

# LC-PDA 测定槟榔、焦槟榔、大腹皮中 4 种生物碱的含量

侯倩煜, 符礼顺, 梁焕宴, 周亚奎, 杨新全, 赵祥升<sup>\*</sup>(中国医学科学院北京协和医学院药用植物研究所海南分所, 海南省南药资源保护与开发重点实验室, 海口 570311)

**摘要:** 目的 建立槟榔、焦槟榔、大腹皮中槟榔碱、槟榔次碱、去甲槟榔碱、去甲槟榔次碱含量的 LC-PDA 测定方法。方法 样品加氨水浸润, 甲醇超声提取。ZORBAX 300-SCX 色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm)分离, 流动相 A 为乙腈, 流动相 B 为 0.2% 甲酸水(氨水调节 pH=3.8), 梯度洗脱, 流速为 0.5 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温为 30 °C, 进样量为 5 μL, 检测波长为 225 nm。结果 槟榔碱、槟榔次碱、去甲槟榔碱、去甲槟榔次碱分别在 2.98~745.0, 2.60~650.0, 1.19~595.0, 1.22~610.0 μg·mL<sup>-1</sup> 内与峰面积呈良好的线性关系( $r^2>0.999$ )。槟榔、焦槟榔、大腹皮中槟榔碱、槟榔次碱、去甲槟榔碱、去甲槟榔次碱的平均加样回收率( $n=6$ )均在 95.0%~105.0%, RSD<2.50%。槟榔和其炮制品中生物碱含量差异显著。结论 该方法快捷、灵敏、准确、可靠, 可用于槟榔、焦槟榔、大腹皮中 4 种生物碱的含量测定, 为槟榔及其饮片的质量控制提供了参考。

**关键词:** 槟榔; 焦槟榔; 大腹皮; 槟榔碱; 槟榔次碱; 去甲槟榔碱; 去甲槟榔次碱; 液相色谱

中图分类号: R917 文献标志码: B 文章编号: 1007-7693(2023)04-0443-05

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2023.04.002

引用本文: 侯倩煜, 符礼顺, 梁焕宴, 等. LC-PDA 测定槟榔、焦槟榔、大腹皮中 4 种生物碱的含量[J]. 中国现代应用药学, 2023, 40(4): 443-447.

## Determination of Four Alkaloids Components in Arecae Semen, Arecae Semen Tostum and Arecae Pericarpium by LC-PDA

HOU Qianyu, FU Lishun, LIANG Huanyan, ZHOU Yakui, YANG Xinquan, ZHAO Xiangsheng<sup>\*</sup>(Hainan Branch Institute of Medicinal Plant Development, Chinese Academy of Medical Sciences & Peking Union Medical College, Hainan Provincial Key Laboratory of Resources Conservation and Development of Southern Medicine, Haikou 570311, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To establish an LC-PDA method for determination of arecoline, arecaidine, guvacoline and guvacine in Arecae Semen, Arecae Semen Tostum and Arecae Pericarpium. **METHODS** The sample was soaked with ammonia, and extracted with methanol by ultrasonic extraction. The target compounds were separated on a ZORBAX 300-SCX column(150 mm×4.6 mm, 5 μm) with a gradient elution of acetonitrile(A)-0.2% acetic acid(B) solution(adjusted to pH=3.8 with ammonium) at the flow rate of 0.5 mL·min<sup>-1</sup>. The column temperature was 30 °C, the injection volume was 5 μL, and the detection wavelength was set at 225 nm. **RESULTS** Arecoline, arecaidine, guvacoline and guvacine showed a good linear relationship with the peak area within 2.98–745.0, 2.60–650.0, 1.19–595.0, 1.22–610.0 μg·mL<sup>-1</sup>, respectively( $r^2>0.999$ ). The average recoveries of arecoline, arecaidine, guvacoline and guvacine in Arecae Semen, Arecae Semen Tostum and Arecae Pericarpium were ranged from 95.0% to 105.0%, with RSD<2.50%( $n=6$ ). The content of alkaloids in Arecae Semen and its processed products was significantly different. **CONCLUSION** The proposed method is rapid, sensitive, accurate, reliable, which can be used for the determination of four alkaloids in Arecae Semen, Arecae Semen Tostum and Arecae Pericarpium.

