

## 清胃黄连丸快速 TLC 鉴别与小檗碱新荧光扫描定量

封淑华, 韩桂茹\*, 赵志军(河北省药品检验所, 石家庄 050011)

**摘要:** 目的 建立清胃黄连丸的快速 TLC 鉴别及小檗碱的高灵敏度荧光扫描定量方法。方法 采用同一供试品溶液在 2 块薄层板上鉴别黄芩、牡丹皮、连翘、栀子和甘草, 用荧光扫描法测定了清胃黄连丸中盐酸小檗碱的含量。结果 盐酸小檗碱点样量在 0.019 68~0.098 4  $\mu\text{g}$  内呈良好的线性关系。盐酸小檗碱平均回收率为 99.41%, RSD 为 1.34%( $n=9$ )。结论 TLC 鉴别斑点清晰, 阴性无干扰。清胃黄连丸的快速 TLC 鉴别与小檗碱新荧光扫描定量, 简便、快捷、准确、实用, 有效提高了传统丸剂的质量检测速度。

**关键词:** 清胃黄连丸; 快速薄层色谱法鉴别; 盐酸小檗碱; 荧光扫描

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

文章编号: 1007-7693(2012)06-0524-06

### Fast Identification by TLC and Quantitative Determination by Fluorescence TLCS for Qingwei Huanglian Pills

FENG Shuhua, HAN Guiru\*, ZHAO Zhijun(Hebei Provincial Institute for Drug control, Shijiazhuang 050011, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To establish a method for fast identification by TLC and quantitative determination by fluorescence TLCS for Qingwei Huanglian pills. **METHODS** Scutellariae Radix, Moutan Cortex, Forsythiae Fructus, Gardeniae Fructus, Glycyrrhizae Radix et Rhizoma were identified by TLC, using the same sample solution in two TLC plate. The content of berberine hydrochloride in Qingwei Huanglian pills was determined by fluorescence TLCS. **RESULTS** The methodological study showed a good linear correlation in the range from 0.019 68 to 0.098 4  $\mu\text{g}$  of the berberine hydrochloride. The average recovery of berberine hydrochloride ( $n=9$ ) was 99.41%, and RSD was 1.34%. **CONCLUSION** The method is simple, accurate, repeatable and with good precision. The method can be used for quality control of Qingwei Huanglian pills. The detection speed was effectively improved for assay of traditional pills.

**KEY WORDS:** Qingwei Huanglian pills; fast identification by TLC; berberine hydrochloride; fluorescence TLCS

清胃黄连丸为中国药典历版收载的品种, 由牡丹皮、连翘、黄连、栀子和甘草等 14 味中药组成, 为大蜜丸和水丸 2 种剂型。原标准项下<sup>[1]</sup>, 收载了栀子苷、黄芩苷和菝葜皂苷元的薄层鉴别, 以及盐酸小檗碱的 UV、TLC 扫描定量。鉴别的前处理繁琐、费时, UV、TLC 扫描定量的展开剂为毒性大的苯, 污染环境, 危害健康, 且检测灵敏度低。根据药典委员会对本品的起草要求, 对原标准进行了简化与提高研究, 创建了同一样品溶液, 在 2 块薄层板上鉴别 5 味药材的快速鉴别方法。以环己烷取代原展开剂中的苯, 作为定量测定展开剂, 并以新的激发波长 334 nm 取代了原紫外波长 340 nm, 使检测灵敏度达原法的 10 倍以上, 降低了污染, 排除了干扰, 提高了方法的重复性与准确性。

### 1 仪器与试剂

日本岛津公司 CS-930 和瑞士 CAMAG TLC Scanner 3 薄层扫描仪; 清胃黄连丸水丸(批号: C083045, F71010, 20080302, 060701, 20071209, 0709073)由天津中新药业乐仁堂、河北世济唐威、山西旺龙等制药公司提供; 清胃黄连丸大蜜丸(批号: 080114, 071149)由内蒙古伊泰药业公司提供; 黄芩对照药材(批号: 120955-200607)、牡丹皮对照药材(批号: 121490-200501)、连翘对照药材(批号: 120908-200613)、栀子对照药材(批号: 120986-200605)、甘草对照药材(批号: 120904-200511)、黄连对照药材(批号: 120913-200407)、盐酸小檗碱对照品(供含量测定用, 批号: 110713-200608)购自中国药品生物制品检定所。试剂试药均为分

