

锦鸡儿脂溶性成分 GC-MS 分析

陈龙, 张一冰, 顾海鹏, 许启泰, 康文艺*
(河南大学中药研究所, 河南 开封 475004)

[摘要] 目的:对锦鸡儿的脂溶性成分进行研究。方法:冷浸法提取锦鸡儿中脂溶性成分,气相色谱-质谱(GC-MS)联用技术检测。结果:在锦鸡儿中分离鉴定出 18 个化合物,占色谱总馏分出峰面积的 82.36%。结论:锦鸡儿脂溶性成分主要为脂肪酸类(63.31%)。

[关键词] 锦鸡儿; 脂溶性成分; 气相色谱-质谱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)07-0123-03

Analysis of Fat-soluble Components in *Caragana Sinica* by GC-MS

CHEN Long, ZHANG Yi-bing, GU Hai-peng, XU Qi-tai, KANG Wen-yi*
(Institute of Chinese Materia, Henan University, Kaifeng 475004, China)

[Abstract] **Objective:** To analyze the fat-soluble components of *Caragana sinica*. **Method:** The fat-soluble component was extracted by cold-soak extraction, and GC-MS was used to analyze their components. **Result:** 18 compounds were identified, amounting for 82.36%. **Conclusion:** The fatty acids were the main components, amounting for 63.31% of the total fat-soluble components.

[Key words] *Caragana sinica*; fat-soluble components; GC-MS

豆科锦鸡儿属植物,全世界约 100 余种,分布于亚洲和欧洲的干旱和半干旱地区。我国产 62 种,9 变种,12 变型^[1]。该属植物锦鸡儿产于我国大部分省区,其根和花药用。根,味甘,性微温,有补血、活血、祛风,清肺益脾的功能,用以治疗虚损、劳热咳嗽、高血压、妇科疾患、关节炎、黄疸型肝炎、水肿等;花称金雀花,味甘,性微温,有滋阴和血、健脾、祛风止咳的功能,用于头晕头痛、耳鸣眼花、肺虚久咳、小儿疳积^[2]。近来研究表明,该属植物除具有抗炎、降压作用^[3-4]外,还具有较强的抗癌及抗病毒活性^[5-6]。

本课题组对锦鸡儿挥发性成分做了研究,共鉴定出 Z-5-十九碳烯(31.65%), 8-十七碳烯(15.82%)等 19 个成分^[7],未见关于锦鸡儿脂溶性成分的其他报道,本文对锦鸡儿脂溶性成分进行

GC-MS 分析,为进一步研究锦鸡儿的化学成分及生物活性提供理论依据。

1 材料

GC 6890 N 型气相色谱仪(美国安捷伦公司); 5975 型质谱仪(美国安捷伦公司)。锦鸡儿地上部分于 2007 年 8 月采集于贵州省都匀地区,经贵阳中医学院刘凡教授鉴定为豆科锦鸡儿属植物锦鸡儿 *Caragana sinica*。

2 方法与结果

2.1 脂溶性成分提取 在室温下锦鸡儿用甲醇浸泡 3 次,每次 3 天,回收甲醇,得甲醇总浸膏。依次用石油醚、乙酸乙酯和正丁醇萃取,得到石油醚部位、乙酸乙酯部位和正丁醇部位。取其石油醚部位少许进行脂溶性成分分析。

2.2 气相色谱-质谱联用(GC-MS)分析条件 气相色谱条件:HP-5 MS 石英弹性毛细管柱(250 μm \times 30.0 m, 0.25 μm),载气为高纯氦气(99.999%),流速为 1.0 mL \cdot min⁻¹,进样口温度为 250 $^{\circ}\text{C}$,色谱柱初始温度 100 $^{\circ}\text{C}$ (保持 1.0 min),以 15 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ 升温至 310 $^{\circ}\text{C}$ (保持 5 min),进样量 2 μL 。质谱条件:

[收稿日期] 2011-12-08

[第一作者] 陈龙,硕士,从事中药活性成分及新药开发研究

[通讯作者] *康文艺,从事天然药物活性成分及安全性评价,
Tel:0378-3880680, E-mail: kangweny@ hotmail. com

电离源为 EI, 电离能量 70 eV, 离子源温度为 230 °C, 传输线温度为 280 °C, 四级杆温度为 150 °C, 电子倍增器电压 1 765 V。质量扫描范围为 30 ~ 440 m/z, 分流进样, 分流比 10:1, 溶剂延迟 2 min。

