

DOI:CNKI:11-3495/R. 20110524. 1336. 007

江香薷醇提物石油醚部位化学成分分析

刘华¹, 李桂生², 罗永明^{1*}, 陈钟文¹, 刘文琴¹

(1. 江西中医学院药学院, 南昌 330004; 2. 江西省分析测试研究所, 南昌 330029)

[摘要] 目的:研究江香薷醇提物石油醚部位的化学成分。方法:采用 GC-MS 联分析和鉴定化学成分。结果:在最佳分析条件下,经毛细管色谱分离、气相质谱分析工作站 WILEY/NBS 库, NIST02 质谱数据库检索,并参照有关文献,共分离出 50 个峰,鉴定了 38 个化学成分。含量较高的化合物为百里香酚(18.31%), 3,13-十八碳二烯-1-醇(10.26%), 香荆芥酚(8.60%) 等。结论:利用 GC-MS 分析鉴定江香薷脂溶性成分,具有快速、稳定、重复性好的特点,可用于江香薷药材成分的分析鉴定。

[关键词] 江香薷;化学成分;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(2011)14-0068-03

Chemical Constituents of Petroleum Spirit Part of *Mosla chinensis* 'Jiangxiangru'

LIU Hua¹, LI Gui-sheng², LUO Yong-ming^{1*}, CHEN Zhong-wen¹, LIU Wen-qin¹

(1. Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China;

2. Jiangxi Province Research Institute of Analysis & Test, Nanchang 330029, China)

[Abstract] **Objective:** To investigate the chemical constituents of petroleum spirit part of *Mosla chinensis*

[收稿日期] 2011-03-17

[基金项目] 江西省卫生厅重点课题(2008ZZ0010)

[第一作者] 刘华, 博士, 副教授, 研究方向:中药的有效成分研究, E-mail: winner616@163.com

[通讯作者] * 罗永明, 博士, 教授, 研究方向:天然产物的活性成分研究, E-mail: loym@tom.com

[网络出版时间] 2011-05-24 13:36

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20110524.1336.007.html>

仪器和色谱柱的损害也增大,因此,本文在峰形良好的情况下尽可能的选择低浓度的磷酸和三乙胺。

用 DAD 紫外检测器对山豆根提取物进行了全波长扫描,经分析研究,选定前 24 min 检测波长为 220 nm, 24 min 后检测波长为 280 nm。

通过研究建立了广西 10 个产地的山豆根药材的 HPLC 指纹图谱,得到指纹图谱各色谱峰分离度较好,基线平稳,色谱信息较为丰富,而且色谱峰分布均匀,参照峰氧化苦参碱(保留时间 20 min 左右)与其他色谱峰分离度良好。各主要色谱峰相对保留时间基本一致,符合指纹图谱的要求。平均相似度为 0.955,其中田阳产的山豆根相似度最低,为 0.826,可能产地不同其所含成分以及所含成分的含量会有一定的差异。本实验方法稳定可靠,可为有

效控制山豆根药材的质量提供科学参考。

[参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S].2010:25
- [2] 国家中医药管理局《中华本草》编委会.中华本草[M].上海:上海科学技术出版社,1999,3394.
- [3] 谢培山.中药制剂色谱指纹图谱(图像)鉴别[J].中成药,2000,22(6):391.
- [4] 谢培山.色谱指纹图谱分析是中草药质量控制的可行策略[J].中药新药与临床药理,2001,5(12):141.
- [5] 谢培山.中药色谱指纹图谱鉴别的概念属性技术与应用[J].中国中药杂志,2001,10(26):653.
- [6] 黄亚非,黄际薇,陶玲,等.广西不同产地山豆根的指纹图谱特征研究[J].中药材,2005,28(1):21.

[责任编辑 蔡仲德]

‘Jiangxiangru’. **Method:** The chemical constituents were analysed and identified by GC-MS. **Result:** the extra tion was separated by capillary tubing colour spectrum, and 38 peaks affirmed were by WILEY/NBS, NIST02 work station and reference documentation. The major chemical components are thymol (18.31%), 3, 13-octadecadien-1-ol (10.26%), carvacrol (8.60%). **Conclusion:** Analyzing and identifying composition by GC-MS is fast, stable, and has fine reproduction quality, it can be used for composition analysis of *Mosla chinensis* ‘Jiangxiangru’.