基金项目: 国家药典委员会中国药典 2010 年版课题(ZH-434, ZH-435)

作者简介: 封淑华, 女, 硕士, 主任药师 Tel: (0311)85212008-8034  
Tel: (0311)85212008-8034 E-mail: hanguiru@126.com

E-mail: shuhua08@sina.com \*通信作者: 韩桂茹, 女, 主任药师

析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 薄层鉴别

**2.1.1 黄芩、牡丹皮和连翘的薄层鉴别** 取本品水丸 1 g, 研细, 加甲醇 4 mL, 超声处理 10 min, 滤过, 滤液作为供试品溶液; 或取蜜丸 2.5 g, 剪碎, 加甲醇 15 mL, 研磨使分散, 超声处理 10 min, 滤过, 滤液蒸干, 用甲醇 2 mL, 分 2 次, 轻摇, 取上清液, 作为供试品溶液。另取黄芩对照药材 0.3 g、牡丹皮与连翘对照药材各 0.2 g, 分别加甲醇 3 mL, 超声处理 10 min, 取上清液作为对照药材溶液。吸取上述对照药材溶液各 3~6  $\mu$ L、供试品溶液 5~8  $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上, 以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(12:3:0.1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(254 nm)下检视, 供试品色谱中, 在与黄芩对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点; 喷以 2%三氯化铝乙醇溶液, 置紫外光灯(365 nm)下检视, 供试品色谱中, 在与牡丹皮对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光主斑点; 再喷以 10%硫酸乙醇溶液, 105  $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰, 置紫外光灯(365 nm)下检视, 供试品色谱中, 在与连翘对照药材色谱相应的位置上, 显一个黄绿色的荧光斑点。经空白对照, 空白样品(不含黄芩或牡丹皮或连翘的样品)不干扰测定。色谱图见图 1~3。

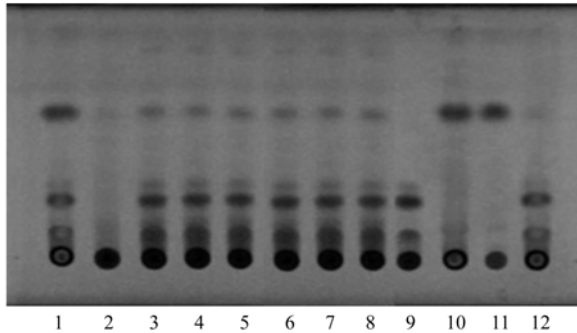


图 1 样品中黄芩的 TLC 色谱图

1-连翘空白; 2-连翘; 3~5-水丸; 6~8-蜜丸; 9-黄芩; 10-黄芩空白; 11-牡丹皮; 12-牡丹皮空白

Fig 1 TLC Chromatograms of Scutellariae Radix in Qingwei Huanglian pills

1-Forsythiae Fructus negative sample; 2-Forsythiae Fructus; 3-5-water pills; 6-8-honeyed pills; 9-Scutellariae Radix; 10-Scutellariae Radix negative sample; 11-Moutan Cortex; 12-Moutan Cortex negative sample

**2.1.2 黄连的薄层鉴别** 取“2.2”项下的盐酸小檗碱对照品与供试品溶液, 分别作为对照品溶液和供试品溶液。另取黄连对照药材 0.03 g, 加甲醇

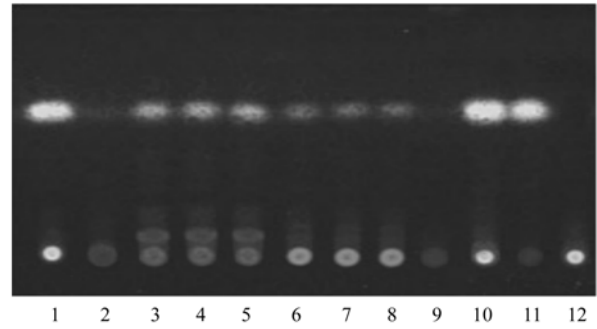


图 2 样品中牡丹皮的 TLC 色谱图

1-连翘空白; 2-连翘; 3~5-水丸; 6~8-蜜丸; 9-黄芩; 10-黄芩空白; 11-牡丹皮; 12-牡丹皮空白

Fig 2 TLC Chromatograms of Moutan Cortex in Qingwei Huanglian pills

1-Forsythiae Fructus negative sample; 2-Forsythiae Fructus; 3-5-water pills; 6-8-honeyed pills; 9-Scutellariae Radix; 10-Scutellariae Radix negative sample; 11-Moutan Cortex; 12-Moutan Cortex negative sample

