

广西产海桐叶、花挥发油的化学成分

苏秀芳^{1*}, 梁振益²

(1. 广西民族师范学院化学与生物工程系, 广西 崇左 532200; 2. 海南大学材料与化工学院, 海口 570228)

[摘要] 目的: 分析研究广西产海桐叶、花挥发油的化学成分。方法: 用水蒸汽蒸馏法提取挥发油, 并用气相色谱-质谱联用技术对挥发油化学成分进行分析, 用面积归一化法测定各成分的相对百分含量。结果: 从海桐叶挥发油中鉴定了 10 个化合物, 占总面积的 100%, 主要成分为绿花白千层醇 (40.09%)、十六烷 (15.13%); 从海桐花挥发油中鉴定了 6 个化合物, 占总面积的 100%, 主要成分为绿花白千层醇 (60.33%)、肉豆蔻醚 (17.40%)、喇叭茶醇 (5.69%)。结论: 广西产海桐叶、花挥发油主要成分为绿花白千层醇。

[关键词] 海桐; 挥发油; 气相质谱联用技术

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)03-0096-03

Chemical Constituents of Essential Oil of Leaves and Flowers from *Pittosporum tobira* in Guangxi

SU Xiu-fang^{1*}, LIANG Zhen-yi²

(1. Department of Chemistry and Biological Engineering, Guangxi Normal University for Nationalities, Chongzuo 532200, China; 2. Hainan University, Material and Chemical Technology College, Haikou 570228, China)

[Abstract] Objective: To analyze the chemical constituents of essential oil from the leaves and flowers of *Pittosporum tobira* Ait in Guangxi. **Method:** The essential oils were extracted by steam distillation and analyzed by GC-MS. The relative content was determined by area normalization. **Result:** Ten compounds were identified, which accounted for over 100% of the leaves essential oils. The main constituents were viridiflorol (40.09%), hexadecane (15.13%). 6 compounds were identified, which accounted for 100% of the flowers essential oils. The main constituents were viridiflorol (60.33%), 4-methoxy-6-(2-propenyl)-1,3-benzodioxole (17.40%), ledol (5.69%). **Conclusion:** The main constituents of essential oil from the leaves and flowers of *P. tobira* in Guangxi is viridiflorol.

[Key words] *Pittosporum tobira* Ait; essential oil; GC-MS

海桐花科植物海桐 *Pittosporum tobira* Ait, 常绿小乔木或灌木, 各地多有栽培, 为园林绿化观赏树种^[1]。其根、叶和种子均能入药, 根能祛风活络、散瘀止痛; 叶能解毒、止血; 种子能涩肠、固精等。李彩芳^[2]等采用水蒸气蒸馏法提取花蕾挥发油, 并用 GC-MS 测定其化学成分, 鉴定了 41 种成分, 主要成分为: 1R- -蒎烯 (22.16%)、壬烷 (12.55%)、十一

烷 (8.25%)、喇叭茶醇 (2.51%)、-蒎烯 (2.42%)、1,2,3,4-四氢化-6,7-二甲基-萘 (1.92%)、橙花叔醇 (1.57%)。

1 实验

1.1 实验仪器 HP6890/HP5973MS 联用仪 (美国安捷伦公司), SHB-() 循环水式真空泵 (巩义市英峪予华仪器厂), RE5298 旋转蒸发器 (上海雅荣生化设备仪器有限公司)。

1.2 实验材料及药品 海桐叶、花于 2009 年 6 月采集于广西民族师范学院龙州校区内, 经该校生物教研室黄秋婵副教授鉴定为 *P. tobira*。无水 Na₂SO₄

[收稿日期] 20100918(004)

[通讯作者] * 苏秀芳, Tel: 0771-7870719, E-mail: suxiufang-88

@ sina.com

(分析纯),石油醚(分析纯,60~90℃)

1.3 挥发油的提取 分别称取新鲜海桐叶、花 50 g 用常规方法水蒸气蒸馏 6 h。馏出液加入 30 mL 石油醚萃取 3 次,合并萃取液。加入少量无水 Na_2SO_4 ,静置 12 h。回收溶剂,得黄色油状物,具有浓郁香味,称量得 14,255 mg,得油率为 0.060% 及 5.10%。

1.4 气相色谱-质谱联用条件 气相色谱条件:石英毛细管柱 HP-FFAP(30 m × 0.25 mm, 0.25 μm),程序升温从 60℃ 开始,以 4℃·min⁻¹ 升到 150℃,再以 8℃·min⁻¹ 升温到 250℃;载气为 He,柱流量 1.0 mL·min⁻¹,进样口温度 250℃,分流比 50:1。

质谱条件:EI 源;电离电压 70 eV,离子源温度 230℃,扫描范围 m/z 10~500,进样量 1.0 μL。

2 结果与讨论

按色谱条件和质谱条件对海桐叶、花挥发油进行 GC-MS 分析,各色谱峰经 HPMSD 化学工作站检索 NIST98 标准质谱图库,分别确认了 6 个和 10 个成分,用峰面积归一化法计算出各成分的相对质量分数,总离子流图分别见图 1 和图 2。结果分别见表 1。

