

匙羹藤叶石油醚浸泡物化学成分的 GC-MS 分析

丘琴, 甄汉深*, 石琳, 蒋兰兰
(广西中医药大学, 南宁 530001)

[摘要] 目的: 分析匙羹藤叶石油醚浸泡物的化学成分。方法: 用石油醚浸泡匙羹藤叶, 并用 GC-MS 法分离分析其成分及相对含量。结果: 从匙羹藤叶的石油醚浸泡物分离出 13 个化学成分, 鉴定了 11 个化学成分, 占总质量的 99.35%。结论: 匙羹藤叶石油醚浸泡物主要的化学成分是正十六烷酸, 2, 6, 10, 15, 19, 23-六甲基-2, 6, 10, 14, 18, 22-二十四烷六烯和十八烷, 分别占总质量的 23.28%, 26.34%, 21.35%, 研究结果为匙羹藤叶化学成分的研究提供了科学依据。

[关键词] 匙羹藤叶; 成分分析; 气相色谱-质谱联用

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)07-0093-03

[doi] 10.11653/zgsyfyjzz2013070093

GC-MS Analysis of Chemical Compositions of Petroleum Ether Immersion of Leaves of *Gymnema sylvestre*

QIU Qin, ZHEN Han-shen*, SHI Lin, JIANG Lan-lan
(Guangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanning 530001, China)

[Abstract] **Objective:** To analyze the chemical compositions and their relative content of the petroleum ether immersion of the leaves of *Gymnema sylvestre*. **Method:** The chemical compositions of petroleum ether immersion of leaves of *Gymnema sylvestre* were separated and identified by GC-MS. **Result:** Thirteen compositions were found and 11 compositions were identified in the petroleum ether immersion. **Conclusion:** The principal chemical compositions in petroleum ether immersion were n-hexadecanoic acid, 2, 6, 10, 15, 19, 23-hexamethyl-2, 6, 10, 14, 18, 22-tetracosahexaene and octadecane, accounting for 23.28%, 26.34% and 21.35% of all quantity respectively. The research could provide scientific basis for chemical composition researches of leaves of *Gymnema sylvestre*.

[Key words] leaves of *Gymnema sylvestre*; composition analysis; GC-MS

匙羹藤为广西常用的传统民间用药, 其来源于萝藦科匙羹藤属植物, 又名武靴藤、羊角藤、金刚藤^[1-3], 广泛分布于我国广西, 其他南方省区、亚洲热带地区以及南非亦有分布^[4]。匙羹藤, 其性平,

味苦, 全株均可药用, 具有消肿解毒、清热凉血、止痛、生肌等功效, 常用于治疗脓肿、乳腺炎、痈疮肿毒、枪弹伤、杀虱等疾病^[1]。笔者曾采用水蒸气蒸馏法提取匙羹藤叶中的挥发油, 并采用 GC-MS 法分析其挥发油的成分^[5], 但发现传统的水蒸气蒸馏法耗时较长, 操作麻烦, 挥发油的损失较大, 鉴于一般挥发油在石油醚中的溶解度较好, 本实验采用石油醚浸泡的方法提取匙羹藤叶中的挥发油并采用 GC-MS 法分析, 为匙羹藤叶化学成分的研究提供科学依据。

1 材料

气相色谱-质谱联用仪(美国 Agilent5973N-6890N), 挥发油提取器, LG16-W 型离心机(北京医

[收稿日期]

[基金项目] 广西自然科学基金项目(桂科自 0229044); 广西教育厅科研项目(桂教科 2001); 广西中医学院重点科研项目(ZD2004010)

[第一作者] 丘琴, 博士, 从事药学和中药学的教学和科研工作, Tel: 0771-3124407, E-mail: 12031983@163.com

[通讯作者] *甄汉深, 教授, 博士生导师, 从事药学和中药学的教学和科研工作, Tel: 0771-2918239, E-mail: 8zhen@163.com

用离心厂), 色谱柱 HP-5MS 毛细管柱 (0.25 $\mu\text{m} \times 250 \mu\text{m} \times 30.0 \text{ m}$)。匙羹藤叶采自广西南宁地区, 经广西一心药业马利飞副主任药师鉴定为萝藦科匙羹藤属植物匙羹藤 *Gymnema sylvestre* (Retz.) Schult 的叶。其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 石油醚浸泡物的提取 取干燥的匙羹藤叶粗粉 10 g, 置于 150 mL 锥形瓶中, 加入 100 mL 石油醚, 浸泡 48 h, 滤过, 取滤液, 挥干溶剂, 得黄色残留物, 得率为 0.05%, 用乙醚溶解, 同时加入少量无水硫酸钠干燥, 得匙羹藤叶石油醚浸泡物。