[**Key words**] *Mosla chinensis* ‘Jiangxiangru’; chemical component; GC-MS

江香薷 *Mosla chinensis* ‘Jiangxiangru’ 为唇形科石芥苳属植物, 2005年版《中国药典》^[1] 记载的正品香薷之一, 江西的道地药材, 主产于江西分宜、宜春、新余等地。其性温, 味辛, 有发汗解表、祛暑化湿、利水消肿之功效; 临床用于恶寒发热、头痛无汗、腹痛吐泻、小便不利等症的暑湿感冒。目前, 国内外对石芥苳属石香薷研究较多, 对江香薷有效成分物质基础研究一直较为薄弱。我们对江香薷进行了系统的化学成分研究, 包括极性较大的部位^[2-3], 醇提物中石油醚部位, 以期为深度研究开发该药材提供必要的基础数据。

1 材料

Clarus 500 GC-MS 型气相色谱质谱联用仪(美国 Perkin Elmer 公司)。

江香薷药材采自江西省分宜县, 经江西中医学院药学院药用植物学科组赖学文教授鉴定为唇形科石芥苳属植物江香薷 *M. chinensis* ‘Jiangxiangru’ 的干燥全草。其余试剂均为市售分析纯。

2 方法与结果

2.1 样品的制备 取 8 kg 阴干的江香薷全草, 10 倍量 95% 乙醇加热回流提取。醇提物^[4] 用石油醚

(60~90 °C) 萃取, 回收溶剂得到石油醚部位的浸膏。浸膏用分析纯石油醚溶解, 配成浓度为 3 g·L⁻¹ 的溶液, 作为供试品溶液。

2.2 GC-MS 分析 色谱条件: 色谱柱 DB-5MS 石英毛细管色谱柱(0.25 mm × 30 m, 0.25 μm), 进口温度 260 °C, 检测器温度 230 °C, 程序升温(初始温度 50 °C, 以 20 °C·min⁻¹ 的速率升温至 120 °C, 以 3 °C·min⁻¹ 的速率升温至 180 °C, 以 5 °C·min⁻¹ 的速率升温至 260 °C, 保持 10 min), 进样量 1 μL, 载气为氦气(纯度 > 99.199%), 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 分流比为 20.0 mL·min⁻¹。

质谱条件: 电子轰击(EI)离子源, 电离电压 70 eV, 离子源温度 230 °C, EM 电压相对值 1 094 V; 扫描质量 *m/z* 55~550。

2.3 数据处理 供试品按上述条件进行 GC-MS 分析。得 GC-MS 总离子流图。图中各组分的分子离子峰、基峰及碎片离子峰的 *m/z* 及其丰度数据, 通过 WILEY/NBS 库, NIST02 质谱数据库检索, 并查对质谱裂解方式及同属物质类似研究^[5-6] 的文献进行化合物确认。最后应用气相色谱峰面积归一法进行计算, 得出各成分的相对百分含量。结果见表 1。

表 1 江香薷石油醚提取物的化学成分分析

No.	化合物	相对分子量	分子式	保留时间/min	质量分数/%
1	百里香酚 thymol	150	C ₁₀ H ₁₄ O	9.15	18.31
2	香荆芥酚 carvacrol	150	C ₁₀ H ₁₄ O	9.34	8.60
3	乙酸百里香酚酯 thymyl acetate	192	C ₁₂ H ₁₆ O ₂	10.23	2.24
6	o-甲氧基-α, α-二甲基苯甲醇 o-methoxy-α-dimethylbenzyl alcohol	166	C ₁₀ H ₁₄ O ₂	12.72	1.13
7	4-仲丁基-1,2-苯二酚 4-(1-methyl propyl)-1,2-benzenediol	166	C ₁₀ H ₁₄ O ₂	12.81	0.13
8	α-石竹烯 α-caryophyllene	204	C ₁₅ H ₂₄	13.15	0.84
9	γ-杜松萜烯 γ-cadinene	204	C ₁₅ H ₂₄	14.74	0.07
10	δ-杜松萜烯 δ-cadinene	204	C ₁₅ H ₂₄	14.86	0.06
11	β-倍半水芹烯 β-sesquiphellandrene	204	C ₁₅ H ₂₄	15.02	0.15
12	顺-细辛醚 cis-asarone	208	C ₁₀ H ₁₄ O ₂	15.65	0.10
13	石竹烯环氧化物 caryophyllene diepoxide	220	C ₁₅ H ₂₄ O	16.89	0.15

