

• 天然药物化学 •

不同产地楮实子生物碱含量比较

庞素秋^{1,2}, 王国权², 黄宝康¹, 秦路平¹ (1 第二军医大学药学院, 上海 200433; 2 解放军第 180 医院药械科, 福建 泉州 362000)

[摘要] 目的 对不同产地的楮实子生物碱含量进行比较研究。方法 采用酸性醇回流法提取了楮实中的总生物碱, 依照酸性染料比色法的原理, 在 410 nm 波长下测定生物碱的含量。结果 取得良好的线性关系 ($r=0.9995$) 和回收率 (98.52%), RSD 为 0.91%。不同产地的楮实子药材中所含生物碱的含量为 7.98 mg/g 至 23.53 mg/g 不等。结论 楮实子生物碱含量显示出明显的地域性差异。

[关键词] 楮实子; 生物碱含量

[中图分类号] R927 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 1006-0111(2010)03-0223-02

Comparison of total alkaloids content of *Fructus Broussonetiae* from different habitats

PANG Su-qiu^{1,2}, WANG Guo-quan², HUANG Bao-kang¹, QIN Lu-ping¹ (1. School of Pharmacy, Second Military Medical University, Shanghai 200433, China; 2. Department of Pharmacy, The 180th Hospital of PLA, Quanzhou 362000, China)

[Abstract] **Objective** To compare the total alkaloids content of *Fructus Broussonetiae* from different habitats. **Methods** Total alkaloids were isolated by acid ethanol and determined by acid dye colorimetry method under 410nm. **Results** The calibration curve of alkaloids was linear ($r=0.9995$), the recovery rate was 98.52% and RSD was 0.91%. The total alkaloids content of *Fructus Broussonetiae* from different habitats was 7.98~23.53 mg/g. **Conclusion** The total alkaloids content of *Fructus Broussonetiae* from different habitats was significantly different.

[Key words] *Fructus Broussonetiae*; alkaloids content

楮实子为我国传统中药, 以补肾明目之功效入药有上千年的历史。作者在前期的研究中发现楮实子中含有多种异喹啉类生物碱^[1], 楮实子中的总生物碱有一定的细胞毒作用^[2], 但楮实子中总生物碱的提取, 目前国内仍未见报道。本实验用酸性醇回流法提取了不同产地的楮实中的总生物碱, 并对其含量进行了测定、比较, 以期为不同产地楮实子深加工、新活性部位开发和以总生物碱含量为指标建立质量标准提供科学依据。

1 试剂与仪器

1.1 试剂 70%乙醇、浓氨水 (CP) (无锡阳山化工厂生产)、氯化钠 (CP) (天津市化学试剂一厂)、氯仿 (CP) (上海汉光化学试剂有限公司); 盐酸小檗碱对照品 (批号: 20080126) 由中国药品生物制品检定所提供; 试剂均为分析纯。

1.2 主要仪器 回流装置、Soxhlet 提取器 (杭州欧尔柏维科技有限公司)、减压旋转蒸发器 (西安禾普

生物科技有限公司)、烘箱、BS300S 型电子天平 (上海欢奥科贸有限公司)、UV-1100 紫外可见分光光度计 (上海美谱达仪器有限公司)。

2 方法和结果

2.1 总生物碱的提取 楮实子干燥至恒重, 粉碎, 各称取 2.0 g 放入 200 ml 圆底烧瓶中, 加入 pH 2~3 的 50 ml 80% 乙醇, 加热回流 1.5 h, 抽滤, 分离原料和提取液, 在滤渣中加入同样酸度的 100 ml 80% 乙醇, 第 2 次提取 1.5 h, 抽滤, 合并 2 次提取液。将提取液进行蒸馏浓缩 (回收溶剂) 后, 用 3 mol/L 硫酸溶解, 抽滤, 得滤液。将滤液用浓氨水调至 pH 10 左右后, 溶液变浑浊, 加入约 10 ml 饱和氯化钠溶液洗涤, 再分别用 50、45、40、35 ml 的 CHCl₃ 萃取 4 次, 将萃取液蒸馏, 回收溶剂, 剩余的浓溶液转移至小烧杯中, 放在水浴上加热, 尽量除去溶剂后置于 75 °C 的烘箱中烘干, 得黄褐色的总生物碱, 备用。

2.2 酸性染料比色法测定楮实子中总生物碱含量

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取干燥至恒重的盐酸小檗碱对照品 5 mg 于 25 ml 量瓶中, 加 pH 5.0 的苯二甲酸氢钾-氢氧化钠缓冲溶液溶解并

[基金项目] 国家自然科学基金 (30870236)。

[作者简介] 庞素秋 (1972-), 女, 硕士。

[通讯作者] 秦路平. Tel: (021) 81871300. E-mail: lqin@snnu.edu.cn.

稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取 2.1 中得到的总生物碱, 定量移入 10 ml 量瓶中, 加氯仿至刻度, 摇匀。

2.2.3 空白对照溶液的制备 10 ml 缓冲液。

2.2.4 吸收光谱及测定波长的选择 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液及空白对照溶液各 2 ml 于分液漏斗中, 各加氯仿使成 25 ml 再加 pH 5.0 的苯二甲酸氢钾-氢氧化钠缓冲溶液 2 ml 及 0.100 mol/L 的溴麝香草酚蓝溶液 2 ml 强力振摇 5 min, 静置 20 min, 分取氯仿层于已加入 0.125 g 无水硫酸钠 (105 °C 干燥 4 h) 的干燥 25 ml 量瓶中, 密塞, 摇匀。随行空白对照, 测定, 结果表明: 对照品和供试品均在 410 nm 波长处有最大吸收, 且阴性对照无干扰, 因此选择 410 nm 作为测定波长。

2.2.5 标准曲线的制备 精密吸取盐酸小檗碱对照品溶液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 ml 分别置于分液漏斗中, 以下操作方法同 2.2.4 项下“加氯仿使成 25 ml ……”, 在 410 nm 处测定吸收度。实验结果表明小檗碱在 2.0~10.6 mg/L 浓度范围内与吸收度呈良好的线性关系, 回归方程为: $A = 0.048 + 0.040C$ ($r = 0.9995$)。

2.2.6 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 1 ml 按 2.2.4 项下的方法测定吸收度, 每间隔 10 min 测定 1 次, 结果表明离子对在显色后 1 h 内稳定。

2.2.7 精密度试验 精密吸取 1 ml 供试品溶液 5 份, 按 2.2.4 项下的方法测定吸收度, 结果 RSD 为 1.21%。

2.2.8 重现性试验 取同一样品 5 份, 按样品测定项下的方法测定, 结果 RSD 为 1.62%。

2.2.9 回收率试验 精密称取已知含量样品 5 份, 分别加入盐酸小檗碱对照品适量, 按样品测定项下的方法依法测定, 结果见表 1。

表 1 楮实子总生物碱加样回收率试验结果

样品中总碱含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.514	0.503	1.009	99.21		
0.518	0.503	1.004	98.33		
0.521	0.503	1.010	98.63	98.52	0.91
0.510	0.503	0.998	98.51		
0.509	0.503	0.991	97.92		

2.2.10 样品的测定 精密吸取供试品溶液 2 ml 及盐酸小檗碱对照品溶液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 ml 分别置分液漏斗中, 按 2.2.4 项下“加氯仿使成 25 ml ……”, 在 410 nm 处测定吸收度, 据回归方程计算含量, 结果见表 2。

表 2 不同产地楮实子总生物碱的含量

产地	总生物碱含量 (mg/g)	产地	总生物碱含量 / (mg/g)
江西樟树	9.16	河北安国	23.51
新疆乌鲁木齐	23.53	河南禹州	11.35
福建泉州	10.71	福建福州	16.07
江苏南京	13.81	四川西昌	22.84
陕西西安	12.14	安徽芜湖	7.98
安徽碭山	13.75	浙江东阳	17.40
浙江奉化	11.79	山东济南	15.90
上海杨浦	11.13	山东淄博	14.76
四川成都	10.60	贵州花溪	22.62
广东广州	10.30		

3 讨论

生物碱是一类存在于植物体内的含氮的碱性有机化合物, 游离的生物碱及其盐一般都能溶于甲醇和乙醇。甲醇的沸点比乙醇低, 极性比乙醇大, 对生物碱盐类的溶解性能也比乙醇好, 但它对视神经的毒性很大, 所以多数用乙醇 (85%~95%) 作为溶剂。醇类溶剂提取生物碱的方法有浸渍法、渗漉法和热回流法^[3]。如果仅用中性醇提取, 则植物体中一些弱碱或中性碱提取不完全; 若能改用酸性醇提取, 则植物体中的一部分生物碱直接溶解在有机溶剂中, 而另一部分以盐的形式溶解于溶液中, 这样就能提高收率。

由表 2 可知, 不同产地的楮实子药材中所含生物碱的含量有明显差异, 从 7.98 mg/g 至 23.53 mg/g 不等。其中新疆、河北安国、四川西昌和贵州花溪等产地的药材所含总生物碱的含量达 20 mg/g 以上, 显示出明显的地域性差异。

楮实子原植物构树在我国大部分地区均有分布。对楮实子药典标准, 历年药典均以灼烧后的灰分作为其药材质量指标, 以灰分含量越少质量越优^[4]。而从未有代表其活性的化学成分指标来评价其质量的记载。由于楮实子中的总生物碱表现出部分细胞毒作用^[3], 因此建议再版药典将楮实子中的总生物碱含量列为质量评价指标。

【参考文献】

[1] Pang SQ, Wang GQ. Isoquinoline alkaloids from *Broussonetia papyrifera* Chemistry of Natural Compounds [J]. 2007, 43(1), 100
 [2] 庞素秋, 王国权, 黄宝康, 等. 楮实子生物碱的细胞毒作用研究 [J]. 中药材, 2007 (07): 826.
 [3] 肖崇厚. 中药化学 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1997: 93.
 [4] 中国药典 2005 年版 [S]. 一部. 附录, 2005: 56.

[收稿日期] 2009-08-20

[修回日期] 2009-12-05