2.2 气相色谱-质谱联用分析条件 HP-5MS 毛细管柱 (0.25 $\mu\text{m} \times 250 \mu\text{m} \times 30 \text{ m}$), 载气为高纯 He 气, 流速 1 mL $\cdot\text{min}^{-1}$, 进样口温度为 250 $^{\circ}\text{C}$, 倍增器电压为 1741 V, 电离方式为 EI, 接口温度 280 $^{\circ}\text{C}$, 离子源温度 230 $^{\circ}\text{C}$, 电子能量 70 eV, 发射电流 0.25 mA, 质量扫描范围 m/z 30 ~ 500, 溶剂延迟 3 min。

2.3 石油醚浸泡物的升温程序 取 1.0 μL 石油醚浸泡物样品注入仪器, 分流比为 10:1, 升温程序为 100 ~ 210 $^{\circ}\text{C}$ (20 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$), 210 ~ 260 $^{\circ}\text{C}$ (8 $^{\circ}\text{C} \cdot$

min^{-1}), 260 $^{\circ}\text{C}$ 恒温 8 min, 260 ~ 280 $^{\circ}\text{C}$ (8 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$), 280 $^{\circ}\text{C}$ 恒温 2 min。

2.4 结果 从匙羹藤叶的石油醚浸泡物中分离了 13 个化学成分, 用气相色谱数据处理系统, 对总离子流图中的各峰经质谱扫描后得到质谱图, 经过 NIST02 质谱库计算机数据系统检索^[6], 结合人工检索, 从匙羹藤叶的石油醚浸泡物中鉴定了 11 个化合物, 以峰面积归一化法测得其中各组分的相对体积分数, 鉴定出的 11 个化合物占总质量的 99.35%, 结果见图 1, 表 1。

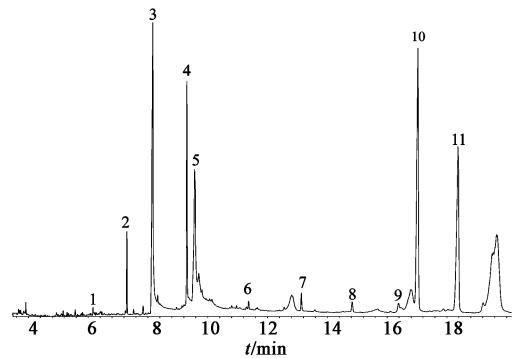


图 1 匙羹藤叶石油醚浸泡物化学成分的总离子流

表 1 匙羹藤叶石油醚浸泡物化学成分

No.	t /min	相对分子式	相对分子质量	化合物	体积分数 /%
1	5.76	C ₁₃ H ₂₀ O ₂	208	4-(3-羟基-1-丁烯基)-3,5,5-三甲基-2-环己烯-1-酮 4-(3-hydroxy-1-butenyl)-3,5,5-trimethyl-2-cyclohexen-1-one	0.26
2	6.90	C ₁₈ H ₃₆ O	268	6,10,14-三甲基-2-十五烷酮 6,10,14-trimethyl-2-pentadecanone	2.50
3	7.76	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	正十六烷酸 n-hexadecanoic acid	23.28
4	8.90	C ₂₀ H ₄₀ O	296	植物醇 phytol	9.11
5	9.16	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	282	(E)-9-十八碳烯酸 (E)-9-octadecenoic acid	14.16
6	10.97	C ₂₁ H ₄₀ O ₂	324	4,8,12,16-四甲基十七烷酸-4-交酯 4,8,12,16-tetramethylheptadecan-4-olide	0.38
7	12.73	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278	邻苯二羧酸单(2-乙基)己酯 1,2-benzenedicarboxylic acid, mono(2-ethylhexyl) ester	0.96
8	15.98	C ₂₀ H ₄₂	282	二十烷 eicosane	0.29
9	16.63	C ₃₀ H ₅₀	410	2,6,10,15,19,23-六甲基-2,6,10,14,18,22-二十四烷六烯 2,6,10,15,19,23-hexamethyl-2,6,10,14,18,22-tetracosahexaene	26.34
10	14.43	C ₁₇ H ₃₆	240	十七烷 heptadecane	0.72
11	17.97	C ₁₈ H ₃₈	254	十八烷 octadecane	21.35