**KEYWORDS:** Arecae Semen; Arecae Semen Tostum; Arecae Pericarpium; arecoline; arecaidine; guvacoline; guvacine; LC

槟榔是棕榈科植物槟榔(*Areca catechu* L.)的干燥成熟种子, 具有杀虫、消积、行气、利水、截疾的功效。中国药典 2020 年版收载的槟榔饮片有槟榔、焦槟榔和大腹皮等<sup>[1]</sup>。临床上多将槟榔炮制品及其成方制剂用于绦虫病、小儿疳积、腹胀便秘等疾病的治疗<sup>[2]</sup>。槟榔中主要的活性成分为生物碱类

化合物, 主要为槟榔碱、槟榔次碱、去甲槟榔碱、去甲槟榔次碱等<sup>[3]</sup>。由于生物碱的存在, 槟榔具备诸多明确的疗效, 如驱虫、抗血栓和抗动脉粥样硬化等, 但又表现出一些毒性作用, 如免疫毒性、细胞毒性和基因毒性<sup>[4]</sup>。此外, 如果将槟榔作为一种咀嚼食品, 长期、过量地食用, 其中的槟榔碱可致

**基金项目:** 国家自然科学基金项目(82074130); 海南省重点研发计划项目(ZDYF2020183, ZDYF2023SHFZ141); 海南省基础与应用基础研究计划高层次人才项目(2019RC342); 中国医学科学院医学与健康科技创新工程(2021-I2M-1-032)

**作者简介:** 侯倩煜, 女, 实习研究员 E-mail: 2397565293@qq.com **\*通信作者:** 赵祥升, 男, 博士, 副研究员 E-mail: xiangsheng437@163.com

使口腔黏膜下纤维性变,有诱发口腔癌的风险<sup>[5]</sup>。因此,开展槟榔和其炮制品中生物碱的定量分析对槟榔药效和毒性的深入研究有重要意义。槟榔中生物碱含量测定方法已有少量报道<sup>[6-10]</sup>,李春燕等<sup>[6]</sup>建立了槟榔中槟榔碱和槟榔次碱的 HPLC 测定方法;胡璇等<sup>[7]</sup>,屈文佳等<sup>[8]</sup>采用 HPLC 同时检测槟榔中槟榔碱、槟榔次碱、去甲基槟榔碱、去甲基槟榔次碱 4 种生物碱的含量;李汴生等<sup>[9]</sup>采用 HPLC 考察了烫漂和烘干过程对槟榔中槟榔碱含量的影响;毛春芹等<sup>[10]</sup>用乙醚回流提取, HPLC 测定大腹皮中槟榔碱的含量。目前文献主要集中在槟榔中生物碱的分析,有关槟榔及其炮制品中的槟榔碱、槟榔次碱、去甲槟榔碱、去甲槟榔次碱的比较研究还未见报道。本研究采用 LC-PDA 同时测定槟榔、焦槟榔、大腹皮中 4 种生物碱的含量,期望为槟榔的质量控制提供参考。

## 1 仪器与试剂

### 1.1 仪器

Waters H-class 型超高效液相色谱仪(含 PDA 检测器, Waters 公司); XS105DU 型十万分之一电子天平、LE203E 型千分之一电子天平均购自梅特勒托利多科技(中国)有限公司(上海); KQ-500DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); GL-21B 型低温高速离心机(上海安亭科学仪器厂); Mili-Q 型纯水仪(Millipore 公司)。

