4 微量元素分析

4.1 样品制备:取羊蹄与土大黄饮片各 5g, 在蒸馏水中洗净泥土,于 95℃烘干至恒重, 送检。 4.2 方法及结果:以真空电感耦合等离子发射光谱法检测,仪器为美国 Therma Jarrell Aah Comperation 制造的简瑞尔——阿许1100 型发射光谱仪。结果见表。

表 微量元素分析结果(W(B)/10-6)

元素	Ba	Be	Bi	Cd	Co	Cr	Cu	Ge	Li	Mn	Мо	Ni	P	Pb	Sb	Sn
羊蹄	37. 20	0.051	<0.75	<0.075	0.90	3.0	7.6	4. 4	0. 77	35.8	<0. 2 5	3. 6	1898	2.3	<0.75	<1.2
土大黄	56-3	0.077	<0.41	<0.75	0.55	1.9	10.6	9. 2	1.5	52. 7	<0.25	4.0	1617	6. 3	1.1	<1.2
元素	Sr	Ti	Zn	Zr	Ce	Ga	La	Nb	Sc	Th	К*	Na *	Al*	Fe *	Mg *	Ca *
羊蹄	67.5	129	18. 2	2. 4	3. 0	24	1.0	<0.15	0. 26	0. 90	0.70	0.10	0.16	0.11	0. 26	0.58
土大黄	52.7	43.6	35.0	1.8	3. 7	33	2.1	<0.15	0. 20	1.2	1.49	0.13	0.16	0.095	0. 21	0.46

[·]为(W(B)/%)

5 讨论

5.1 薄层层析和化学成分预试结果表明,羊蹄和土大黄的主要成分基本一致。由层析斑点的深浅及化学成分预试阳性反应程度判断两者主要成分的含量有少许差异。据此,我们认为羊蹄和土大黄作为一般中药材使用可以相互替代。

5.2 对羊蹄和土大黄进行光谱分析、作元素测定。我们发现有的元素含量相等或接近,有的则相差较大,甚至达到一倍以上。因此有必要对羊蹄和土大黄在微量元素及其药物作用等方面做进一步的研究。

(1995-10-16 收稿)

Comparison in Chemical Composition between Japanese Dock (Rumex japonicus) and Tudahuan (R. crispus)

Wei Baigi and Sun Xiaoru

Differences in their morphology, TLC features and trace element contents of Runex japonicus Hott and R. crispus L. were compared to provide a scientific basis for the differentiation of the two herbs during practical use.

肾茶水溶性成分的研究

摘 要 从肾茶 Clerokendranthus spicatus 水提物中分得 5 个化合物,经光谱分析和标准品对照分别鉴定为迷迭香酸(rosmarinic acid, □),泽兰黄素(eupatrin, □),琥珀酸(succinic acid, □),苯甲酸(benzoic acid, □)和乳酸(lactic acid, □)。

关键词 肾茶 水溶性成分

Address: Si Jianyong Institute of Medicinal Plant Development, Chinese Academy of Medical Sciences, Chinese Xiehe Medical University, Beijing

肾茶为唇形科植物 Clerodendranthus spictus (Thunb.) C. Y. Wu. 的地上部分,具有抗菌、消炎、利尿等作用 $^{(1,2)}$ 。在临床上主要用于治疗急慢性肾炎、膀胱炎、尿路结石、咽炎及风湿性关节炎 $^{(3)}$ 。 曾报道从肾茶脂溶性部分分出黄酮类成分 $^{(4)}$,本文报道从其水提物中分离得到 5 个化合物,经光谱分析,结合其它理化数据和文献对照等方法,鉴定它们为迷迭香酸(rosmarinic acid, 1),泽兰黄素(eupatrin, 1),琥珀酸(succinic acid, 1),苯甲酸(benzoic acid, 1),乳酸(lactic acid, 1)。

1 仪器和试剂

熔点用 Fisher-Johns 熔点测定仪测定 (未校正)。红外光谱用 Perkin-elmer 983 型 红外光谱仪测定(KBr 压片)。核磁共振谱用 Bruker 500 型核磁共振仪、质谱用 MAT711 型质谱仪测定。硅胶用青岛海洋化工厂硅胶 G、GF₂₅₄、柱层硅胶(100~200 目)。

