

前列康舒胶囊薄层色谱鉴别方法改进

胡双丰 (宁波市药品检验所, 浙江 宁波 315040)

摘要 目的:改进提高前列康舒胶囊薄层色谱(TLC)鉴别方法。方法:简化操作程序,将具有共性的目标成分用同一方法提取,展开。结果:目标成分可以得到有效分离,斑点清晰,背景几无干扰。结论:在确保鉴别的专一性和准确性的基础上,使检验方法得以简化与优化。

关键词 前列康舒胶囊;薄层色谱;方法改进

中图分类号:R927 **文献标识码:**A **文章编号:**1006-0111(2008)06-0457-02

前列康舒胶囊标准系由国家食品药品监督管理局批准发布的药品标准[试行,标准编号为 WS-5071(B-0071)-2002]。笔者先后多次接触该药检验,曾尝试在不减少被检测成分的原则上,将该标准中鉴别项下的 4 个 TLC 压缩到 2 个,以期简化操作步骤,提高效能。经过多批检品反复验证,收效满意,现报告如下。

1 仪器与试药

仪器:CQ-50 超声波清洗器(上海超声波仪器厂)。

试药:供试品 前列康舒胶囊 3 批,均系吉林省镇赉银诺克药业有限公司产品,批号 20050104,20050406,20050709。规格 每粒装 0.3 g。对照品及对照药材均由中国药品生物制品检定所提供。虎杖(批号 980-9301),大黄素(0756-9707),莪术(973-9201),淫羊藿苷(0737-200312),黄芪甲苷(0781-200311)。所用化学试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 前列康舒胶囊[鉴别]项原有的 4 个 TLC^[1]方法:

2.1.1 虎杖、大黄素的鉴别 取供试品,加甲醇回流提取,滤过,滤液蒸干,残渣加水使溶解,再用乙醚提取,回收乙醚至干,残渣加氯仿使溶解,作为供试品溶液。另取虎杖对照药材,同法制成对照药材溶液。大黄素对照品制成甲醇溶液。然后取这 3 种溶液分别点于同一硅胶 G 薄层板上,进行展开和显色。

2.1.2 淫羊藿苷的鉴别 取 2.1.1 项下乙醚提取后的水溶液,用正丁醇提取,再用碱液洗涤,弃去碱

液,正丁醇液再用水洗涤,弃去水液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇使溶解,作为供试品溶液。另取淫羊藿苷对照品,制成甲醇溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法点样、展开和显色。

2.1.3 莪术的鉴别 取供试品乙醚提取液,滤过,滤液挥干乙醚,残渣加醋酸乙酯使溶解,作为供试品溶液。另取莪术对照药材,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法展开和显色。

2.1.4 黄芪甲苷的鉴别 供试品溶液同 2.1.2 项下的供试品溶液。另取黄芪甲苷的甲醇溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法展开并显色。

2.2 前列康舒胶囊 2.1.2 项改进后的 2 个 TLC:

2.2.1 取本品内容物 5 g,加甲醇 30 mL,超声处理 20 min,滤过,滤液蒸干,残渣加水 20 mL 使溶解,用乙醚振摇提取 2 次,每次 20 mL,合并乙醚提取液,挥去大部分乙醚,浓缩至约 2 mL,作为供试品溶液。另取虎杖、莪术对照药材各 1 g,同法各制成对照药材溶液。再取大黄素对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法^[2]试验,吸取上述四种溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯-甲酸(4:1:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,先置氨蒸气中熏至斑点清晰;然后取出薄层板,挥尽氨气,再喷以 5% 香草醛硫酸溶液,在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,经氨气熏后,在与虎杖对照药材及大黄素对照品色谱相应的位置上,显相同的红色斑点;经 5% 香草醛硫酸溶液显色后,在与莪术对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。见图 1。

2.2.2 取 2.1.1 项下乙醚提取后的水溶液,用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次,每次 20 mL,合并正丁醇提取液,用以正丁醇饱和的 1% 氢氧化钠溶液洗涤 2 次,每次 20 mL,弃去碱液,再以正丁醇饱和的水溶液洗涤 2 次,每次 15 mL,弃去水液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另分别

取淫羊藿苷、黄芪甲苷对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述三种溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-水(13:7:3)的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。见图 2。