### 1.2 试剂

槟榔、焦槟榔、大腹皮购自海南、云南、广东和广西等地区,经中国医学科学院北京协和医院药用植物研究所海南分所南药资源中心杨新全研究员鉴定为棕榈科植物槟榔(*Areca catechu* L.)的干燥成熟种子样品,样品信息见表 1。对照品槟榔碱(批号: S16A11T11356)、去甲槟榔碱(批号: S02S11Y123203)、去甲槟榔次碱(批号: J28GB149634)购自上海源叶生物科技有限公司,纯度均>98%;槟榔次碱(成都克洛玛生物科技有限公司,批号: CHB180305;纯度>98%),色谱纯甲醇、乙腈、甲酸、氨水购自 Fisher 公司,水为屈臣氏蒸馏水。

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件

色谱柱: ZORBAX 300-SCX(150 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈(A)-0.2%甲酸水(氨水调节 pH=3.8)(B), 梯度洗脱(0~10 min, 3%A; 10~11 min,

表 1 样品信息

Tab. 1 Sample information

样品 No.	批号	产地	样品 No.	批号	产地		
S1	BL202111HN01	海南	S24	JBL202111HN03	海南		
S2	BL202111HN02	海南	S25	JBL202111HN04	海南		
S3	BL202111HN03	海南	S26	JBL202111HN05	海南		
S4	BL202111HN04	海南	S27	JBL202111HN06	海南		
S5	BL202111HN05	海南	S28	JBL202111GX07	广西		
S6	BL202111HN06	海南	S29	JBL202111GX08	广西		
S7	BL202111HN07	海南	S30	JBL202111GX09	广西		
S8	BL202111HN08	海南	S31	JBL202111GD10	广东		
S9	BL202111HN09	海南	S32	JBL202111GD11	广东		
S10	BL202111HN10	海南	S33	JBL202111YN12	云南		
槟榔	S11	BL202111HN11	海南	S34	JBL202111YN13	云南	
	S12	BL202111HN12	海南	S35	DFP202111HN01	海南	
	S13	GL202111GX13	广西	S36	DFP202111HN02	海南	
	S14	GL202111GX14	广西	S37	DFP202111HN03	海南	
	S15	GL202111GX15	广西	S38	DFP202111HN04	海南	
	S16	GL202111GD16	广东	S39	DFP202111HN05	海南	
	S17	GL202111YN17	云南	大腹皮	S40	DFP202111HN06	海南
	S18	GL202111YN18	云南		S41	DFP202111GX07	广西
	S19	GL202111YN19	云南	S42	DFP202111GX08	广西	
	S20	GL202111YN20	云南	S43	DFP202111GD09	广东	
	S21	GL202111YN21	云南	S44	DFP202111GD10	广东	
焦槟榔	S22	JBL202111HN01	海南	S45	DFP202111YN11	云南	
	S23	JBL202111HN02	海南	S46	DFP202111YN12	云南	

3%→45%A; 11~35 min, 45%A); 流速: 0.5 mL min<sup>-1</sup>; 柱温: 30 °C; 进样量: 5 μL; 检测波长: 225 nm。

### 2.2 溶液的制备

**2.2.1 混合对照品储备液** 精密称取各对照品适量,置于 10.0 mL 棕色量瓶中,甲醇溶解并定容至刻度,配成槟榔碱、槟榔次碱、去甲槟榔碱、去甲槟榔次碱质量浓度分别为 745, 650, 595 和 610 μg·mL<sup>-1</sup>的混合对照品储备液,4 °C 保存,备用。不同浓度的混合对照品溶液由储备液稀释得到。

**2.2.2 供试品溶液** 称取槟榔、焦槟榔、大腹皮药材粉末(过 5 号筛)约 1.0 g,加氨水 2 mL 浸润 30 min 后,精密加入甲醇 20 mL,称重,超声提取 30 min(功率 500 W,频率 40 kHz,室温),冷却至室温,用甲醇补足减失质量,7 155×g 离心 10 min,取上清液 10 mL,真空浓缩至近干,甲醇溶解残渣,定容至 5 mL,过 0.22 μm 微孔滤膜,即得。