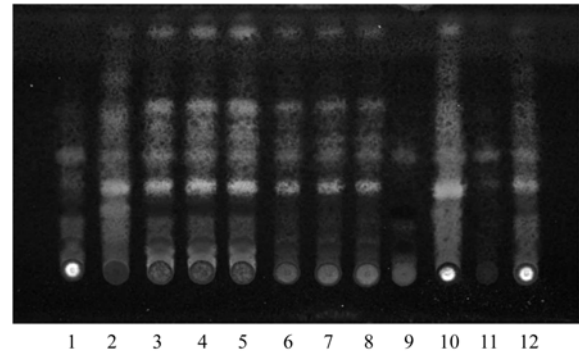


图 3 样品中连翘的 TLC 色谱图

1-连翘空白; 2-连翘; 3~5-水丸; 6~8-蜜丸; 9-黄芩; 10-黄芩空白; 11-牡丹皮; 12-牡丹皮空白

Fig 3 TLC Chromatograms of Forsythiae Fructus in Qingwei Huanglian pills

1-Forsythiae Fructus negative sample; 2-Forsythiae Fructus; 3-5-water pills; 6-8-honeyed pills; 9-Scutellariae Radix; 10-Scutellariae Radix negative sample; 11-Moutan Cortex; 12-Moutan Cortex negative sample

4 mL, 超声处理 10 min, 取上清液作为对照药材溶液。吸取上述对照药材溶液 2~3  $\mu$ L、对照品溶液与供试品溶液各 3~5  $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨(12:6:3:3:1)为展开剂, 放入层析缸的一侧槽内, 另槽加入等体积的浓氨试液, 预平衡数分钟, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照品和对照药材色谱相应的位置上, 分别显相同颜色的荧光斑点。经空白对照, 空白样品(不含黄连的样品)因含有黄柏, 在与盐酸小檗碱对照品位置有荧光斑点, 但不干扰判断, 可通过与黄连对照药材中其他主斑点比较, 鉴别专属。色谱图见图 4。

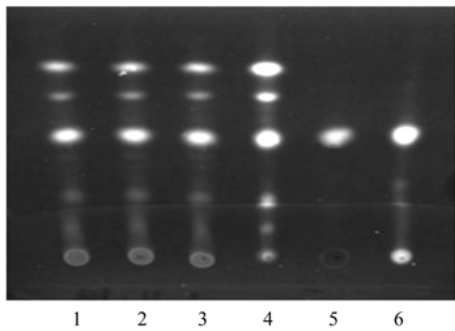


图4 样品中黄连的 TLC 色谱图

1-3-样品; 4-黄连; 5-盐酸小檗碱; 6-黄连空白

Fig 4 TLC Chromatograms of Coptidis Rhizoma in Qingwei Huanglian pills

1-3-sample; 4-Coptidis Rhizoma; 5-berberine hydrochloride; 6-Coptidis Rhizoma negative sample

**2.1.3 栀子 and 甘草的薄层鉴别** 另取栀子对照药材 0.25 g、甘草对照药材 0.1 g, 分别加甲醇 3 mL, 超声处理 10 min, 取上清液作为对照药材溶液。吸取上述对照药材溶液与“2.1.1”项下的供试品溶液各 3~5  $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨(12 : 6 : 3 : 3 : 1)为展开剂, 展开至 11 cm 以上, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视, 供试品色谱中, 在与甘草对照药材色谱相应的位置上, 显 2 个相同颜色的荧光斑点; 再喷以 10%硫酸乙醇溶液, 105  $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰, 供试品色谱中, 在与栀子对照药材色谱相应的位置上, 至少显 1 个相同颜色的斑点。经空白对照, 空白样品(不含甘草或栀子的样品)不干扰测定, 鉴别专属。色谱图见图 5 和图 6。

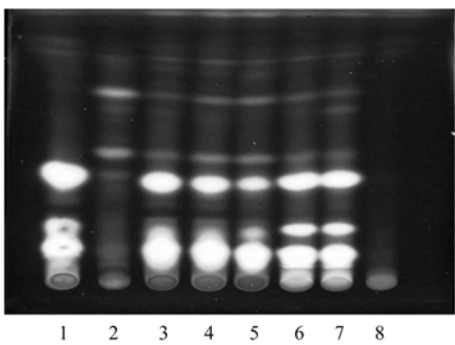


图5 样品中甘草的 TLC 色谱图

1-甘草空白; 2-甘草; 3-4-水丸; 5-栀子空白; 6-7-蜜丸; 8-栀子

Fig 5 TLC chromatograms of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma in Qingwei Huanglian pills