3 小结

匙羹藤叶的石油醚浸泡物中主要化学成分为 2,6,10,15,19,23-六甲基-2,6,10,14,18,22-二十四烷六烯, 正十六烷酸, 十八烷, (E)-9-十八碳烯酸, 其中萜类化合物占 35.45%, 饱和脂肪族类化合物占

46.02%, 不饱和脂肪族类化合物占 16.92%, 为匙羹藤叶化学成分的研究提供了科学依据。

本文采用石油醚浸泡的方法提取匙羹藤叶的挥发油, 通过与笔者前期研究的水蒸气蒸馏法进行比较分析, 发现两种方法提取得到的挥发油种类相似,

HPLC 测定山西安泽青翘、老翘主要成分含量

岳晓华, 史静超, 薛慧清*, 王一婕, 高丽, 郭羽
(山西中医学院, 太原 030024)

[摘要] 目的: 比较山西安泽青翘与老翘中连翘酯苷、连翘苷、芦丁的含量, 为临床上连翘的合理应用、保证临床疗效提供理论依据。方法: 青翘、老翘药材粉末中加甲醇超声波提取 45 min; 采用 HPLC 测定 3 种主要成分的含量, 色谱柱为 HITACHI C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相甲醇-0.1% 醋酸水, 梯度洗脱, 流速 1 mL·min⁻¹, 柱温 25 °C, 测定波长 280 nm, 进样量 10 μL。结果: 青翘中连翘酯苷, 连翘苷、芦丁的含量分别为 2.38%, 0.37%, 0.26%; 老翘中 3 种成分的含量分别为 0.74%, 0.20%, 0.09%。结论: 山西安泽青翘中连翘酯苷、连翘苷、芦丁的含量均明显高于老翘。

[关键词] HPLC; 青翘; 老翘; 连翘酯苷; 连翘苷; 芦丁

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)07-0095-03

[doi] 10.11653/zgsyfjxzz2013070095

Quantitative Determination of Major Constituents in Green Fructus Forsythiae and Grown Fructus Forsythiae from Shanxi Anze by HPLC

YUE Xiao-hua, SHI Jing-chao, XUE Hui-qing*, WANG Yi-je, GAO Li, GUO Yu
(Shanxi College of Traditional Chinese Medicine, Taiyuan 030024, China)

[Abstract] **Objective:** To compare the forsythoside, forsythin and rutin of Green Fructus Forsythiae and Grown Fructus Forsythiae from Shanxi Anze, the main ingredient content can provide the basis for application of forsythia in clinical. **Method:** The samples were extracted by ultrasonic extraction with methanol, and separated at 25 °C on a HITACHI C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) column, eluted with methanol-acetic acid water as mobile phase. Flow rate was set at 1 mL·min⁻¹ and the detection wavelength was set at 280 nm. Sample size was 10 μL.

[收稿日期] 20121011(001)

[基金项目] 山西省科技攻关项目(20080311052-1)

[第一作者] 岳晓华, 硕士学位, 实验师, 从事中药成分的提取分离、功效研究及细胞培养技术研究, Tel: 0351-2272442, E-mail: yuexiaohua888@163.com

[通讯作者] * 薛慧清, 博士, 教授, 从事中药及天然药物有效成分的提取分离、结构鉴定及活性研究, Tel: 0351-2272277, E-mail: xuehuiqing@sina.com

大多数为萜类化合物、饱和脂肪族类化合物和不饱和脂肪族类化合物; 但水蒸气蒸馏法提取得到的挥发油成分较多, 可能是由于水蒸气蒸馏法通过加热提取, 温度较高, 对挥发油提取得更为充分。对匙羹藤叶挥发油成分的提取、分析有待进一步研究。

[参考文献]

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典. 上册[M]. 上海: 上海人民出版社, 1977: 2461.
- [2] 全国中草药汇编编写组. 全国中草药汇编. 下册

- [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1978: 573.
- [3] 广西壮族自治区中医药研究所. 广西药用植物名录[M]. 南宁: 广西人民出版社, 1986: 376.
- [4] 黄泰康, 丁志遵. 现代本草纲目: 上卷[M]. 北京: 中国医药出版社, 2001: 1437.
- [5] 丘琴, 甄汉深, 石琳. 广西匙羹藤叶挥发油化学成分的气相色谱-质谱联用分析[J]. 时珍国医国药, 2010, 21(12): 3083.
- [6] 从浦珠. 质谱学在天然有机化学中的应用[M]. 北京: 科学出版社, 1987: 26.

[责任编辑 顾雪竹]