**2.2.3 色谱图** 取“2.2.1”和“2.2.2”项下制备的混合对照品溶液和供试品溶液按“2.1”项下色谱条件进行测定,色谱图见图 1。

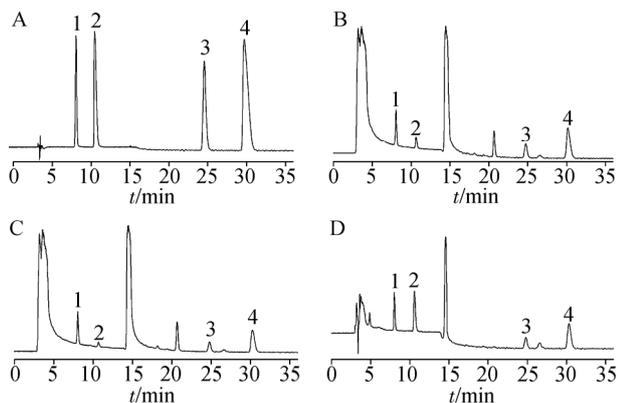


图 1 LC-PDA 色谱图

A-混合对照品; B-槟榔样品(S15); C-焦槟榔样品(S27); D-大腹皮样品(S41); 1-去甲槟榔次碱; 2-槟榔次碱; 3-去甲槟榔碱; 4-槟榔碱。

Fig. 1 LC-PDA chromatograms

A-mixed reference substance; B-sample of Arecae Semen(S15); C-sample of Arecae Semen Tostum(S27); D-sample of Arecae Pericarpium(S41); 1-guvacine; 2-arecaidine; 3-guvacoline; 4-arecoline.

### 2.3 提取方法的优化

实验中以槟榔(S10)为样品考察了影响超声提取的主要因素: 氨水的加入量(0, 0.5, 1.0, 2.0 和 3.0 mL), 提取溶剂体积(10, 20, 30 和 40 mL 甲醇), 超声时间(15, 30, 45 和 60 min), 结果见图 2。加入氨水可以显著提高槟榔碱、槟榔次碱、去甲槟榔碱和去甲槟榔次碱的提取率, 当氨水加入量 > 2 mL 时, 提取率没有显著增加。当甲醇体积 > 20 mL 和提取时间 > 30 min 时, 4 种生物碱的含量没有显著的增加。因此, 槟榔样品提取条件为槟榔样品 1.0 g, 2 mL 氨水浸润后, 加入 20 mL 甲醇超声提取 30 min。

### 2.4 方法学考察

**2.4.1 线性关系考察** 分别精密吸取槟榔碱、槟榔次碱、去甲槟榔碱、去甲槟榔次碱的混合对照品储备液 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 5.0 mL, 用甲醇定容至 5 mL 量瓶中, 混匀, 按“2.1”项下色谱条件测定。以对照品的峰面积(Y)及对应物质的质量浓度(X,  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )进行线性回归, 目标物在各自的质量浓度范围内呈良好的线性关系( $r^2 > 0.999$ )。以信噪比为 3 时的质量浓度为检测限(limit of detection, LOD), 信噪比为 10 时

表 2 4 个成分的线性方程、线性范围、定量限和检测限

Tab. 2 Linear equation, linear range, LOQ and LOD of four constituents

成分	线性方程	$r^2$	线性范围/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	LOQ/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	LOD/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$
槟榔碱	$Y=2.28\times 10^3 X+4.86\times 10^4$	0.999 9	2.98~745.0	2.98	1.49
槟榔次碱	$Y=1.46\times 10^3 X+7.71\times 10^4$	0.999 8	2.60~650.0	2.60	1.30
去甲槟榔碱	$Y=2.66\times 10^4 X+4.87\times 10^4$	0.999 7	1.19~595.0	1.19	0.60
去甲槟榔次碱	$Y=1.90\times 10^4 X+3.38\times 10^4$	0.999 9	1.22~610.0	1.22	0.61

