

气质联用法分析独角莲叶中脂肪酸

白求恩医科大学(长春 130021) 孙启良* 卫永第 杨雨东**

摘 要 采用毛细管气质联用法对独角莲叶脂肪酸化学成分进行了研究,分析鉴定了 10 个成分,其中亚油酸的相对百分含量为 34.79,亚麻酸的相对百分含量为 15.48,为独角莲叶具有降血压等作用的药理研究提供了依据。

关键词 独角莲叶 脂肪酸 气质联用

独角莲 *Typhonoum giganteum* Engl. 为天南星科梨头尖属植物,产于我国东北、河南等地,其块茎为常用中药白附子的一种,称为禹白附,用于治疗毒蛇咬伤、瘰疬、跌打损伤。药理实验证明其抗结核和抗炎作用非常显著^[1,2],近年,有人用于治疗各种恶性肿瘤^[3],有关独角莲叶的化学成分,国内外尚未见报道。我们对其块茎和叶的氨基酸、无机元素和挥发油等组分进行系统分析^[4,6],本文仅为其综合分析的一部分,采用毛细管气质联用法分离鉴定脂肪酸类的化学结构和含量,为其药用研究提供依据。

1 独角莲叶油的提取

独角莲干叶(采自吉林省抚松县)粉碎后,按常法用石油醚(30~60℃)提取 3 次,活性碳脱色,回收溶剂得黄色油状物,收率

1.89%。

2 独角莲叶油总脂肪酸的制备

将适量独角莲叶油,氢氧化钾,95%乙醇(W:W:V=5:3:9)混合,于沸水浴上回流皂化 2h 至完全。以 18%盐酸酸化,水洗至中性,干燥得总脂肪酸。

3 独角莲叶油总脂肪酸甲酯的制备

将总脂肪酸,甲醇,浓硫酸(W:V:V=30:20:0.7)混合,于水浴上回流 3h,水洗至中性,干燥得总脂肪酸甲酯。

4 气相色谱-质谱联用分析条件和结果

4.1 色谱条件:VG-7070 型气相色谱-质谱-计算机联用仪,HT-8 石英毛细管色谱柱 25m×Ø0.25mm,柱温从 50℃(保持 2min)程序升温至 220℃,10℃/min;汽化室温度 280℃;载气为高纯氮;接口温度是 250℃。

表 独角莲叶油脂肪酸甲酯气质联用分析结果

峰号	脂肪酸甲酯	MS 离子峰	GC(%)
2	豆蔻酸甲酯	242(M ⁺),199,185,143,129,87,74,43	0.99
3	十五烷酸甲酯	256(M ⁺),225,213,143,87,74,43	0.56
5	棕榈酸甲酯	270(M ⁺),227,143,87,74,41	24.13
7	十七烷酸甲酯	284(M ⁺),241,143,87,74,43	1.89
9	亚油酸甲酯	294(M ⁺),263,220,169,95,67,55,41	34.79
10	顺-13-十八碳单烯酸甲酯	296(M ⁺),264,222,180,98,84,74	1.99
11	亚麻酸甲酯	292(M ⁺),261,236,108,95,79,55,41	15.48
12	硬脂酸甲酯	298(M ⁺),255,199,143,87,74,43	2.64
13	花生酸甲酯	326(M ⁺),283,143,87,74,43	1.12
14	13-苯基-十三烷酸甲酯	304(M ⁺),272,131,105,91,74,55,31	1.62

4.2 质谱条件:电离方式 EI,离子源温度 15~500amu。

200℃,电子能量 70eV;扫描质量范围(m/z)

(下转第 346 页)