2.3 成分鉴定 按上述实验方法和条件, 对锦鸡儿脂溶性成分进行 GC-MS 分析, 计算机质谱数据系统检索 (RTLPEST3. L 和 NIST08. L), 面积归一化法确定各成分的质量分数, 各组分按照从气相色谱 HP-5MS 柱中流出的顺序, 结果见图 1 和表 1。并查对有关质谱资料和有关文献, 分离鉴定得到 18 个化合物, 占色谱总馏分出峰面积的 82.36%, 其中 6-硬脂

酸 (29.48%) 和 *n*-棕榈酸 (22.29%) 含量最高。

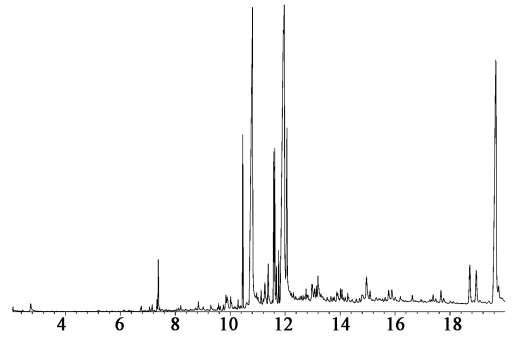


图 1 锦鸡儿脂溶性成分的总离子流图

表 1 锦鸡儿脂溶性成分

No.	t/min	化合物	相似度/%	相对含量/%
1	7.390	β -Bisabolene)-, (S)-1-甲基-4-(5-甲基-1-甲基-4-己烯基)-环己烯	95	1.07
2	10.465	hexadecanoic acid, methyl ester 棕榈酸甲酯	99	3.75
3	10.813	n-hexadecanoic acid <i>n</i> -棕榈酸	99	22.29
4	11.132	methyl 15-methylhexadecanoate 15-甲基十六烷酸甲酯	97	0.47
5	11.264	cis-10-heptadecanoic acid 反 10-十七烷酸	99	1.21
6	11.386	heptadecanoic acid 十七酸	96	1.52
7	11.584	9,12-octadecadienoic acid (Z,Z)-, methyl ester (Z,Z)-9.12-十八碳二烯酸甲酯	99	3.13
8	11.621	9-octadecenoic acid, methyl ester, (E)-9-硬脂酸甲酯	99	3.24
9	11.687	phytol 叶绿醇	83	0.94
10	11.772	octadecanoic acid, methyl ester 硬脂酸甲酯	99	1.09
11	11.969	6-octadecenoic acid 6-硬脂酸	99	29.48
12	12.063	octadecanoic acid 十八酸	99	7.07
13	12.994	9,12-octadecadienoic acid (Z,Z)-(Z,Z)-9.12-十八碳二烯酸	91	0.88
14	13.192	eicosanoic acid 花生酸	99	0.86
15	14.960	cis-9-hexadecenal 顺 9-十六碳烯	97	1.25
16	18.721	5-cholestene-3-ol, 24-methyl-24-甲基-5 胆甾烯-3-醇	99	1.95
17	18.956	stigmasterol 豆甾醇	99	1.57
18	19.764	stigmasterol 豆甾醇	92	0.59
总计	-	-	-	82.36

3 讨论

表 1 显示, 锦鸡儿脂溶性成分中, 脂肪酸类 (63.31%) 和酯类 (11.68%) 是其主要成分, 6-硬脂酸和 *n*-棕榈酸含量分别为 29.48%、22.29%。其中棕榈酸具有降低血清胆固醇、保护胰岛素等作用^[8], 豆甾醇用于合成肾上腺皮质激素和黄体激素^[9]。对锦鸡儿脂溶性成分的初步分析, 为其化学成分和药理作用深入研究开发提供很好的研究基础。

[参考文献]

- [1] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志. 第 42 卷[M]. 北京: 科学出版社, 1993: 13.
- [2] 吴征镒. 新华本草纲要. 第二册[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1991: 109.
- [3] 金景姬, 方文龙, 金正男, 等. 小叶锦鸡儿的抗炎作用[J]. 中国中药杂志, 1993, 18(5): 306.
- [4] 屈松柏, 张晓星. 锦鸡儿治疗高血压的临床研究[J]. 实用中西医结合杂志, 1989, 2(2): 10.