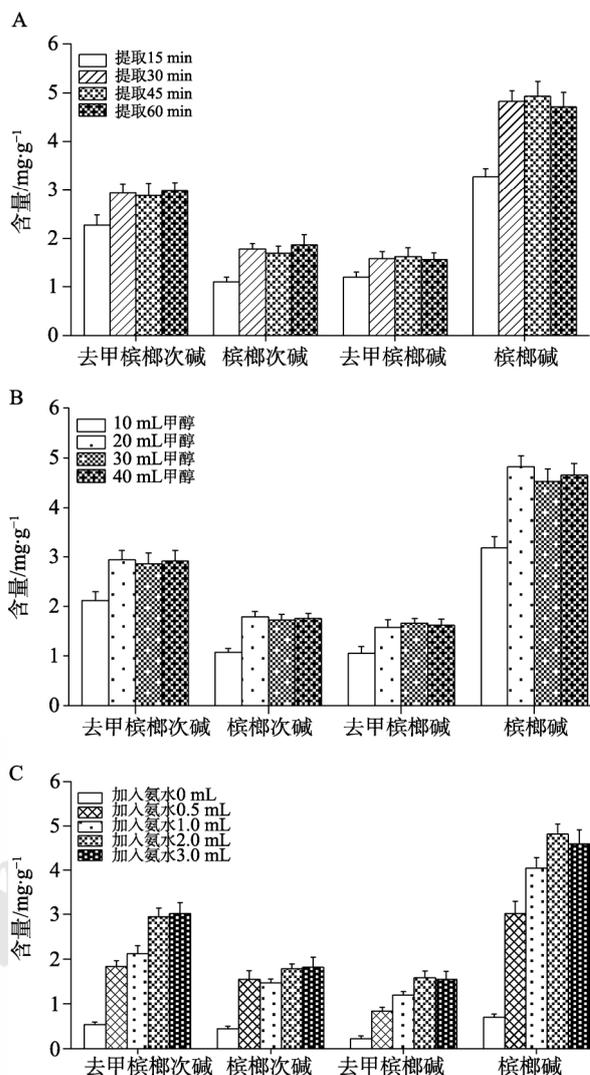


图 2 提取时间(A)、提取溶剂体积(B)和氨水体积(C)对目标物提取率的影响

Fig. 2 Effects of extraction time(A), extraction solvent volume(B) and ammonia volume(C) on extraction efficiency

的质量浓度为定量限(limit of quantitation, LOQ), 结果见表 2。

**2.4.2 仪器精密度和稳定性试验** 取同一份混合对照品溶液, 连续进样 6 次, 记录分析物峰面积, 计算其 RSD, 结果槟榔碱、槟榔次碱、去甲槟榔碱、去甲槟榔次碱色谱峰峰面积的 RSD 分别为 0.78%, 0.45%, 0.95%, 1.86%, 表明仪器精密度良好。取槟榔供试品溶液(S10)分别于 0, 2, 4, 8,

12, 18, 24 h 时间点进样, 计算分析物峰面积的 RSD, 结果槟榔碱、槟榔次碱、去甲槟榔碱、去甲槟榔次碱色谱峰峰面积的 RSD 分别为 1.08%, 0.95%, 1.24%, 1.94%, 表明溶液中被测成分在 24 h 内稳定性良好。

**2.4.3 重复性试验** 按照“2.2.2”项下方法制备槟榔(S10)、焦槟榔(S24)、大腹皮(S38)的供试品溶液各 6 份, 分别进样检测。结果槟榔及其炮制品中槟榔碱、槟榔次碱、去甲槟榔碱、去甲槟榔次碱含量的 RSD 在 0.50%~2.50%, 表明该方法重复性良好。

**2.4.4 加样回收率试验** 分别称取 6 份已知含量的槟榔(S10)、焦槟榔(S24)、大腹皮(S38)样品 0.50 g, 精密加入适当浓度的对照品溶液(相当于供试药材原有含量质量分数的 100%)。按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件进样测定, 计算加样回收率, 结果见表 3。由表 3 可知, 槟榔、焦槟榔和大腹皮中 4 种成分的平均加样回收率在 96.9%~104.5%, RSD 均<3.0%, 表明方法准确可靠。

