

薄层扫描法测定小檗属三种植物中的小檗碱含量*

— DETERMINATION OF BERBERINE IN THREE SPECIES — OF GENUS *BERBERIS* BY TLC SCANNING

廖志新 李玉林 纪兰菊 孙洪发

(中国科学院西北高原生物研究所, 西宁, 810001)

Liao Zhixin Li Yulin Ji Lanju Sun Hongfa

(Northwest Plateau Institute of Biology, The Chinese
Academy of Sciences, Xining, 810001)

董建生

(青海省林业局)

Dong Jiansheng

(Forest Bureau of Qinghai, Rrovince)

小檗碱, 俗称黄连素, 为中药小檗(三颗针)中的主含成分, 是临床上常用的药物。小檗碱含量的测定以往多用沉淀分析法和液相色谱法。本文首次采用薄层扫描法对青海产秦岭小檗(*Berberis circumserrata*)、直穗小檗(*B. dasystachya*)和匙叶小檗(*B. vernce*)的根及秦岭小檗茎中的小檗碱含量进行了测定分析, 取得较好效果, 为这 3 种小檗的合理利用, 提供了科学依据。

实验部分

(1) 仪器与试剂 日本岛津 CS-920 薄层扫描仪; 定量毛细管(美国 Drummond T); 高效硅胶薄层板 GF₂₅₄ (Merk 公司); 盐酸小檗碱标准品(中国药品生物制品检定所)。其余试剂均为 A. R 级。

(2) 实验材料 1995 年采自青海省湟中县(由青海省林业局董建生鉴定)。

实验方法

(1) 薄层色谱条件 硅胶 GF₂₅₄ 薄层板裁成 20×20cm, 置于干燥器内备用。展开剂, 丁醇: 醋酸: 水 (7: 1: 2)。显色剂碘化铋钾试液。

薄层扫描条件 采用反射锯齿扫描法, 测定波长 $\lambda=365\text{nm}$, 线性参数 $S_x=3$, 狭缝 $1.2\times 1.2\text{mm}$ 。

(2) 样品溶液制备 精密称取经 100℃ 干燥的样品适量, 以 95% 乙醇在索氏提取器中回流至无色为止, 配制成含样品量 20mg/ml 的溶液, 作为样品溶液供试液。

(3) 标准曲线制作 精密称取盐酸小檗碱标准品适量, 用 80% 乙醇溶解并稀释, 配制成含小檗碱 20mg/ml 的对照标准品溶液。分别吸取此对照标准品溶液 1、2、3、4、5、6 μl , 点于硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 置层析槽中展开, 挥干展开剂后, 放入薄层扫描仪中对斑点进行锯齿形扫描, 以面积积分值对小檗碱浓度绘制标准曲线, 回归方程 $y=0.0001x-0.0546$, $r=0.9996$ 。

(4) 稳定性试验 准确吸取吸收峰较高的秦岭小檗根供试液 2 μl 点样, 展开后每隔 20min 扫描一

* 本文于 1997 年 7 月 28 日收到。

次, 结果在 2h 稳定, RSD=0.66, n=6。

(5) 重复性实验 准确吸取吸收峰较高的秦岭小檗根供试液 5 份, 点于同一硅胶 GF₂₅₄ 板上, 展开, 依上法对斑点扫描 5 次, RSD=1.2, n=5。

(6) 精密度的试验 准确称取秦岭小檗根供试液 2 μ l, 于同一薄层板上点 5 个相同量的斑点, 同法展开、扫描, RSD=0.58%, n=5。

(7) 回收率试验 精密吸取 2 μ l 标准小檗碱溶液, 分别加入到 2 μ l 已知含量的秦岭小檗根供试液中, 共 5 份, 按前述方法点样测定混合液, 计算结果, 平均回收率为 92.41%, RSD=0.86, n=5。

(8) 样品测定 秦岭小檗根、茎提取液及直穗小檗、匙叶小檗根提取液与标准小檗碱对照液各 2 μ l, 交叉点于硅胶薄层板上, 展开、显色、扫描测定, 并计算样品中小檗碱含量, 结果见表 1。

表 1 扫描测定小檗碱含量

Table 1 Content of berberine by scanned determination

样品 Samples	测定面积平均值 Mean of determination area ($\bar{x}+s$)	小檗碱含量 Content of berberine (μ g)	百分比 Percentage (%)
秦岭小檗根 (<i>B. c.</i> Root)	6756	0.7038	1.76
秦岭小檗茎 (<i>B. c.</i> Stem)	2122	0.2213	0.55
直穗小檗根 (<i>B. d.</i> Root)	5504	0.5734	1.44
匙叶小檗根 (<i>B. v.</i> Root)	5040	0.5255	1.31

讨论

从表 1 可以看出, 秦岭小檗根的小檗碱含量约为茎中含量的 3 倍多; 在根含量中, 秦岭小檗的含量大于直穗小檗及匙叶小檗含量; 直穗小檗的根含量又大于匙叶小檗, 因此在开发利用中应尽量选用秦岭小檗, 以避免大量资源的破坏和浪费。

用薄层扫描法测定植物中的有效成分, 具有简便快速、结果稳定、重现性较好的优点, 尤其在含量较低的样品测定分析上效果比沉淀法, 液相色谱法好, 若用沉淀法则测不出秦岭小檗茎中小檗碱的含量, 而用薄层扫描法则可测出。

关键词: 小檗属; 小檗碱; 薄层扫描

Key words: *Berberis*; Berberine; TLC scanning