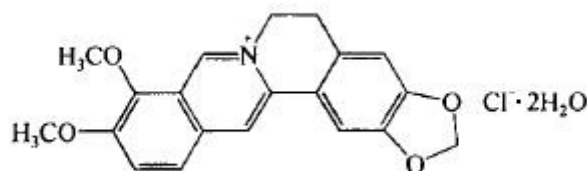


盐酸小檗碱质量标准(草案)

Yansuan Xiaobojian

Berberine Hydrochloride



$C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 2H_2O$ 407.85

本品为 5, 6-二氢-9, 10-二甲氧苯并[g]-1, 3-苯并二氧戊环[5, 6- α]喹啉盐酸盐二水合物。按无水物计算, 含 $C_{20}H_{18}ClNO_4$ 提取物不得少于 97.0%, 合成品不得少于 98.0%。

【性状】 本品为黄色结晶性粉末; 无臭。

本品在热水中溶解, 在水或乙醇中微溶, 在三氯甲烷中极微溶解, 在乙醚中不溶。

【鉴别】 (1) 取本品约 0.1g, 加水 10ml, 缓缓加热溶解后, 加氢氧化钠试液 4 滴, 放冷 (必要时滤过), 加丙酮 8 滴, 即发生浑浊。

(2) 取本品约 5mg, 加稀盐酸 2ml, 搅拌, 加漂白粉少量, 即显樱红色。

(3) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱一致。

(4) 取本品约 0.1g, 加水 20ml, 缓缓加热溶解后, 加硝酸 0.5ml, 冷却, 放置 10 分钟, 滤过, 滤液显氯化物鉴别 (1) 的反应 (附录 0301)。

【检查】 有关物质 取本品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液, 作为供试品溶液; 另取盐酸药根碱对照品和盐酸巴马汀对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液, 分别作为对照品溶液 (1) 和 (2); 精密量取供试品溶液 2ml 和对照品溶液 (1) 和 (2) 各 10ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 作为对照溶液; 取对照品溶液 (2) 1ml, 用供试品溶液稀释至 10ml, 摇匀, 作为系统适用性溶液。照高效液相色谱法 (附录 0512) 试验, 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以 0.01mol/L 磷酸二氢铵溶液 (用磷酸调节 pH 值至 2.8)-乙腈 (75: 25) 为流动相; 检测波长为 345nm。取系统适用性溶液 10 μ l, 注入液相色谱仪, 巴马汀峰与小檗碱峰间的分离度应符合要求。精密量取对照溶液与供试品溶液各 10 μ l, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的 2 倍。供试品溶液的色谱图中, 如有与药根碱峰和巴马汀峰保留时间一致的色谱峰, 按外标法以峰面积计算, 均不得过 1.0%; 其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中小檗碱峰的峰面积 (2.0%)。

氰化物 取本品 0.50g，依法检查（附录 0806 第一法），应符合规定（合成品）。

有机腈 取研细的本品约 0.25g，精密称定，置 25ml 具塞锥形瓶中，加无水乙醚 5ml，振摇 5 分钟，用垂熔漏斗（G5）滤过，用无水乙醚洗涤 3~4 次（每次 2ml），合并滤液与洗液，浓缩至约 0.5ml，作为供试品溶液；另取胡椒乙腈对照品适量，精密称定，加三氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录 0502）试验，吸取对照品溶液 10 μ l 与供试品溶液全量，分别点于同一硅胶 G（厚度 0.5mm）薄层板上，以苯-冰醋酸（25：0.1）为展开剂，展开，晾干，喷以 5% 钼酸铵硫酸溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热 10~20 分钟，检视，供试品溶液在与对照品溶液所显主斑点的相应位置上，不得显杂质斑点（合成品）。

水分 取本品，照水分测定法（附录 0832 第一法 A）测定，含水分不得过 12.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查（附录 0841），遗留残渣不得过 0.2%（提取品）或 0.1%（合成品）。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录 0821 第二法），含重金属不得过百万分之二十（合成品）。

【含量测定】 取本品约 0.3g，精密称定，置烧杯中，加沸水 150ml 使溶解，放冷，移置 250ml 量瓶中，精密加重铬酸钾滴定液（0.016 67mol/L）50ml，加水稀释至刻度，振摇 5 分钟，用干燥滤纸滤过，精密量取续滤液 100ml，置 250ml 具塞锥形瓶中，加碘化钾 2g，振摇使溶解，加盐酸溶液（1 \rightarrow 2）10ml，密塞，摇匀，在暗处放置 10 分钟，用硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）滴定，至近终点时，加淀粉指示液 2ml，继续滴定至蓝色消失，溶液显亮绿色，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 重铬酸钾滴定液（0.016 67mol/L）相当于 12.39mg 的 C₂₀H₁₈ClNO₄。

【类别】

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 盐酸小檗碱片