1-Glycyrrhizae Radix et Rhizoma negative sample; 2-Glycyrrhizae Radix et Rhizoma; 3-4-water pills; 5-Gardeniae Fructus negative sample 6-7-honeyed pills; 8-Gardeniae Fructus

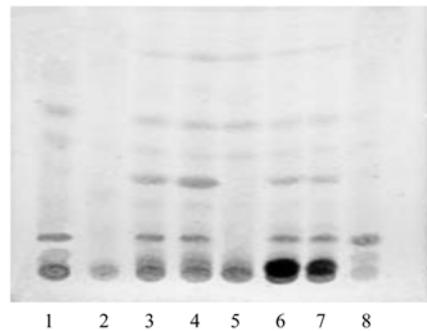


图6 样品中栀子的 TLC 色谱图

1-甘草空白; 2-甘草; 3-4-水丸; 5-栀子空白; 6-7-蜜丸; 8-栀子

Fig 6 TLC Chromatograms of Gardeniae Fructus in Qingwei Huanglian pills

1-Glycyrrhizae Radix et Rhizoma negative sample; 2-Glycyrrhizae Radix et Rhizoma; 3-4-water pills; 5-Gardeniae Fructus negative sample; 6-7-honeyed pills; 8-Gardeniae Fructus

## 2.2 盐酸小檗碱含量测定

**2.2.1 薄层扫描条件** 荧光锯齿扫描; 激发波长: 334 nm; 狭缝: 2 mm $\times$ 2mm; 灵敏度: 2; 设背景校正。

**2.2.2 对照品溶液的制备** 精密称取盐酸小檗碱对照品适量, 加盐酸-甲醇(1 : 100)溶液制成每 1 mL 含 0.02 mg 的溶液, 作为对照品溶液。

**2.2.3 供试品溶液的制备** 取本品水丸, 研细(过 50 目筛), 取约 0.1 g, 精密称定; 或取大蜜丸, 剪碎(直径 2 mm 以下), 取约 0.3 g, 精密称定, 精密加盐酸-甲醇(1 : 100)的混合溶液 25 mL, 密塞, 称定重量, 大蜜丸浸泡 10 h 以上, 超声处理(功率为 250 W, 频率为 33 kHz)45 min, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

**2.2.4 空白样品溶液制备** 取不含黄连、黄柏的空白样品, 按“2.2.3”项下的方法制备空白溶液。

**2.2.5 样品的测定与专属性** 吸取对照品溶液 2  $\mu$ L 与 4  $\mu$ L, 供试品溶液与空白溶液 2~3  $\mu$ L, 分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨(12 : 6 : 3 : 3 : 1)为展开剂, 放入层析缸的一侧槽内, 另槽加入等体积的浓氨试液, 预平衡数分钟, 展开, 取出, 挥干溶剂后, 照薄层色谱法(附录 VIB 薄层色谱扫描法)进行荧光扫描, 激发波长:  $\lambda=334$  nm, 测量供试品吸光度积分值与对照品吸光度积分值, 计算含量, 结果见表 1。空白溶液在盐酸小檗碱相应的位置上, 无相应的斑点出现, 色谱图见图 7。荧光薄层扫描, 也无相应的波峰出现, 色谱图见图 8, 证明

空白样品不干扰含量测定。

表 1 样品含量测定结果(n=3)

Tab 1 Determination of berberine hydrochloride in sample (n=3)

生产厂家	样品批号	盐酸小檗碱含量/ mg·g <sup>-1</sup> 或 mg·丸 <sup>-1</sup>	RSD/ %
天津中新乐仁堂	C083045	7.10	3.99
河北世济唐威	F71010	7.90	2.52
山西旺龙	20080302	4.84	2.36
山西华康	060701	3.75	2.58
大同亚宝	20071209	8.14	1.98
山东三九	0709073	7.88	2.16
内蒙古伊泰	080114 <sup>1)</sup>	26.19	2.86
内蒙古伊泰	071149 <sup>1)</sup>	30.24	2.36