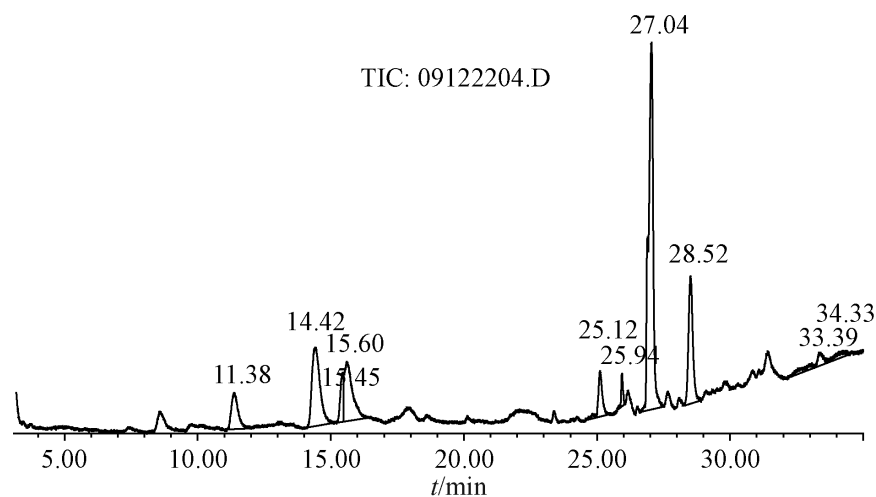


图 1 海桐叶总离子流量图

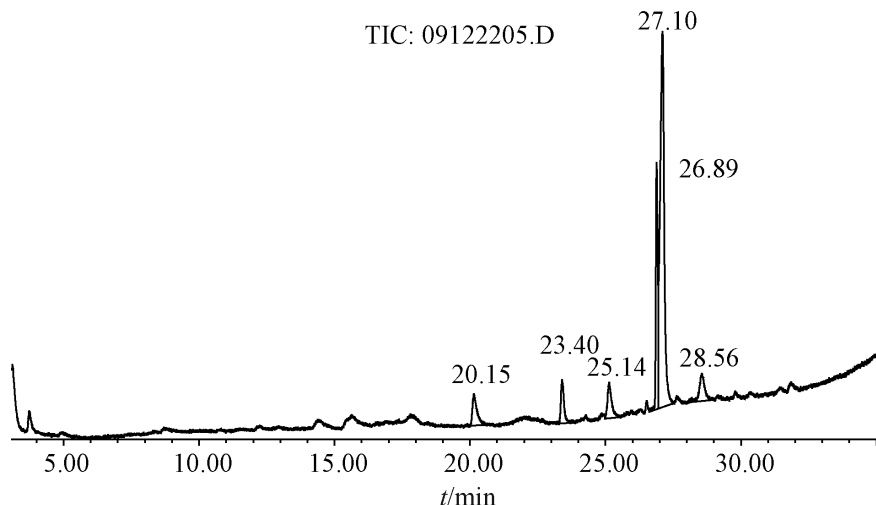


图 2 海桐花总离子流量图

表 1 海桐叶挥发油的化学成分

No.	t_R	化合物	分子式	相对分子质量	相对含量 / %
1	11.38	pentadecane 十五烷	$\text{C}_{15}\text{H}_{32}$	212.25	5.82
2	14.42	hexadecane 十六烷	$\text{C}_{16}\text{H}_{34}$	226.27	15.13
3	15.45	1h-cycloprop[e] azulene, 1a, 2, 3, 5, 6, 7, 7a, 7b-octahydro-1, 1, 4, 7-tetramethyl-, [1aR-(1a. alpha., 7. alpha., 7a. beta., 7b. alpha.)] -	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204.19	3.55
4	15.60	naphthalene, 1, 2, 3, 4, 4a, 5, 6, 8a-octahydro-4a, 8-dimethyl-2-(1-methylethenyl) -, [2R-(2. alpha., 4a. alpha., 8a. beta.)] -	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204.19	11.54
5	25.11	epiglobulol 表蓝桉醇	$\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}$	222.20	4.54
6	25.94	2-methoxy-4-vinylphenol 4-乙烯基愈创木酚	$\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_2$	150.07	1.32
7	27.05	viridiflorol 绿花白千层醇	$\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}$	222.20	40.09
8	28.52	methyl (1s*, 2s*, 5R*) -1, 5-dimethyl-2-ethenyl- cyclohexane-1-carboxylate	$\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{O}_2$	196.15	13.14
9	33.39	6-cyclohexyl-dDodecane 6-环己基-十二烷	$\text{C}_{18}\text{H}_{36}$	252.28	3.16
10	34.33	ethylmalonic acid 乙基丙二酸	$\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_4$	132.04	1.72

