

Study on the Extraction of Alkaloids from Flos Daturae

Beibei Lou, Qiongmin Liu, Xinxin Li, Xianyan Cheng, Zaichang Yang*

College of Pharmacy, Guizhou University, Guiyang Guizhou
Email: *yangzaichang@126.com

Received: May 1st, 2019; accepted: May 14th, 2019; published: May 21st, 2019

Abstract

Objective: To study the effects of two extraction methods on the extraction rate of total alkaloids from Flos Daturae, and to compare the distribution of alkaloids in the peel and grain of Flos Daturae and to isolate and purify the total alkaloids from Flos Daturae. **Methods:** The concentration of alkaloids in grains and shells was compared by thin layer chromatography (TLC). The alkaloids in the Flos Daturae were separated and purified by silica gel column chromatography. **Results:** The content of alkaloids in the seeds of Flos Daturae was higher than that in the shell, and the content of alkaloids in the shell was very low (<0.5%). The total alkaloid extraction rate in the seeds of Flos Daturae was 3.3%, microwave. The extraction method was 1.4%. **Conclusion:** The alkaloids in the Flos Daturae are mainly distributed in the grain; the alkaloids in the Flos Daturae seeds are extracted by reflux method, the operation is simple, the solvent is used less, the conditions are mild, and the total alkaloid extraction rate is high. Considering all aspects, it is more appropriate to extract the *Agrobacterium* alkaloids by reflux method.

Keywords

Golden Flower, Total Alkaloid, Reflux Method, Microwave Extraction, Column Chromatography

洋金花生物碱提取研究

娄贝贝, 刘琼敏, 李欣欣, 成先艳, 杨再昌*

贵州大学药学院, 贵州 贵阳
Email: *yangzaichang@126.com

收稿日期: 2019年5月1日; 录用日期: 2019年5月14日; 发布日期: 2019年5月21日

摘要

目的: 研究两种提取方法对洋金花中总生物碱提取的提取率的影响、比较生物碱在洋金花果皮和籽粒中
*通讯作者。

的分布情况并对洋金花中总生物碱进行分离纯化。方法：通过薄层色谱法(TLC)比较生物碱在籽粒和壳中的浓度做定性分析；通过硅胶柱层析法对洋金花中生物碱做分离纯化。结果：洋金花籽粒中生物碱含量大于壳中生物碱含量，且壳中生物碱含量极少(<0.5%)；洋金花籽粒中总生物碱提取率回流法为3.3%，微波提取法为1.4%；结论：洋金花中生物碱主要分布在籽粒中；回流法提取洋金花籽粒中生物碱，操作简单、溶剂用量少、条件温和、总生物碱提取率较高，综合各方面考虑，回流法提取洋金花生物碱较为合适。

关键词

洋金花, 总生物碱, 回流法, 微波提取法, 柱层析

Copyright © 2019 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

洋金花为茄科(*Solanaceae*)植物白曼陀罗(*Datura metel* L.)的干燥花, 又名闹洋花、风茄花、醉心花等, 原产于印度, 现广泛分布于温带和热带地区, 在中国各省区均有分布[1]。性温、味辛、有小毒, 其叶、茎、花、果等均可入药, 其生理活性较强, 具有止咳平喘、解痉定痛、麻醉的功效[2]。近年来研究发现其具有抗肿瘤的功效[3][4], 临床上可用于治疗哮喘、关节痛、咳嗽、跌打损伤、重症破伤风等症。本文简单介绍洋金花提取总生物碱, 为其进一步分离提纯和用于生产实践打下基础。

2. 材料及仪器

2.1. 材料

2017年10月在贵州大学校园内采摘洋金花果实, 并将其晾干。在使用前将籽粒与壳分开, 并将壳剪碎成3~5 cm大小。

2.2. 试剂

80%乙醇溶液、蒸馏水、100~200目硅胶粉、200~300目的硅胶粉

2.3. 仪器

单盘电子分析天平、恒温水浴锅、电热套、层析柱

3. 生物碱的提取

洋金花中的生物碱主要为陀罗碱、阿托品、莨菪碱、东莨菪碱、去甲基东莨菪碱等[6][7]。东莨菪碱是粘稠的糖浆状液体, 不易保存, 使用不便, 容易氧化变质。常与氢溴酸反应成盐, 形成氢溴酸东莨菪碱。莨菪碱为白色结晶性粉末, 无臭, 苦辣味, 易消旋, 水溶液呈碱性, 极易溶于乙醇和稀酸。

分别定量称取10.0 g洋金花的籽粒和壳, 再用微波提取法和回流提取法定时1小时提取其总生物碱[5]。然后将所得的粗提取液放在恒温水浴锅上蒸干至药膏, 并称量所提总生物碱的质量, 计算其提取率。