续表 1

No.	化合物	相对分子量	分子式	保留时间/min	质量分数/%
14	1-十六碳烯 1-hexadecene	224	C ₁₆ H ₃₂	17.13	0.23
15	十六烷 hexadecane	226	C ₁₆ H ₃₄	17.39	0.51
16	蛇麻烯氧化物 humulene oxide	220	C ₁₅ H ₂₄ O	17.81	1.13
17	4-乙酰基-3-甲氧基苯乙酮 4-acetoxy-3-methoxy acetophenone	208	C ₁₁ H ₁₂ O ₄	18.50	2.49
18	十七烷 heptadecane	240	C ₁₇ H ₃₆	20.64	0.29
19	十四烷酸 tetradecanoic acid	228	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	22.79	0.23
20	15E-十七碳烯醛 E-15-heptadecenal aldehyde	252	C ₁₇ H ₃₂ O	23.72	0.74
21	十八烷 octadecane	254	C ₁₈ H ₃₈	23.98	1.26
22	6,10,14-三甲基-2-十五烷酮 2-pentadecanone,6,10,14-trimethyl	268	C ₁₈ H ₃₆ O	25.25	0.30
23	邻苯二甲酸二异丁基酯 1,2-benzenedicarboxylic acid, bis(2-methyl propyl) ester	278	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	25.74	0.21
24	4-环己基十三烷 tridecane,4-cyclohexyl	266	C ₁₉ H ₃₈	25.93	0.12
25	3-苯甲基磺酰基-2,6,6-三甲基苯酚 3-benzyl sulfonyl-2,6,6-trimethyl phenol	292	C ₁₇ H ₂₄ O ₂ S	26.59	0.42
26	十九烷 nonadecane	268	C ₁₉ H ₄₀	27.03	1.59
27	棕榈酸 hexadecanoic acid	256	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	29.34	6.16
28	十七酸乙酯 heptadecanoic acid, ethylester	298	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	29.46	1.11
29	二十烷 eicosane	282	C ₂₀ H ₄₂	29.67	2.23
30	二十一烷 heneicosane	296	C ₂₁ H ₄₄	31.94	5.51
31	叶绿醇 phytol	296	C ₂₀ H ₄₀ O	32.06	1.01
32	3,13-十八碳二烯-1-醇 3,13-octadecadien-1-ol	266	C ₁₈ H ₃₄ O	33.17	10.26
33	硬脂酸 octadecanoic acid	284	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	33.52	1.85
34	二十二烷 docosane	310	C ₂₂ H ₄₆	34.00	6.98
35	二十三烷 tricosane	324	C ₂₃ H ₄₈	35.89	6.56
36	二十四烷 tetracosane	338	C ₂₄ H ₅₀	37.62	2.76
37	9-环己基二十烷 9-cyclohexyl eicosane	364	C ₂₆ H ₅₂	39.07	1.17
38	二十七烷 heptacosane	380	C ₂₇ H ₅₆	39.26	1.14

3 讨论

气质联用共检出 50 个峰, 鉴定出 38 种成分, 经面积归一化法计算占总峰面积的 88.08%。其中相对含量大于 1% 的化学成分有 20 种。

江香薷石油醚部位化学成分的主要化学类型为萜类, 脂肪酸, 芳香化合物及长链烃类成分等。其中含量较高的成分有百里香酚, 香荆芥酚, 3,13-十八碳二烯-1-醇, 棕榈酸及二十二烷等。由表中可知, 单萜类成分(百里香酚、香荆芥酚和乙酸百里香酚酯)的含量较大, 占了总含量的 29.15%; 其次长链脂肪烃占了 28.83%; 脂肪酸类物质(如硬脂酸、软脂酸等)含量也较高。

结果表明, 江香薷含多种萜烯类(terpenes)物质。如香荆芥酚、百里香酚和乙酸百里香酚酯等为单萜化合物, α-石竹烯、杜松萜烯、石竹烯环氧化物、β-倍半水芹烯、蛇麻烯氧化物等倍半萜类化合物及叶绿醇等为二萜类化合物。萜类化合物是一类具有

较强香气和生理活性的天然烃类化合物。这些化合物的存在与江香薷独特的香气和具有杀菌、消炎、止痛和抑制肿瘤的作用密切相关。

[参考文献]

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2005: 182.
- [2] 刘华, 张东明, 罗永明. 江西道地药材江香薷化学成分研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(3): 56.
- [3] 刘华, 沈娟娟, 张东明, 等. 江香薷的极性成分研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(8): 84.
- [4] 邹云霞, 吴启南, 吴德康. 淡竹叶醇提物石油醚部位化学成分分析[J]. 中药材, 2008, 31(12): 1822.
- [5] 毛燕, 李祖光, 曹江林. 石香薷挥发油成分分析[J]. 浙江林学院学报, 2008, 25(2): 26.
- [6] 罗光明, 杨光义, 刘红宁, 等. 香薷类药材挥发油化学成分比较研究[J]. 中国中药杂志, 2007, 32(14): 1483.

[责任编辑 蔡仲德]