

白鲜皮中白鲜碱含量测定*

朱丹妮 徐 强 邱南生

(中国药科大学, 南京 210038)

The quantitative determination of dictamine in root bark of *Dictamnus dasycarpus* Turcz. Zhu Dan-Ni, Xu Qiang, Qiu Nan-Sheng, (China Pharmaceutical University, Nanjing 210038), *J. Plant Resour. & Environ.* 1998, 7(2): 61~62

The content of dictamine in root bark of *Dictamnus dasycarpus* Turcz. was determined by TLC and UV spectrophotometric method. It was proved that UV spectrophotometric method was simple and easy to operate, the data was reliable with good repeatability in the experiment. Authors suggested that it can be a routine quantitative determination method of dictamine.

关键词 白鲜皮;白鲜碱;薄层-紫外分光光度法

Key words *Dictamnus dasycarpus* Turcz.; dictamine; TLC-UV spectrophotometric method

白鲜皮为芸香科白鲜属植物白鲜(*Dictamnus dasycarpus* Turcz.)的根皮,为我国常用中药,近年来国内外研究表明,白鲜皮的水煎剂具有很强的免疫抑制作用,白鲜皮中所含的桉酮和白鲜碱均具有抗癌活性,在UV灯照射下白鲜碱能与DNA双螺旋结构中的嘧啶碱基形成加合物,此性质与治疗牛皮癣药物8-甲氧补骨脂素相类似。本文首次报道用薄层-紫外分光光度法测定白鲜碱含量,为评价药材内在质量提供依据。

1 实验部分

1.1 仪器和药品

Lambda 2 可见/紫外分光光度计(美国PE公司);三用紫外分析仪(上海顾村电光仪器厂);7520 紫外分光光度计(上海分析仪器厂);硅胶GF₂₅₄高效薄层板(青岛海洋化工厂);微量定量注射器 10 μ l 及 5 μ l(上海医用激光厂)。所用试剂均为分析纯。对照品系作者自提,经熔点、波谱鉴定和多种溶剂系统TCL测定,均为单一斑点。白鲜皮药材购自南京市药材公司,产地本溪。

1.2 薄层色谱条件

将对照品和样品溶液点于事先经过预处理的硅胶GF₂₅₄薄层板上,用石油醚-乙酸乙酯(7:3)展开,每次展距18 cm,取出晾干,放在2537Å紫外灯下显粉红色斑点。

1.2.1 测定波长的选择 取适量对照品,用甲醇溶解,于200~400 nm波长进行扫描,测得最大吸收波长为236.7 nm。

1.2.2 标准曲线及线性范围的测定 精密称取白鲜碱对照品1 mg,用甲醇定容1 ml,用微量注射器分别点标准液2、4、6、8、10 μ l于经预处理的硅胶GF₂₅₄板上,按上述薄层条件展开后,取出晾干,在2537Å紫外灯下定位,刮取荧光斑点置磨口试管中,准确加入甲醇8 ml,超声提取15 min,离心15 min(3 000 r/min),取上清液在236.7 nm处测吸收值。标准曲线回归方程: $A=0.0416X-0.0036$, $r=0.9995(n=6)$ 。

实验结果表明在2~10 μ g范围内线性关系良好。

1.2.3 稳定性试验 刮取经薄层分离后的对照品及样品中与对照品相应的斑点,用甲醇溶解后取上清液在

* 国家新药基金资助项目 95-02-06

朱丹妮:女,1946年8月生,大学,副研究员,从事中药化学及复方化学研究。

收稿日期 1998-01-12

236.7 nm 处测吸收值,用与对照品斑点大小相同的空白硅胶同上处理作空白对照,每 20 min 测一次,结果表明,所测吸收值在 3 h 内稳定。

1.3 样品白鲜碱提取方法比较

1.3.1 回流提取 精称白鲜皮粉末 5 g,加 90%乙醇 40 ml 回流提取 5 h,回收乙醇,残渣用甲醇定容 5 ml,测定白鲜碱含量。

1.3.2 冷浸 精称白鲜皮粉末 5 g,加 90%乙醇 15 ml,置室温下浸泡 48 h 后过滤,照此浸泡提取 3 次,滤液合并,回收乙醇,残渣用甲醇定容 5 ml,测定白鲜碱含量以观察冷浸提取效果。