3.1. 洋金花籽生物碱水微波提取

①称取洋金花籽10.0 g + 150 mL → 微波加热1小时

(加热方式: 将 10.0 g 洋金花籽与水放在大烧杯内, 放入微波炉中中火加热至沸腾, 拿出冷却, 再放入微波炉中中火加热沸腾, 冷却, 反复持续 1 小时)

② 选一大小适宜的干燥的蒸发皿, 在电子天平中准确称取其质量。将大烧杯内的提取液倒入蒸发皿内, 放在水浴锅中蒸干至药膏, 再称取粗提物与蒸发皿的质量, 结果如下。

$$m_{\text{蒸发皿+粗提物}} = 70.11 \text{ g}$$

$$m_{\text{蒸发皿}} = 70.11 \text{ g}$$

$$m_{\text{粗提物}} = 0.14 \text{ g}$$

3.2. 洋金花籽生物碱回流提取

① 称取洋金花籽 10.0 g + 150 mL 80%乙醇 → 回流提取 1 小时

② 选一大小适宜的干燥的坩埚, 在电子天平中准确称取其质量。将圆底烧瓶内的提取液倒入坩埚内, 放在水浴锅中蒸干至药膏, 再称取粗提物与坩埚的质量, 结果如下, 提取率比较结果见表 1。

$$m_{\text{蒸发皿+粗提物}} = 66.17 \text{ g}$$

$$m_{\text{蒸发皿}} = 66.50 \text{ g}$$

$$m_{\text{蒸发皿}} = 0.33 \text{ g}$$

Table 1. Comparison of alkaloid extraction rates of Flos Lonicerae
表 1. 细菌纤维素荷洋金花籽粒生物碱提取率比较

| 提取方法 | 粗取物质量/g | 提取率/% | 溶剂用量/ml | 提取时间/h |
|-------|---------|-------|---------|--------|
| 微波提取法 | 0.14 | 1.4 | 150 | 1 |
| 回流提取法 | 0.33 | 3.3 | 150 | 1 |

3.3. 洋金花壳水提取

① 称取洋金花壳 10.0 g + 400 mL → 微波中火加热 1 小时, (加热方式: 将 10.0 g 洋金花壳与 300 mL 水放在大烧杯内, 放入微波炉中中火加热至沸腾, 拿出冷却, 再放入微波炉中火内加热沸腾, 加热到最后大烧杯内水几乎蒸干, 再加入 100 mL 水, 加热沸腾, 冷却, 反复持续 1 小时)。同上操作, 结果如下。

$$m_{\text{蒸发皿+粗提物}} = 53.14 \text{ g}$$

$$m_{\text{蒸发皿}} = 54.04 \text{ g}$$

$$m_{\text{粗提物}} = 0.90 \text{ g}$$

3.4. 洋金花壳醇提取

① 称取洋金花壳 10.0 g + 300 mL 80%乙醇 → 回流提取 1 小时, 同上操作, 结果如下, 提取率比较结果见表 2。

$$m_{\text{蒸发皿+粗提物}} = 54.04 \text{ g}$$

$$m_{\text{坩埚}} = 53.14 \text{ g}$$

$$m_{\text{蒸发皿}} = 0.79 \text{ g}$$

Table 2. Comparison of extraction rates of alkaloids from the golden flower shell

表 2. 洋金花壳生物碱提取率比较

| 提取方法 | 粗取物质量/g | 提取率/% | 溶剂用量/ml | 提取时间/h |
|-------|---------|-------|---------|--------|
| 微波提取法 | 0.90 | 9.0 | 400 | 1 |
| 回流提取法 | 0.79 | 7.9 | 300 | 1 |

4. 洋金花粗提物生物碱的定性分析

4.1. 洋金花籽粒粗提物 TCL 鉴定

用电子天平分别准确称取 20 mg 洋金花籽粒的水、醇粗提物于小烧杯中。向小烧杯中分别加入 5 ml 蒸馏水，使其充分溶解。用微量移液器分别量取小烧杯中溶液各 10 uL 点板。展开液为二氯甲烷与甲醇的混合溶液。结果如图 1。



(注：从左到右分别为洋金花籽生物碱醇粗提物、洋金花籽生物碱水粗提物)

Figure 1. Dendrocalamopsis alkaloids analysis thin layer chromatography

图 1. 细菌洋金花籽生物碱分析薄层色谱

4.2. 洋金花壳粗提取物 TCL 鉴定

用电子天平分别准确称取 20 mg 洋金花壳的水、醇粗提物于小烧杯中。向小烧杯中分别加入 5 ml 蒸馏水，使其充分溶解。用微量移液器分别量取小烧杯中溶液各 10 uL 点板。展开液为二氯甲烷与甲醇的混合溶液。结果如图 2，并未出现条带。



(注：从左到右分别为洋金花壳生物碱醇提取物、洋金花生物碱壳水提取物)