生化丸质量标准研究

胡玉花^{1*}, 邓双炳¹, 王成霞¹, 李军红¹, 张思巨²

(1. 北京振东光明药物研究院有限公司国家中医药三级实验室, 北京 100120;
2. 中国中医科学院中药研究所, 北京 100700)

[摘要] 目的: 建立一种生化丸的质量标准, 为科学评价和有效控制其质量提供可靠的依据。方法: 采用薄层色谱 (TLC) 对方中中药材进行鉴别; 采用高效液相色谱法 (HPLC), 以甲醇-1% 冰醋酸溶液 (25:75) 为流动相, 色谱柱 YMC-Pack ODS-A (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 322 nm, 测定生化丸中阿魏酸的含量。结果: TLC 图谱中可检出当归、川芎、甘草的特征图谱, 阿魏酸进样量在 52.0 ~ 520.0 ng 线性关系良好, $r = 0.9997$ 。平均回收率为 98.01%, RSD 1.34% ($n = 6$)。结论: 所建方法简单准确, 重复性好, 可用于生化丸的质量控制。

[关键词] 生化丸; 薄层色谱法; 高效液相色谱法; 阿魏酸

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)07-0125-03

Study on Quality Standard of Shenghua Pills

HU Yu-hua^{1*}, DENG Shuang-bing¹, WANG Cheng-xia¹, LI Jun-hong¹, ZHANG Si-ju²

(1. Level 3 Laboratory for State Administration of Traditional Chinese Medicine, Beijing Zhendong Gguangming Pharmaceutical Research Institute Co. Ltd., Beijing 100120, China;
2. Institute of Chinese Meteria Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a quality standard of Shenghua pills for scientific evaluation and effective control of its quality to provide a reliable basis. **Method:** TLC was used for identification; ferulic acid was determined by HPLC, the separation was performed on YMC-Pack ODS-A (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), using a mixture of methanol-1% acetic acid solution (25:75) as the mobile phase with the flow rate of 1.0 mL·min⁻¹, the detection wavelength is 322 nm. **Result:** *Angelica sinensis* (Oliv.) Diels., *Ligusticum chuanxiong* Hort. and *Glycyrrhiza uralensis* Fisch. could be detected by TLC. Ferulic acid was linear in the range of 52.0-520.0 ng ($r = 0.9997$); the average recovery was 98.01% (RSD 1.34%). **Conclusion:** The method was simple and accurate with a good reproducibility, and can be used for the quality control of Shenghua pills.

[Key words] Shenghua pills; TLC; HPLC; ferulic acid

[收稿日期] 20110831(004)

[基金项目] 山西振东开元制药股份有限公司质量标准提高项目

[通讯作者] *胡玉花, 从事药品质量研究, Tel: 010-62035456, E-mail: 408856063@qq.com

- [5] 盛智, 田春艳, 王羽雄, 等. 锦鸡丙素对两株人肺癌细胞株蛋白激酶和同工酶活性的影响[J]. 上海医科大学学报, 1999, 26(6): 395.
- [6] Woo E R, Km H J, Kwak J H, et al. Inhibition of gp-120-CD₄ interaction by various plant extracts [J]. Phytomedicine, 1997, 4(1): 53.
- [7] 孙慧玲, 张倩, 李东, 等. 固相微萃取/气相色谱/质谱法分析锦鸡儿茎挥发性成分[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(10): 63.
- [8] 张丽, 高聆, 梁军, 等. 棕榈酸对胰岛的脂毒性及非诺贝特的保护作用[J]. 中华内分泌代谢杂志, 2005, 21(2): 155.
- [9] 许新德, 张定丰, 汪志明, 等. 从植物甾醇中提取甾醇的方法[R]. 专利申请号 200310108704. 2, 2005.

[责任编辑 蔡仲德]