* Address: Sun Qiliang, Bethune Medical University, Changchun

** 吉林农业大学有机化学教研室

表 1 不同温度和时间测得数据(n=3)							
时间(h)		0	48	72	96	144	192
65℃	A	0.410	0.403	0.398	0.395	0.390	0.384
	Cmg/ml	0.839	0.824	0.814	0.807	0.797	0.784
	C%	100	98.21	97.02	96.19	94.99	93.48
	logC	2	1.992	1.987	1.983	1.978	1.971
时间(h)		0	36	60	62	120	168
75℃	A	0.410	0.394	0.386	0.382	0.367	0.353
	Cmg/ml	0.839	0.805	0.788	0.781	0.749	0.720
	C%	100	95.95	93.92	93.09	89.27	85.82
	logC	2	1.982	1.973	1.969	1.951	1.934
时间(h)		0	24	36	48	72	96
85℃	A	0.410	0.387	0.376	0.362	0.346	0.332
	Cmg/ml	0.839	0.790	0.768	0.738	0.704	0.676
	C%	100	94.16	91.54	87.96	84.03	80.57
	logC	2	1.974	1.962	1.944	1.924	1.906
时间(h)		0	12	24	36	48	64
95℃	A	0.410	0.390	0.368	0.347	0.327	0.302
	Cmg/ml	0.839	0.797	0.751	0.707	0.665	0.613
	C%	100	94.99	89.51	84.27	79.26	73.06
	logC	2	1.978	1.952	1.926	1.899	1.864

表 2 不同恒温条件下测得黄酮含量 对数与时间的关系式及 K 值			
温度(℃)	logC	r	K(h ⁻¹)
65	1.9976-1.3937×10 ⁻⁴ t	0.9938	3.2097×10 ⁻⁴
75	1.9950-3.6421×10 ⁻⁴ t	0.9998	8.3878×10 ⁻⁴
85	1.9943-9.4828×10 ⁻⁴ t	0.9928	2.1839×10 ⁻³
95	2.0046-2.1955×10 ⁻³ t	0.9998	5.0562×10 ⁻³

求室温(25℃)时 K 值和有效期推算:将

(上接第 333 页)

上述条件:将总脂肪酸甲酯进行 GC-MS-计算机联用分析,测得质谱与标准图谱对照,鉴定出 10 种脂肪酸组分,气相色谱分析各组分的百分含量,结果见表。

5 讨论

本文阐明独角莲叶中不饱和脂肪酸含量占脂肪酸含量的 61.33%,多烯不饱和脂肪酸与饱和脂肪酸的含量比值,即 P/S 比值为 1.61,亚油酸的相对百分含量为 34.79%,亚麻酸的相对百分含量为 15.48%,因此,本文为独角莲叶进行抗心血管疾病的药理研究和

表 2 中数据进行处理,结果见表 3,并将 logK 对 $\frac{1}{T}$ 作图为一直线,回归得线性方程 $\log K = 11.2559 - 4.9856 \times 10^3 \frac{1}{T}$, $r = 0.9998$ 。根据方程计算室温下(25℃)反温速度常数 $K = 3.356 \times 10^6$,计算 $t_{0.9} = 3.57$ 年。

表 3 绝对温度 T 与 logK 之间的关系			
温度℃	T	$\frac{1}{T} \times 10^{-3}$	logK
65	338	2.9586	-3.4935
75	348	2.8736	-3.0764
85	358	2.7933	-2.6608
95	368	2.7174	-2.2962

3 讨论

根据处方组成,其中香青兰、牛舌草、丁香、甘松等维吾尔药中含较大量的黄酮类化合物^[3],因此以黄酮含量变化作稳定性考察指标是可行的。

本实验结果表明,爱维心口服液的有效期为 3.57 年,与在 37℃时恒温放置 3 月、6 月考察结果一致(另文报道)。

参 考 文 献

- 1 庞貽慧,等.药物稳定性预测方法.北京:人民卫生出版社,1984.35
- 2 中华人民共和国药典.一部.1990.315
- 3 刘勇民,等.维吾尔药志.上册.乌鲁木齐:新疆人民出版社,1985.5,86,329,417

(1995-10-05 收稿)

充分利用独角莲资源提供了依据。

致谢:中国科学院长春应用化学研究所测定气质联用。

参 考 文 献

- 1 江苏新医学院.中药大辞典.上海:上海科技出版社,1977.3514
- 2 吴连英,等.中国中药杂志,1991,16(10):595
- 3 刘珂,等.中草药,1985,16(3):42
- 4 孙启良,等.白求恩医学报,1995,21(4):364
- 5 孙启良,等.吉林中医药,1995,(4):40
- 6 孙启良,等.中国药学杂志,1995,30(9):572

(1995-06-09 收稿)