Figure 2. Thin layer chromatography of alkaloids analysis

图 2. 洋金花壳生物碱分析薄层色谱

5. 洋金花生物碱柱层析极性研究

通过前面实验结果表明, 洋金花植物中生物碱主要分布于籽粒中, 未分布于果壳中, 且回流提取法提取洋金花生物碱提取效果更好。为了进一步分离与鉴定洋金花中生物碱类成分, 首先通过柱层析法探索洋金花籽粒回流提取粗提物中总生物碱的极性以便其后续分离研究。

5.1. 装柱

首先, 使用电子天平准确 10 mg 洋金花籽粒粗提物于小烧杯中, 加入适量乙醇充分溶解; 将溶解后所得溶液倒入坩埚中, 并向坩埚中加入适量 100~200 目硅胶粉, 放在恒温水浴锅上, 并用玻璃棒不断搅拌, 使其完全蒸干至粉末状; 取一大小适中的层析柱, 向层析柱中加入适量的 200~300 目的硅胶粉, 并用洗耳球敲击柱壁以使硅胶粉填充紧实; 最后将坩埚中完全蒸干的硅胶粉缓慢倒入层析柱中, 并在层析柱中硅胶粉表面塞入一团棉花。注意该过程为防止硅胶粉吸入, 操作时务必带上防尘口罩。

5.2. 洗脱

洗脱液: ①二氯甲烷:甲醇 = 195:5 mL

②二氯甲烷:甲醇 = 180:20 mL

③二氯甲烷:甲醇 = 150:50 mL

用以上三种极性不同的洗脱液依次洗脱, 将收集到的溶液在水浴锅上蒸干, 再分别用甲醇将其配制为 1 mg/mL 的溶液, 以洋金花籽回流提取物作为原样。结果如图 3~5。

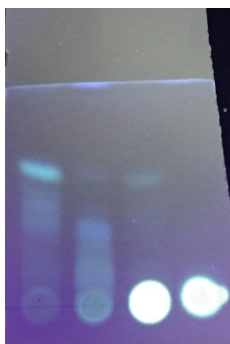


Figure 3. Sample analysis thin layer chromatography (254 nm)
图 3. 样品分析薄层色谱(紫外灯 254 nm 下)

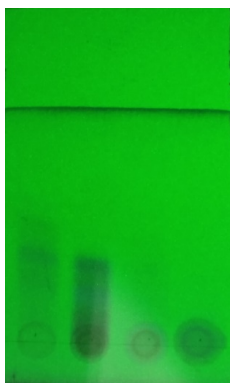


Figure 4. Sample analysis thin layer chromatography (365 nm)
图 4. 样品分析薄层色谱(紫外灯 365 nm 下)



(注: 从左往右分别为使用洗脱液①、②、原始样液、③的洗脱产物)

Figure 5. Sample analysis thin layer chromatography

图 5. 样品分析薄层色谱

6. 结论

采用薄层色谱法分析洋金花籽粒和壳中生物碱含量, 实验结果发现洋金花壳中生物碱含量极少, 籽粒中含量较壳中多; 通过实验比较两种方法提取洋金花籽粒中总生物碱, 实验结果表明: 回流法提取生物碱实验条件温和, 操作简便, 提取效果较好, 提取率较高。通过柱层析法研究洋金花籽粒中总生物碱的极性, 实验结果显示, 当二氯甲烷: 甲醇 = 195:5, 生物碱的富集效果较好, 易于接下来的生物碱分离提纯。

基金项目

国家自然科学基金(NSFC 81460531); 国家自然科学基金(NSFC 81760629); 贵州大学 SRT (No. 192) 计划。

参考文献

- [1] 尚天翠. 超声波法提取曼陀罗种子总生物碱的工艺优化[J]. 辽宁化工, 2016, 45(5): 537-539.
- [2] 牛丽颖, 王继业, 遭秀莲, 等. 薄层色谱法测定洋金花中东莨菪碱的含量[J]. 河北中医学报, 2004, 19(3): 25.
- [3] 杨炳友, 周永强, 刘艳, 等. 洋金花中生物碱类成分的分离与鉴定[J]. 中医药信息, 2017, 34(3): 5-8.
- [4] 李万林. 洋金花种子中有效成分提取工艺的研究[J]. 广东饲料, 23(3): 24-26.
- [5] 彭拓华, 钟世顺, 张少俊, 等. 三种提取方法提取洋金花生物碱的比较研究[J]. 中成药, 2012, 34(5): 832-835.
- [6] 朱月琴, 张弦, 殷放宙. HPLC 法测定洋金花及其总生物碱中东莨菪碱的含量[J]. 海峡药学, 2006, 18(1): 95-97.
- [7] 李振宇, 杨炳友, 舒尊鹏. 洋金花化学拆分组分的性味药理学评价[J]. 中医药信息, 2011, 28(6): 8-13.

知网检索的两种方式：

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>
下拉列表框选择：[ISSN]，输入期刊 ISSN：2160-441X，即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>
左侧“国际文献总库”进入，输入文章标题，即可查询

投稿请点击：<http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱：pi@hanspub.org