表 3 加样回收实验结果

**Tab. 3 Results of recovery test** %

成分	槟榔		焦槟榔		大腹皮	
	回收率	RSD	回收率	RSD	回收率	RSD
去甲槟榔次碱	104.5	0.63	98.1	0.87	103.0	1.29
槟榔次碱	100.6	1.54	99.6	1.45	103.6	0.63
去甲槟榔碱	96.9	0.80	99.3	1.15	98.5	2.01
槟榔碱	102.8	0.97	102.9	1.09	101.5	0.61

## 2.5 样品测定

分别称取不同产地的槟榔、焦槟榔、大腹皮药材粉末 1.0 g, 按“2.2.2”项下超声提取方法制备供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件进样测定( $n=3$ ), 计算槟榔碱、槟榔次碱、去甲槟榔碱、去甲槟榔次碱的含量, 结果见表 4~6。由表可知, 槟榔中槟榔碱( $2.21\sim 7.41\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )含量较高, 其次为去甲槟榔次碱( $1.00\sim 3.42\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )、槟榔次碱( $0.47\sim 1.81\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )和去甲槟榔碱( $0.57\sim 1.79\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )含量较低。焦槟榔中槟榔碱( $1.04\sim 4.42\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )含量较高, 去甲槟榔次碱( $0.72\sim 2.79\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )次之, 槟榔次碱( $0.51\sim 0.88\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )和去甲槟榔碱( $0.31\sim 1.33\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )含量略有差异。除个别样品外, 大腹皮中槟榔碱( $<LOQ\sim 3.29\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )和槟榔次碱( $<LOQ\sim 3.63\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )含量较高, 去甲

槟榔次碱( $<LOQ\sim 1.86\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )和去甲槟榔碱( $<LOQ\sim 1.10\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )含量相对较低。该结果与屈文佳等<sup>[7-8,10]</sup>报道中槟榔、焦槟榔、大腹皮的 4 种生物碱含量范围相似, 槟榔中 4 种生物碱的含量高于焦槟榔和大腹皮。

表 4 槟榔中 4 种成分的含量测定结果

**Tab. 4 Quantitative analytical results of the four constituents in Arecae Semen**  $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$

No.	产地	去甲槟榔次碱	槟榔次碱	去甲槟榔碱	槟榔碱	4 种生物碱总含量
S1	海南	1.62	1.20	1.19	5.73	9.74
S2	海南	2.66	1.28	1.01	2.89	7.84
S3	海南	1.99	0.69	0.58	2.65	5.91
S4	海南	1.19	0.47	0.57	2.64	4.87
S5	海南	1.47	1.23	0.82	3.45	6.97
S6	海南	2.09	0.76	0.77	2.75	6.37
S7	海南	2.00	0.94	0.82	2.90	6.66
S8	海南	1.00	0.48	0.63	2.21	4.32
S9	海南	1.31	0.57	0.88	3.06	5.82
S10	海南	2.96	1.81	1.60	4.80	11.17
S11	海南	2.82	1.70	1.55	6.62	12.69
S12	海南	1.22	0.80	0.99	3.88	6.89
S13	广西	2.49	0.93	1.49	4.27	9.18
S14	广西	3.01	1.18	1.76	6.27	12.22
S15	广西	3.26	1.63	1.79	6.31	12.99
S16	广东	3.42	0.83	1.23	5.10	10.58
S17	云南	2.53	0.57	1.32	4.45	8.87
S18	云南	3.28	1.66	1.21	5.51	11.66
S19	云南	2.94	1.64	1.51	7.41	13.50
S20	云南	2.55	1.39	1.12	3.79	8.85
S21	云南	2.54	0.62	1.36	4.10	8.62

表 5 焦槟榔中 4 种成分的含量测定结果

**Tab. 5 Quantitative analytical results of the four constituents in Arecae Semen Tostum**  $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$