注: <sup>1)</sup>为大蜜丸

Note: <sup>1)</sup>honeyed pills

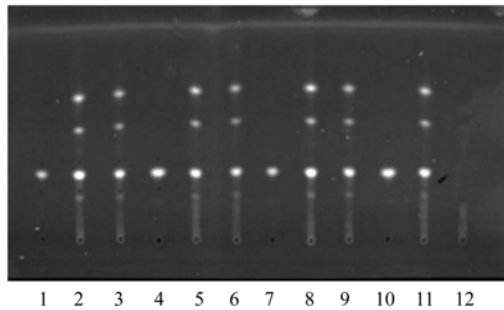


图 7 样品中盐酸小檗碱的 TLC 图

1, 4, 7, 10-盐酸小檗碱; 2, 3, 5, 6, 8, 9, 11-样品; 12-空白

Fig 7 TLC Chromatograms of berberine hydrochloride in Qingwei Huanglian pills

1,4,7,10-berberine hydrochloride; 2,3,5,6,8,9,11-sample; 12-negative sample

表 2 盐酸小檗碱不同激发波长荧光扫描测定结果(3号滤光片)

Tab 2 Peak area of berberine hydrochloride in different excitation wavelength of fluorescence scanning(No.3 optical filter)

波长/nm	310	320	330	332	334	336	338	340	350	360	366
峰面积	129 250	140 561	210 564	222 056	231 657	215 673	183 710	149 624	126 116	67 451	63 075

为进一步确证 334 nm 为最佳激发波长, 又取展开后的同一小檗碱斑点, 分别在 340, 366, 334 nm 各连续扫描 5 次, 分别求其 5 次测定的峰面积及 RSD, 结果同一斑点在激发波长 334 nm 下的平均峰面积为 UV 340 nm 下的 10.8 倍; 为激发波长 366 nm 的 3.7 倍。而且同一斑点, 3 个波长下 5 次测定的 RSD 依次为 1.00%, 2.42%, 2.65%。确证 334 nm 为最佳激发波长。

**2.2.7 线性关系** 采用荧光扫描, 对线性范围进行考察, 即在同一块薄层板上, 分别点 1, 2, 3, 4, 5  $\mu\text{L}$  对照品溶液(0.019 68 mg·mL<sup>-1</sup>), 按“2.2.5”

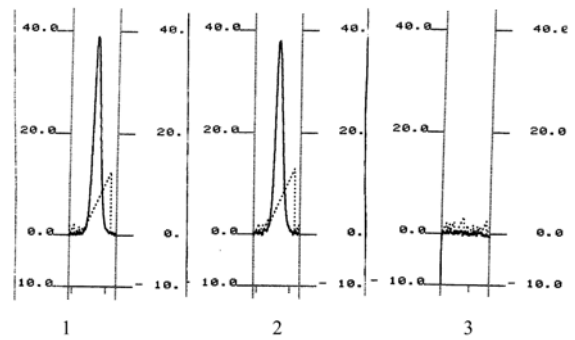


图 8 对照品与样品荧光扫描色谱图

1-盐酸小檗碱; 2-样品; 3-空白

Fig 8 TLC Fluorescence scanning chromatograms of berberine hydrochloride reference substance and sample

1-berberine hydrochloride; 2-sample; 3-negative sample

## 2.2.6 薄层扫描条件的确定

**2.2.6.1 扫描方式的选择** 取盐酸小檗碱对照品溶液适量, 点于薄层板上, 展开, 分别在 340 nm 波长下进行紫外与 366 nm 激发波长下进行荧光扫描, 340 nm 紫外波长下测得峰面积为 28 477, 366 nm 激发波长下为 83 261。结果表明: 紫外扫描峰面积小, 荧光扫描峰面积大, 荧光扫描灵敏度高, 故选择荧光扫描方式。

**2.2.6.2 激发波长的确定** 取盐酸小檗碱对照品溶液适量, 点于薄层板上, 展开, 在不同的滤光片下, 进行不同激发波长的荧光扫描测定, 结果表明: 盐酸小檗碱的适宜滤光片为 3 号, 最佳激发波长为 334 nm, 而不是中国药典 2005 年版一部黄连项下的 366 nm, 灵敏度远高于 366 nm, 结果见表 2。

项下, 展开, 荧光扫描测定。以点样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。结果表明: 对照品的点样量在 0.019 68~0.098 4  $\mu\text{g}$  内, 与峰面积呈良好的线性关系。回归方程:  $Y=54\ 720.2X+14\ 383$ ,  $r=0.998\ 0$ , 直线不通过零点, 采用外标两点法计算。

