

薄层扫描法测定助杀灵中苦参碱含量

朱元元¹,靖迎春¹,范 鹰²

(1. 南开大学元素所,天津 300071; 2. 天津城市建设学院,天津 300381)

摘 要: 研究了利用薄层扫描法对助杀灵中苦参碱的含量测定。结果表明,线性范围在 0.97—4.85 μg, 平均回收率为 93.18%。*RSD* 为 2.53%。该方法灵敏、简便,稳定性好,重现性好。

关键词: 绿色农业; 苦参; 薄层扫描法; 助杀灵

中图分类号: X502 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-0267(2001)05-0372-02

Determination of Matrine in ZHUSHALING by Thin Layer Chromatography Scanning

ZHU Yuan-yuan¹, JING Ying-chun¹, FAN Ying²

(1. Research Institute of Elemento-Organic Chemistry Nankai University, Tianjin 300071 China;

2. Tianjin Institute of Urban Construction, Tianjin 300381 China)

Abstract: The analytical method of Matrine in ZHUSHALING by thin layer chromatography scanning (TLCS) was established. Linearity was found in an range of 0.97—4.85μg of Matrine, while the average recovery was 93.18% and relatively standard deviation (*RSD*) was 2.53%, respectively. The method was found to be highly sensitive, simple, precise and reproducible.

Keywords: green agriculture; matrine; TLCS; ZHUSHALING

助杀灵是由苦参、槟榔等近十味中草药经提纯而成的生物农药增效剂。助杀灵与现有化学农药按一定比例混合使用,可提高农药的杀虫效果,降低农药的用量,从而可使化学农药的残留量减少甚至为零,为实现绿色农业提供了一条可行途径。

助杀灵农药增效剂中苦参为中药,故以其作为该剂有效成分含量的标准。

苦参(*sophore flavescens ait*)为豆科槐属植物,是常用中药,具有清热利湿,祛风杀虫作用^[1]。

苦参中含有苦参碱、氧化苦参碱等 17 种生物碱^[2],其中苦参碱具有抗肿瘤、抑菌等功效。因此选用苦参碱为定量成分。

由于中药成分十分复杂,本品又是近十味中药的大复方制剂,群药对测定苦参所含苦参碱有干扰,故本文参照文献[3]采用薄层扫描法测定苦参碱的含量。方法简便易行,能排除其它成分的干扰,结果满意。

1 材料和方法

收稿日期: 2001-04-01

作者简介: 朱元元(1957—),女,现在南开大学元素所工作,副教授。主要从事药物合成、中药的开发与新药研究;新药质量标准、制备研究等。

1.1 仪器设备

CS-930 型双波长薄层扫描仪(岛津);
定量毛细管(2 μL,1 μL,岛津);
高效硅胶 G 薄层板(10 cm × 10 cm,青岛海洋化工厂);
电子天平(0.000 1 g,梅特勒—托利多有限公司);
旋转蒸发仪(上海医疗器械厂)。

1.2 试剂、药材

苦参碱标准品(购自卫生部药品检定所);
苦参等药材购自天津药材公司;
苯,丙酮,乙酸乙酯,氨水,氯仿,碘化铯钾等化学试剂均为分析纯。

1.3 苦参碱的薄层扫描方法

1.3.1 薄层层析条件

吸附剂: 高效硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂)。
展开剂: 苯-丙酮-乙酸乙酯-浓氨水(2:3:4:0.2),上行展开。
显色剂: 改良碘化铯钾。

1.3.2 薄层扫描条件

单波长线性扫描,测定波长 510 nm,狭缝 1 mm × 5 mm,线性参数 $S_x = 7$,灵敏度中等。

1.3.3 苦参碱标准溶液的配制

精密称取苦参碱 10.0 mg, 置于 10 mL 容量瓶中, 加乙醇溶解并稀释至刻度, 为 1.00 mg. mL⁻¹。

1.3.4 助杀灵测试溶液配制

取助杀灵样品 20 mL, 浓缩至 2 mL, 以 5% NaOH 液调至 pH10, (60 – 100 目) 硅胶 6 g 吸附, 40 ℃ 干燥 5 h, 装柱以 100 mL CHCl₃ 洗脱, 将洗脱液浓缩至干, 残渣加乙醇溶解, 定容至 2 mL 容量瓶中备用。

2 结果

2.1 线性化范围试验

用定量毛细管吸取上述标准溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μL, 点于同一硅胶 G 薄层板上, 以上述展开剂展开, 取出晾干后, 喷以上述显色剂, 进行扫描测定。以标准品量(μg)为横坐标, 以斑点面积值为纵坐标绘制标准曲线(图 1), 求得苦参碱的回归方程:

$$Y = 7\,392.7\,X + 1\,941.5 \quad r = 0.999\,2$$

结果表明苦参碱在 1.00—5.00 μg 之间点样量与峰面积呈线性关系。

图 1 苦参碱标准曲线

Figure 1 Standard curve of matrine by TLCS

2.2 精密度及重现性试验

在同一块薄层板上点相同的标准溶液 5 个点, 按上述条件展开、显色、测定。结果斑点面积值的 $RSD = 1.65\%$ ($n = 5$)。在不同薄层板上点相同量的标准溶液(5 块)。按上述条件展开、显色、测定, 结果斑点面积值的 $RSD = 2.3\%$ ($n = 5$)。

2.3 稳定性试验

用做标准曲线的薄层板, 观察 24 h 后, 苦参碱黄褐色斑点颜色不褪, 对于其面积积分值进行回归分

析, $r = 0.999\,1$, 说明本法在 24 h 内斑点面积积分值基本稳定。

2.4 加样回收率试验

精密量取样品适量, 精密加入苦参碱适量。按上述测定条件进行 5 次回收试验。结果平均回收率为 93.18%, RSD 为 2.53%。

2.5 样品含量测定

分别吸取样品溶液 2 μL 及标准品 1 μL 点于同一薄层板上。依上法测定 10 批样品苦参碱含量, 结果见表 1。

表 1 样品测试结果

Table 1 Determination of matrine by TLCS		
批号	含量 / mg. mL ⁻¹	$RSD\%$ ($n = 5$)
1	0.104	2.14
2	0.105	2.37
3	0.106	1.86
4	0.093	2.21
5	0.105	2.03
6	0.122	2.09
7	0.089	1.91
8	0.117	2.02
9	0.081	2.42
10	0.108	1.88

3 讨论

3.1 在配制展开剂时, 所用氨水的浓度不得低于 10%, 否则会影响分离效果。

3.2 苦参中生物碱含量最高的是氧化苦参碱, 其含量是苦参碱的 10 倍, 但因助杀灵是由多味中药组成, 成分十分复杂, 经多种测定条件试验均有干扰, 所以选定苦参碱作为定量成分。

参考文献:

[1] 中华人民共和国药典. 2000. 161.
[2] 白世泽, 等. 苦参生物碱成分的研究 II[J]. 中草药, 1982, 13(2): 152.
[3] 蔡毓琼, 等. 薄层扫描测定余干子喉片中没食子酸的含量[J]. 药物分析杂志, 1997, 17(5): 344.