No.	产地	去甲槟榔次碱	槟榔次碱	去甲槟榔碱	槟榔碱	4 种生物碱总含量
S22	海南	0.72	0.61	0.37	1.46	3.16
S23	海南	0.75	0.68	0.38	1.69	3.50
S24	海南	0.79	0.66	0.63	2.90	4.98
S25	海南	0.80	0.56	0.62	2.16	4.14
S26	海南	1.33	0.51	0.79	2.56	5.19
S27	海南	2.79	0.54	1.33	4.42	9.08
S28	广西	1.01	0.67	0.41	1.92	4.01
S29	广西	1.04	0.53	0.52	2.07	4.16
S30	广西	0.77	0.51	0.31	1.04	2.63
S31	广东	1.26	0.88	0.44	1.36	3.94
S32	广东	1.19	0.85	0.62	1.88	4.54
S33	云南	1.91	0.59	0.57	2.56	5.63
S34	云南	1.49	0.55	0.59	2.46	5.09

表6 大腹皮中4种成分的含量测定结果

Tab. 6 Quantitative analytical results of the four constituents in *Arecae Pericarpium*

No	产地	去甲槟榔次碱	槟榔次碱	去甲槟榔碱	槟榔碱	4种生物碱总含量
S35	海南	0.81	0.90	0.64	1.97	4.32
S36	海南	1.04	1.21	0.92	3.16	6.33
S37	海南	0.08	0.63	0.09	0.52	1.32
S38	海南	0.85	1.88	0.22	1.23	4.18
S39	海南	1.49	1.99	1.10	3.29	7.87
S40	海南	0.06	0.86	0.10	0.13	1.15
S41	广西	1.86	3.63	0.98	3.21	9.68
S42	广西	0.44	0.67	<LOD	<LOD	1.11
S43	广东	0.07	0.51	0.12	0.69	1.39
S44	广东	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD	-
S45	云南	0.67	0.85	0.58	1.72	3.82
S46	云南	<LOQ	0.19	<LOQ	<LOQ	0.19

注: &lt;LOQ 表示含量小于定量限。

Note: &lt;LOQ indicated that the content was less than the quantitative limit.

### 3 讨论

#### 3.1 检测方法的优化

实验中为了目标峰达到较好的分离度和峰形,优化了色谱柱、流动相、柱温等条件。首先比较了不同类型的色谱柱 BEH C<sub>18</sub>(50 mm×2.1 mm, 1.7 μm)、BEHHILIC(100 mm×2.1 mm, 2.7 μm)、XBridge C<sub>18</sub>(150 mm×4.6 mm, 5 μm)、ZORBAX300-SCX(150 mm×4.6 mm, 5 μm), 结果显示4种生物碱在 ZORBAX 300-SCX 色谱柱上谱图基线平稳,峰形对称,分离度较好(>1.5),出峰时间短,故选择该色谱柱为分离柱。其次考察了不同流动相系统(甲醇-水、甲醇-甲酸水溶液、乙腈-水、乙腈-甲酸水溶液)的分离效果,乙腈-甲酸水的效果优于其他流动相。ZORBAX 300-SCX 为强阳离子交换柱,流动相的 pH 值影响较大,用浓氨水调节 pH 为 3.8 时的分离效果最佳。此外,还考察了流速、检测波长等条件。综合优化结果,最终确定了“2.1”项下的色谱条件。

#### 3.2 提取方法的优化

中国药典 2020 年版以槟榔碱作为槟榔质量控制的指标成分,采用乙醚为溶剂,加热回流的方法制备样品溶液<sup>[1]</sup>。该方法能较好地提取槟榔碱和去甲槟榔碱,但对槟榔次碱和去甲槟榔次碱的提取率较低,且提取过程复杂。实验中考察了不同溶剂(甲醇、乙醇、甲醇:氯仿=4:1、石油醚)的提取效果,结果发现在碱性条件下甲醇对4种生物碱的提取效果最佳。槟榔中的生物碱常以与鞣质结合的形式存在<sup>[10]</sup>,加入适量的氨水可以提高生物碱的提取率,且提取溶液中的杂质相对较少,并发现加入 2 mL 氨水的效果最佳。实验中还比较了超声提取和加热回流提取,2种方法的提取效果差异不