## 2.2.8 精密度试验

**2.2.8.1 同板精密度试验** 在同一块薄层板上, 点对照品溶液和供试品溶液各 5 个点, 按样品测定项下, 展开, 扫描测定, 对照品斑点峰面积 RSD 为 1.67%; 供试品斑点峰面积 RSD 为 1.59%。

**2.2.8.2** 同一斑点 5 次测定的精密度试验 在同一块薄层板上, 点对照品溶液, 按样品测定项下, 展开, 连续扫描 5 次, 对照品的 RSD 为 0.86%, 说明仪器性能良好。

**2.2.8.3** 异板的精密度试验 分别测定了 5 块板上同一样品的含量, 结果表明: 同一供试品, 5 次测定的平均含量, 蜜丸为  $2.76 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ , RSD 为 3.19%; 水丸为  $7.04 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ , RSD 为 2.53%。

**2.2.9** 稳定性试验 取对照品溶液点于薄层板上, 按样品测定项下展开, 每隔 20 min 扫描测定一次, 结果表明: 在 140 min 内, 斑点峰面积基本稳定, RSD 为 0.93%( $n=7$ )。

**2.2.10** 重复性试验 以高、中、低剂量, 取一批样品 9 份, 按样品测定项下, 提取, 点样, 展开, 扫描测定, 外标两点法计算含量。结果表明: 同一批水丸(批号: C083045), 9 次测定的平均含量为  $7.10 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ , RSD 为 3.99%。同一批蜜丸(批号: 080114), 9 次测定的平均含量为  $2.91 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ , RSD 为 2.86%。说明方法重复性良好。

**2.2.11** 回收率试验 采用加样回收试验。取同一批样品 9 份, 水丸每份 0.05 g, 蜜丸每份 0.15 g, 按高、中、低剂量, 加入相应量的对照品, 按样品测定项下, 提取, 点样, 展开, 扫描测定, 外标两点法计算含量。结果表明: 水丸的平均回收率为 99.41%, RSD 为 1.34%( $n=9$ ); 蜜丸的平均回收率为 99.11%, RSD 为 2.27%( $n=9$ )。结果见表 3 和表 4。

表 3 水丸的回收率试验结果

Tab 3 The recovery test results in water pills

原含量/ μg	加入量/ μg	总测得量/ μg	回收率/ %	平均回 收率/%	RSD/%
362.8	209.2	570.9	99.47		
364.9	209.2	574.3	100.10		
378.4	209.2	585.6	99.04		
364.2	355.6	712.4	97.92		
366.4	355.6	717.1	98.62	99.41	1.34
359.3	355.6	706.0	97.50		
415.4	502.1	918.0	100.10		
417.5	502.1	929.0	101.87		
412.5	502.1	914.8	100.04		

表 4 蜜丸的回收率试验结果

Tab 4 The recovery test results in honeyed pills

原含量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/ %	平均回 收率/%	RSD/%
444.9	251.0	704.0	100.23		
424.3	251.0	670.0	97.89		
435.9	251.0	686.8	99.96		
416.1	439.3	842.3	97.02		
442.6	439.3	884.8	100.66	99.11	2.27
440.0	439.3	865.8	96.93		
439.1	606.7	1 042.6	99.47		
440.9	606.7	1 050.3	100.45		
420.5	606.7	1 005.1	96.36		

### 3 讨论

简化、提高后的标准<sup>[2]</sup>与原标准比较, 在增加 3 味药材鉴别的情况下, 水丸比原鉴别节约样品前处理时间 4.5 h、有机试剂 111 mL; 蜜丸节约 10 h、有机试剂 340 mL。采用同一样品溶液, 所有的对照药材又都是甲醇超声的上清液。这样, 不但检测斑点清晰, 而且方法简便、快捷、无环境污染, 检测效率高, 成本低, 不危及操作人员健康。

