3 $\mu$ l, 4 $\mu$ l, 6 $\mu$ l, 8 $\mu$ l, 10 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G- CMC- Na 薄层板上测定。以浓度为横坐标, 峰面积值为纵坐标, 绘制标准曲线。结果 (图 2 图 3) 表明: 盐酸小檗碱点样量在 0.25~ 2.59 $\mu$ g 范围内呈良好的线性关系。其回归方程为:  $A = 306.41C + 65.314; r = 0.9995$

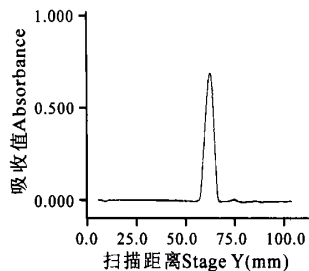


图 2 盐酸小檗碱对照片薄层色谱图

Fig. 2 TLC-scanning of berberine hydrochloride

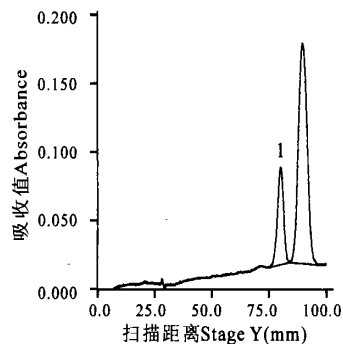


图 3 样品薄层色谱图

Fig. 3 TLC-scanning of samples

1. 盐酸小檗碱 Berberine hydrochloride.

### 2.6 稳定性试验

取供试液点样于薄层板上, 展开, 取出; 晾干, 定位, 按每隔 1 h 扫描测定 1 次, 其斑点峰面积积分值分别为: 631.668, 647.496, 625.127, 638.985, 625.753, 617.812, 615.453, 610.787, RSD 为 1.97% ( $n = 8$ )。说明斑点峰面积积分值在 8 h 内稳定

### 2.7 精密度试验

仪器精密度: 取供试液 3 $\mu$ l 点于薄层板上, 展开, 取出, 晾干, 定位, 测定同一斑点 5 次。结果 RSD = 0.69%。

同板精密度: 取同一供试品溶液在同一硅胶 G 薄层板上点样 5 次, 展开, 取出, 晾干, 定位, 测定结果 RSD = 2.25%。

异板精密度: 取同一供试品溶液在 5 块硅胶 G 薄层板上, 分别点样, 展开, 取出, 晾干, 定位, 测定结果 RSD = 3.60%。

### 2.8 重现性试验

取同一批号样品 5 份, 分别测定含量, 结果为 0.0310 mg/ml; 0.0302 mg/ml; 0.0318 mg/ml; 0.0308 mg/ml; 0.0324 mg/ml;  $\bar{X} = 0.0312 \text{ mg/ml}$ ; RSD = 2.77%。

### 2.9 回收率试验

用加样回收率方法<sup>[1]</sup>测定。取本品 15 ml (共 5 份; 含量为 0.32 mg/ml), 分别定量加入浓度为 0.30 mg/ml 盐酸小檗碱对照品 1 ml, 按样品溶液制备方法进行处理, 测定, 结果平均回收率为 98.84% ( $n = 5; RSD = 3.6\%$ )。

### 2.10 空白干扰试验

按相应处方量称取各味药材 (缺黄连) 共 4.6 g, 按本品工艺进行提取制备, 作为阴性对照溶液。照样品测定方法在同一薄层板上点样, 展开, 扫描测定。结果表明, 空白对照液在盐酸小檗碱相应出峰处无干扰 (图 4)

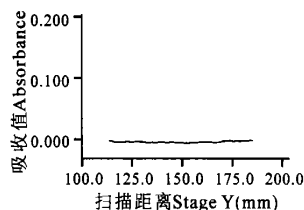


图 4 空白试验薄层色谱图

Fig. 4 TLC-scanning of control test

### 2.11 样品测定

精密吸取 10 批通达滴鼻剂样品, 按样品溶液的 (下转第 231 页 Continue on page 231)

长作用与体内 cAMP 的高水平有关, 即与高水平的 cAMP 引起脂肪组织中激素敏感脂酶 (Hormone-sensitive Lipase, HSL) 的活化而保持高的脂肪分解能力有关<sup>[12]</sup>; 也与 cAMP 作为激素介导体使机体能量重新分配, 使更多的能量用于体蛋白的合成有关<sup>[10]</sup>; 此外, cAMP 还可减少胰岛素与脂肪细胞的结合, 以此对抗胰岛素对体脂沉积的促进作用<sup>[12]</sup>。

综上所述, 天然植物提取物对仔猪的促生长作用可能是通过影响仔猪内分泌系统机能而实现的, 似是一种整体效应, 一方面通过提高饲料养分消化率而促进生长<sup>[9]</sup>, 另一方面, 是通过促进 GH IGF-I 的合成和分泌, 加强合成代谢; 同时促进 T<sub>3</sub>、T<sub>4</sub> cAMP 的合成和分泌, 促进脂肪的动员, 加速脂肪的氧化和分解。