1.3.3 温浸 精称白鲜皮粉末 5 g,加 90%乙醇 15 ml,于 35~45℃ 温浸 48 h 后过滤,照此温浸提取 3 次,滤液合并,回收乙醇,残渣用甲醇定容 5 ml,测定白鲜碱含量以观察温浸提取效果。

1.3.4 超声 精称药材 5 g,加 20 ml 90%乙醇超声提取 30 min,残渣补加 20 ml 90%乙醇重复提取 1 次,滤液合并,减压浓缩,残渣用甲醇溶解,过滤点样,测光密度。

测定结果:回流、冷浸、温浸和超声 4 种方法测得的白鲜碱含量(%)分别为 0.06856、0.08683、0.09039 和 0.09322,以超声提取白鲜碱含量最高,冷浸 3 次提出的白鲜碱总量仅为超声的 73.5%,温浸 3 次提出的白鲜碱含量为超声提取的 93%,回流提取虽为超声提取的 96.97%,但提取液颜色较深,杂质较多。故实验选择超声提取测定样品。

1.4 回收率及样品中白鲜碱含量的测定

1.4.1 加样回收率测定 精密称取白鲜皮粉末 5 份,每份样品(1.25 g)分别加入白鲜碱对照品 1.13 mg,进行加样回收试验,平均回收率为 96.15%,CV=2.41%,具体实验结果见表 1。

1.4.2 样品分析及重现性试验 精密称取白鲜皮粉末 6 份,每份 5 g,加 20 ml 90%乙醇超声提取 30 min,过滤,残渣补加 20 ml 90%乙醇再超声提取 1 次,滤液合并,减压浓缩,残渣用甲醇溶解,过滤,完全转移到容量瓶中,定容 10 ml,在硅胶板上每个样品均点样 10 μ l,用上述展开剂展开,刮取相应斑点,测定光密度,结果见表 2。可以看出,超声提取不仅比其他方法提取完全,而且精密度好,RSD 仅为 0.604%。

表 1 白鲜碱回收率测定

Tab 1 Determination of recovery of dictamine

No.	样品重 Sample weight (g)	加入白 鲜碱量 Added standard (mg)	测得白 鲜碱量 Assayed standard (mg)	回收率 Recovery (%)
1	1.2508	1.13	1.0737	95.02
2	1.2503	1.13	1.0604	93.84
3	1.2525	1.13	1.1216	99.26
4	1.2535	1.13	1.1064	97.91
5	1.2523	1.13	1.0703	94.72
Average				96.15
CV (%)				2.41

表 2 样品中白鲜碱的含量与重现性试验

Tab 2 Content of dictamine in sample and test of repeatability

No.	样品重(g) Weight of sample	白鲜碱含量(%) Content of dictamine
1	4.9369	0.09322
2	5.2353	0.09411
3	5.2260	0.09374
4	4.6069	0.09305
5	4.5793	0.09308
6	4.7488	0.09251
Average		0.09328
RSD (%)		0.604

2 讨 论

(1) 采用 90%乙醇超声提取白鲜碱,薄层-紫外分光光度法测定白鲜碱含量,方法简便易行,数据可靠,重现性好,可以作为测定白鲜碱含量的一种常规方法。

(2) 薄层板的预处理,本文用薄层-紫外分光光度法测定白鲜碱含量,硅胶板中的微量杂质对测定影响很大,实验中用石油醚-乙酸乙酯(7:3)先将硅胶板展开 1 次,以清除板上杂质对测定的影响。

(3) 测定时,每块薄板均随行对照品,采用外标二点法公式计算含量。

(责任编辑:许定发)