小檗碱的定量测定方法, 报道的有 HPLC<sup>[3-5]</sup>、分光光度法<sup>[6]</sup>、TLCS 等。其 HPLC 的流动相多是缓冲盐体系, 易损坏色谱柱; 分光光度法由于专属性差, 目前已很少采用; 薄层扫描法鉴于其简便性、快捷性与低成本等特点, 对于一些具荧光的物质, 因影响因素小, 所以仍在采用。小檗碱的 TLCS, 有紫外扫描<sup>[7]</sup>和荧光扫描<sup>[1]</sup>两种, 紫外扫描的测定波长多为 340 nm, 荧光扫描的激发波长多为 366 nm。由本研究得知, 原报道的扫描参数都不是最佳参数, 存在着检测灵敏度低, 样品需求量大, 变异系数大, 干扰成分多的弊端。本方法通过检测方式和检测波长的变动, 可提高检测灵敏度 3.7~10.8 倍, 使处方中其它十余种药材成分不再干扰测定, 图 5 和图 7 的薄层色谱就是有力说明。因取样量的降低, 在图 7 中仅显示出小檗碱类的 4 个清晰斑点, 处方中的其它 13 味药材不呈现任何信息。该图提示, 如若配以相应的对照品, 在同一块薄层板上可同时测定 3 种成分, 其斑点的荧光强度和分离度都符合要求, 有效提高了方法的专属性、准确性与定量范围。

本方法与文献<sup>[1]</sup>报道的 HPLC 比较, 文献中盐酸小檗碱对照品的浓度是  $100 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ , 进样量为

5  $\mu\text{L}$ , 即 0.5  $\mu\text{g}$ ; 而本研究是 20  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ , 点样量为 2  $\mu\text{L}$  与 4  $\mu\text{L}$ , 即 0.04~0.08  $\mu\text{g}$ , 其峰面积在 6 万到 30 余万。本方法的检测灵敏度是 HPLC 法的 12.5~6.25 倍, 为目前最灵敏的方法。

笔者在起草中国药典 2005 年版黄连羊肝丸中的小檗碱定量时, 也曾通过多因素考察, 确定了最适宜滤光片是 3 号, 但最佳激发波长是 338 nm, 而不是 334 nm, 偏移了 4 nm。考虑是修订展开剂造成, 所以又进行了不同扫描仪、扫描方式和展开剂的对比研究, 结果在所对比的条件下最佳激发波长都是 334 nm。但不论 338 nm, 还是 334 nm, 它们高于原紫外检测 340 nm 和激发波长 366 nm 的倍数都是基本一致的。

又经薄层板质量对含量测定的影响考察, 发现: 采用预制普通硅胶 G 板、预制高效硅胶 G 板和自制硅胶 G 板, 以同一展开剂分别进行小檗碱展开时, 预制高效硅胶 G 板不适用, 不能将各斑点分离; 自制硅胶 G 板和预制普通硅胶 G 板可以将黄连的各生物碱斑点分离, 自制硅胶 G 板的分离效果最好, 原因是硅胶 G 板中的黏和剂含量, 影响了分离效果。黏和剂含量越高, 板子的强度越大, 越适宜运输, 但分离效果降低。

综上所述, 笔者分析认为薄层板的载体硅胶

质量与黏和剂的含量, 是影响薄层分离效果的主要因素, 也可能是使激发波长发生偏移的因素, 但已时隔 5 年, 原起草的硅胶板已无法找到, 不能提供对比数据。由此提示, 只要斑点分离度符合要求, 最佳激发波长在数纳米之内的偏移, 不影响其灵敏度与定量测定结果。

## REFERENCES

- [1] Ch.P(2005)Vol I (中国药典 2005 年版. 一部) [S]. 2005: 615-616.
- [2] Ch.P(2010)Vol I (中国药典 2010 年版. 一部) [S]. 2010: 1119-1120.
- [3] CHEN L, LIU L M, WANG R H, et al. Determination of berberine hydrochloride in Shaoyao Decoction by HPLC [J]. Chin J Inf Tradit Chin Med(中国中医药信息杂志), 2010, 3(17): 47-48.
- [4] XIAO P, LI W S. Determination of berberine hydrochloride in mixture for burn and scald by HPLC [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2010, 27(5): 439-441.
- [5] FANG J J, HUANG Y Z, LI J, et al. Determination of berberine from Daochi pills by HPCE and HPLC [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2011, 28(9): 860-863.
- [6] XU N. Determination of Berberine Hydrochloride in cortex phellodendri by UV [J]. China Pham(中国药业), 2010, 19(12): 48-49.
- [7] XU Y Q, WANG D M, ZHANG Z, et al. Determination of berberine hydrochloride in Jinhuang Plaster by TLCS [J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药), 2000, 31(12): 909.

收稿日期: 2011-09-05