大。超声提取快速、便捷,故选择该提取方法,并对超声提取的方法进行了优化。最终确定的提取方法为样品 1.0 g, 2 mL 氨水浸润后,加入 20 mL 甲醇超声提取 30 min。

#### 3.3 槟榔及其炮制品定量结果分析

中国药典 2020 年版规定槟榔中槟榔碱含量不得少于 0.20%, 焦槟榔中槟榔碱含量不得少于 0.10%, 大腹皮中槟榔碱含量未作规定<sup>[1]</sup>。结果显示槟榔和焦槟榔样品中槟榔碱的含量均符合药典要求。槟榔碱和去甲槟榔碱为小分子水溶性生物碱,在炮制过程中可以水解为槟榔次碱和去甲槟榔次碱,而4种成分在炮制过程中可能有不同程度的挥发<sup>[11]</sup>,造成了含量的降低。该结果表明炮制对槟榔中生物碱有影响,但炮制机制的研究还有待深入。

本研究建立了槟榔及其炮制品中槟榔碱、槟榔次碱、去甲槟榔碱、去甲槟榔次碱等4种成分的 LC-PDA 测定方法,该方法准确度高、选择性好,具有较好的重复性和精密度,适用于槟榔和炮制品中生物碱类成分含量定量分析,为槟榔质量控制和炮制工艺的研究提供了参考。

### REFERENCES

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2020: 381-382
- [2] KONG D D, LI X Y, ZHAO X S, et al. International research progress of edible and medicinal *Arecae Semen*[J]. *China J Chin Mater Med*(中国中药杂志), 2020, 45(21): 280-286.
- [3] KONG D D, LI X Y, ZHAO X S, et al. Domestic and international research progress of edible and medicinal *Arecae Semen*[J]. *China J Chin Mater Med*(中国中药杂志), 2021, 46(5): 1053-1059.
- [4] 周明玺, 郭亦晨, 李珂, 等. 槟榔活性成分及药理毒理作用研究进展[J]. *中成药*, 2022, 44(3): 878-883.
- [5] YIN M S, PAN F B, GUO J X, et al. Research into chemical constituents and pharmacological activities in *Areca catechu* L. [J]. *Food Rev Dev*(食品研究与开发), 2021, 42(15): 219-224.
- [6] LI C Y, ZHANG X M, YUE L, et al. Determination of arecoline and arecaidine in *Semen Arecae* by HPLC[J]. *Acta Chin Med Pharmacol*(中医学报), 2018, 46(3): 21-23.
- [7] HU X, YU F L, YUAN C, et al. Quantitative analysis of four alkaloid components in Binlang(*Arecae Semen*) and its different processed products by HPLC[J]. *Chin Arch Tradit Chin Med*(中华中医药学刊), 2020, 38(10): 172-176.
- [8] QU W J, JIA Z, XIN J, et al. Simultaneously determination of 4 alkaloids in *Arecae Semen* by HPLC[J]. *Cent South Pharm*(中南药学), 2020, 18(3): 485-488.
- [9] LI B S, GU W L, RUAN Z. Effect of arecoline content in the *Areca catechu* during blanching and drying process[J]. *Food Ferment Ind*(食品与发酵工业), 2017(10): 157-160.
- [10] MAO C Q, LU T L, JI D, et al. HPLC determination of Arecoline in *Arecae Pericarpium* from different habitats[J]. *Chin Pharm J*(中国药理学杂志), 2013, 48(11): 909-911.
- [11] 汪锦飘, 林晓珊, 刘永茂. 不同炮制方法对槟榔中活性成分槟榔碱含量的影响[J]. *亚太传统医药*, 2014, 10(9): 35-36.

收稿日期: 2022-06-08

(本文责编: 陈怡心)