### 参考文献

- 田允波, 葛长荣. 21 世纪呼唤绿色畜产品. 黑龙江畜牧兽医, 2001, 7: 41~ 42.
- 葛长荣, 田允波, 段 纲等. 中草药饲料添加剂研究现状与发展趋势. 云南畜牧兽医, 1998, 4: 10~ 16.
- 田允波, 葛长荣, 高士争. 天然植物中草药对生长肥育猪生长性能胴体品质和肉质特性的影响. 中国畜牧杂志, 2003,

- 39(1): 22~ 23.
- 杨 华, 傅 衍, 陈安国. 猪血液生化指标与生产性能的关系. 国外畜牧科技, 2001, 1: 34~ 37.
- 伍革民, 柳小春, 施启顺等. 血浆酶活性与猪生产性状及其杂种优势的相关研究. 甘肃畜牧兽医, 1999, 1: 34~ 36.
- 江青艳, 傅伟龙. 神经内分泌生长轴对动物生长发育的调控及机制. 动物科学进展, 北京: 中国农业科技出版社, 2001. 1~ 19.
- 傅伟龙, 江青艳, 高 萍等. 动物生理学. 北京: 中国农业科技出版社, 2001. 226~ 227.
- Buonomo F C, Lauterio T J, Baile C A. Determination of insulin-like growth factor I and IGF binding protein levels in swine. Domestic Animal Endocrinology, 1987, 4: 23~ 31.
- 李崎华, 高士争, 葛长荣等. 中草药添加剂对生长肥育猪营养物质消化率的影响研究. 云南农业大学学报, 2002, 1: 81~ 85.
- 曾林森. 关于环核苷酸与家畜生长之调控. 甘肃畜牧兽医, 1995, 5: 27~ 28.
- Newsholme E A, Start C. Regulation in Metabolism. London: John Wiley and Sons, 1973. 198~ 201.
- 杨在清, 甘 莉. 不同生长时期长白猪体脂代谢的特点与 cAMP 的调控作用. 畜牧兽医学报, 1998, 3: 220~ 224.

(责任编辑: 邓大玉 曾蔚茹)

(上接第 227 页 Continue from page 227)

制备项下操作, 制备样品溶液 分别吸取供试品溶液 3 $\mu$ l, 对照品溶液 1 $\mu$ l 与 3 $\mu$ l, 分别交叉点于同一块以羟甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶薄层板上, 以正丁醇-冰醋酸-水 (7: 1: 2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 并进行测定. 测定结果见表 1

表 1 10 批样品小檗碱含量测定结果 (n= 3)

Table 1 The content of ten batches of the berberine samples (n= 3)

样品批号 Batch sample	含量 Content(mg /ml)			平均值 Average content	相对平均 偏差 Relative average deviation (%)
	1	2	3		
000201	0.0310	0.0302	0.0318	0.0310	2.58
000206	0.0313	0.0322	0.0325	0.0320	1.95
000305	0.0294	0.0322	0.0298	0.0305	4.97
000312	0.0234	0.0220	0.0229	0.0228	3.11
000417	0.0210	0.0228	0.0218	0.0219	4.11
000508	0.0300	0.0302	0.0314	0.0305	2.48
000519	0.0364	0.0382	0.0375	0.0375	2.63
000523	0.0340	0.0348	0.0349	0.0349	2.73
000602	0.0301	0.0305	0.0319	0.0308	3.07
000607	0.0208	0.0219	0.0220	0.0216	3.08

表 1 结果表明, 10 批样品中, 最低含量为 0.0216%, 最高含量为 0.0375%, 平均含量为 0.0294%。考虑到本品在大生产时药材产地不同、药材采收季节不同等原因, 以及在大量加工提取时存在生产条件的差异, 故暂定本品每支 (10 ml) 含黄连以盐酸小檗碱 (C<sub>20</sub>H<sub>7</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>·HCl) 计, 不少于 0.20 mg

### 3 结束语

以正丁醇-冰醋酸-水 (7: 1: 2) 为展开剂, 双波长反射法锯齿扫描的薄层扫描法测定通达滴鼻剂中小檗碱的含量, 点样量在 0.25~ 2.59 $\mu$ g 范围内呈良好的线性关系, 平均回收率为 98.84% (n= 5) 方法可靠, 数据准确, 操作简便, 易行, 可以用于测定通达滴鼻剂的小檗碱含量, 从而控制药品的内在质量。

### 参考文献

- 郭怀忠, 崔秀彦. 关于药物定量分析中加样回收率实验的再探讨. 中成药, 1996, 18(7): 36

(责任编辑: 邓大玉 曾蔚茹)