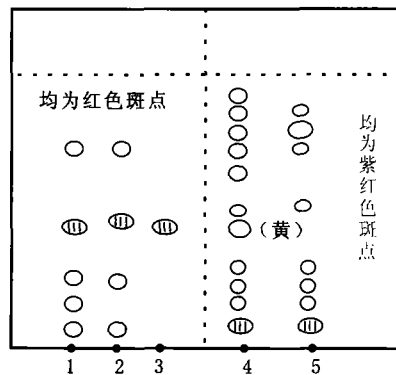


图 1 前列康舒胶囊与虎杖、大黄素、莪术的 TLC 图谱
1,4-供试品;2-虎杖;3-大黄素;5-莪术

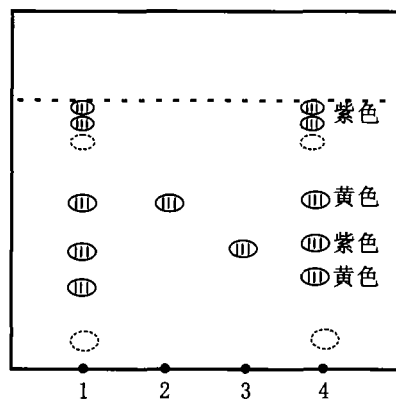


图 2 前列康舒胶囊与淫羊藿苷、黄芪甲苷的 TLC 图谱
1,4-供试品;2-淫羊藿;3-黄芪甲苷

3 小结与讨论

3.1 在实验过程中,曾将原有的 4 种展开剂对应试用于改进后的 2 个 TLC 中,并不断改变其原有组分与比例,经反复摸索筛选,最终确定上述两种展开剂为优。即以正己烷-醋酸乙酯-甲酸(41:0.1)适用于虎杖、大黄素与莪术的同时展开,以氯仿-甲醇-水(13:7:3)的下层溶液为展开剂适用于淫羊藿苷、黄芪甲苷的同板展开,目标成分及对照药材均能得以有效分离。

3.2 由于虎杖所含蒽醌类成分与莪术所含芳香物质均属脂溶性成分,可共溶于乙醚液中,所以其乙醚提取液可与大黄素同条件展开。展开后先用氨气熏使虎杖和大黄素斑点变为红色,然后取出薄层板,挥尽氨气,再喷以 5% 香草醛硫酸溶液使莪术显色。此外,也可通过半掩盖方式分次显色。即先用一玻璃板遮盖半边薄层板,进行第一次显色,然后遮盖另半边作第二次显色,以此交替更换不同的显色剂。

3.3 淫羊藿苷与黄芪甲苷均能溶于含水正丁醇而难溶于乙醚,因此,可用同一方法提取制备所用的供试液。此时,恰可取用 2.2.1 项下经乙醚脱脂后的水溶液,用以水饱和的正丁醇提取这两种苷类,然后以 1% 氢氧化钠溶液洗涤,以除去内酯类或有机酸类杂质,再以正丁醇饱和的水溶液洗除多余的碱液。之后将正丁醇液蒸干,残渣转溶于甲醇即可。如此,2 个 TLC 只需一份供试品和先后制备的两份供试液即可满足原来的 4 个 TLC 检测需要,既节约了供试品与试剂用量,又省去了多次提取多次展开的麻烦,正可谓事半功倍。显然,改进后的方法相对简便,省时省料,而且斑点清晰,背景无干扰,结果可靠,认为可作为前列康舒胶囊鉴别方法,建议国家药典会修订该药标准时予以参考。

参考文献:

- [1] 国家药品监督管理局标准. [(试行) WS-5071 (B-0071)-2002].
- [2] 中国药典. 2005 年版. 一部. 2005. 附录 VI B.

收稿日期:2008-03-13

(上接第 421 页)

- [10] Bianchi C, Airaud CB. Sorption studies of dipotassium clorazepate salt (Tranxene) and midazolam hydrochloride (Hypnovel) in polyvinyl chloride and glass infusion containers [J]. J Clin Pharm Ther, 1992, 17: 223.
- [11] Johnson CE, Cober MP. Stability of vecuronium in sterile water for injection stored in polypropylene syringes for 21 days [J]. Am J Health Syst Pharm, 2007, 64(22): 2356.
- [12] Walker SE, Coons C, Matte D, et al. Hydromorphone and mor-

phine stability in portable infusion pump cassettes and minibags [J]. Can J Hosp Pharm, 1988, 41: 177.

- [13] Duafala ME, Kleinberg ML, Nacov C, et al. Stability of morphine sulfate in infusion devices and containers for intravenous administration [J]. Am J Hosp Pharm, 1989, 42: 195.
- [14] Vermeire A, Remon JP. The solubility of morphine and the stability of concentrated morphine solutions in glass, polypropylene syringes and PVC containers [J]. Int J Pharm, 1997, 146: 213

收稿日期:2008-06-17