表 2 海桐花挥发油的化学成分

No.	t_R	化合物	分子式	相对分子质量	相对含量 / %
1	20.14	butylated hydroxytoluene 二丁基羟基甲苯	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{O}$	220.18	5.52
2	23.40	3, 7, 11-trimethyl-1, 6, 10-dodecatrien-3-ol 橙花叔醇	$\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}$	222.20	5.22
3	25.14	ledol 喇叭茶醇	$\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}$	222.20	5.69
4	26.89	4-methoxy-6-(2-propenyl) -1, 3-benzodioxole 肉豆蔻醚	$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{O}_3$	192.08	17.40
5	27.10	viridiflorol 绿花白千层醇	$\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}$	222.20	60.33
6	28.56	methyl (1s*, 2s*, 5R*) -1, 5-dimethyl-2-ethenyl-cyclohexane-1-carboxylate	$\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{O}_2$	196.15	5.85

HPLC 测定冠心丹参胶囊中人参皂苷 Rb₁、人参皂苷 Rg₁、三七皂苷 R₁

王建国, 万慧杰*, 朱贺年

(包头中药有限责任公司, 内蒙古 包头 014040)

[摘要] 目的: 建立冠心丹参胶囊中三七的含量测定方法。方法: 采用 RP-HPLC 梯度洗脱法对制剂中人参皂苷 Rg₁, Rb₁ 三七皂苷 R₁ 进行定量测定, 波长 203 nm。结果: 人参皂苷 Rg₁ 线性范围 5.359 ~37.641 μg; 平均加样回收率 99.51%; RSD 为 0.46%。人参皂苷 Rb₁ 线性范围 5.401 ~35.732 μg; 平均加样回收率 100.06%; RSD 为 0.39%。三七皂苷 R₁ 线性范围 2.867 ~16.631 μg; 平均加样回收率 99.78%; RSD 为 0.36%。结论: 所建立的方法简便、重复性好、准确度高, 可作为该产品的质量控制在方法。

[关键词] 冠心丹参胶囊; 高效液相色谱法; 人参皂苷 Rb₁; 人参皂苷 Rg₁; 三七皂苷 R₁

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2011)03-0098-03

冠心丹参胶囊由三七、丹参、降香油 3 味药组成, 具有活血化瘀、理气止痛的功效。临床用于气滞血瘀所导致的胸闷、胸痹等。其中三七为该方的君药, 具有化瘀止血、消肿定痛、补血强壮等作用。现代研究表明, 三七总皂苷是三七中有效活性部位, 具有强心、扩张冠状动脉、增加冠状血流量、抗动脉粥样硬化等药理作用^[1]。

根据国家新药的有关规定, 对冠心丹参胶囊的二次开发, 需要对其有效部位建立测定方法。为综合评价冠心丹参胶囊的质量, 本文采用高效液相色谱

法测定冠心丹参胶囊中人参皂苷 Rg₁, Rb₁; 及三七皂苷 R₁ 的含量测定方法。

1 材料

1.1 仪器 日立高效液相色谱仪(L-2200 进样器, L-2300 柱温箱, L-2400 检测器, L-2100HPLC 泵)。

1.2 试药 冠心丹参胶囊由包头中药厂提供(批号 080110, 080111, 080112)。三七皂苷 R₁ (110745-200313)、人参皂苷 Rb₁ (10703-200322) 人参皂苷 Rg₁ (110704-200318), 由包头中药厂提供。乙腈为色谱纯, 水为超纯水, 其他试剂均为分析纯。

[收稿日期] 2010-07-13

[第一作者] 王建国, 工程师, 研究方向: 中药制剂, Tel: 0475-4919311; E-mail: w_jianguo@ sina.com

[通讯作者] * 万慧杰, 工程师, 硕士, 研究方向: 缓控释制剂, Tel: 0472-4616324, E-mail: whj_wjg@ sohu.com

从海桐叶挥发油中鉴定了 10 个化合物, 已鉴定成分峰面积占色谱总馏出峰面积的 100%。主要成分为绿花白千层醇(40.09%)、十六烷(15.13%)。从海桐花挥发油中鉴定了 6 个化合物, 已鉴定成分峰面积占色谱总馏出峰面积的 100%, 主要成分为绿花白千层醇(60.33%)、肉豆蔻醚(17.40%)、喇叭茶醇(5.69%)。

广西产新鲜海桐叶、花挥发油主要成分为绿花白千层醇, 广西产新鲜海桐花挥发油含量及成分与河南产的差异很大。广西产新鲜海桐花挥发油含量较高, 得油率为 5.10%, 主要成分为绿花白千层醇(60.33%)、肉豆蔻醚(17.40%)、喇叭茶醇

(5.69%); 而河南产的新鲜海桐花挥发油含量较低, 得油率为 0.18%, 主要成分为 1R-蒎烯(22.16%)、壬烷(12.55%)、十一烷(8.25%)^[2]。这是由于挥发油成分与产地有关, 应加强对药物资源的研究, 建立统一质量控制标准。

[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[M]. 北京: 科学出版社, 1997, 35(2): 6.
- [2] 李彩芳, 李昌勤, 袁王俊, 等. 海桐花蕾挥发油的 GC-MS 分析[J]. 河南大学学报: 医学版, 2006, 25(3): 13.

[责任编辑 顾雪竹]