2 提取和分离

从云南景洪采得肾茶,粉碎后以水提取,得棕色浸膏 500g,取水浸膏 400g,加热水1000ml 使溶解,以乙酸乙酯萃取得乙酸乙酯部分 15g,乙酸乙酯部分用硅胶柱层析,以氯仿-甲醇梯度洗脱,第7份得到一白色针晶 №40mg。第20份有一黄色针晶析出过滤得 I25mg。第27~29份得一无色的结晶 I35mg。第30~35份再经制备薄层分得 I80mg。第33份得一白色针晶 V400mg。

3 鉴定

I:淡黄色无定形粉末,三氯化铁-铁氰化钾显蓝色。 $IRv_{max}^{KBr}cm^{-1}:3500\sim3100(OH)$, 1720(C=O), 1630, 1615。 $^{1}HNMR(500Hz$, $Me_{2}CO-d_{6})\delta:3.04(2H,m,Ar-H)$, $5.50(1H,dd,J_{1}=5.4,J_{2}=7.9Hz$, -CHCOOH), 6.22(1H,d,J=16Hz, -C-CH), 7.15(1H,d,J=16Hz, -C-CH), $6.64\sim7$. 16(6H,m,Ar-H)。与文献报道的迷迭香酸的数据相符^[6]。

I:黄色针晶,mp197~198℃,HCl-Zn 反应呈红色。 $IRv_{max}^{KBr}cm^{-1}$:3400,3100(OH),1660(C=O),1600,1500,1200。EI-MS m/z:344(M+,100),329(65),301(30),298(30),196(5)。 ¹HNMR(500Mz,CDCl₃)δ:3.72(3H,s,OCH),3.90(3H,s,OCH₃),3.92(3H,s,OCH₃)),6.80(1H,s,C₃-H),6.91(1H,s,C₈-H),7.08(1H,d,J=8.8Hz,C₅-H),7.47(1H,d,J=2.5Hz,C₂-H),7.57(1H,dd,J₁=8.8,J₂=2.5Hz,C₆-H),9.41(1H,s,C₃-OH),12.90(1H,s,C₅-OH)。以上数据与文献报道的泽兰黄素相符⁽⁴⁾。

■: 无色方晶, mp188~190℃, IRν^{KB}_{max} cm⁻¹: 3200~2500(OH), 2910,1680(C=O), 1415,1310。¹HNMR(500Mz, CD₃OD)δ; 2.77 (4H, s, 2×-CH₂-)。¹³CNMRδ: 29.9(2×-CH₂-),176.0(2×-COOH)。以上数据与文献报道的琥珀酸相符^[6]。

N:白色针晶, mp122℃, IRv_{max}^{KBr} cm⁻¹: 3200~2500(OH),1680(C=O),1600,1500。 ¹HNMR(500Mz,CDCl₃)δ:7.3~8.2(5H,m,Ar-H)。 ¹³C-NMRδ:171.3(C=O),128.4(C_{3.5}),129.4(C_{2.6}),133.7(C₄)。TLC 与标准品 $R_{\rm f}$ 一致。

V:白色针晶,IRν^{KBt}cm⁻¹:3500~2500 (OH), 1680 (C = O), 1380, 1450, 1100。¹HNMR(500Mz,D₂O)δ;1.12(3H,d,J = 6.5Hz,CH₃),3.92(1H,t,-HOOC-CH-OH)。¹³CNMRδ:184.59(C=O),70.87(δ-HOOC-CH-OH),22.40(-CH₃)。TLC 示晶 V与标准品的 R_f 值一致。

参考文献

- 1 Toshio S.et al. JPN Kokai, 1991, 9107234
- 2 Van D W et al. Pharm Weekbl, 1979, 114(35); 965
- 3 黄国经.植物杂志,1989,1:22
- 4 钟纪育,等. 云南植物研究,1984,6(3):344
- 5 李 静,等. 中草药,1994,25(7):347
- 6 曹正中,等.中草药,1993,24(5):234

(1996-03-28 收稿)