

~40℃;萃取时间可以控制在1 h 以内。

3.2 适宜超临界萃取的物料粒度为1 mm 以下。

3.3 超临界CO₂ 萃取珊瑚姜除获得挥发油外,还得到中性油树脂,经专家咨询和抑菌实验,油树脂仍具有一定抗真菌和细菌作用。

3.4 超临界CO₂ 萃取珊瑚姜挥发成分具有萃取时间短,抽提完全,获得率高等特点,更好地保存了珊瑚姜的纯天然香味,产物的品质和萃取效率明显优于水蒸汽蒸馏法。

参 考 文 献

1 Mchugh M A, et al. Supercritical Fluid Extraction.

Principles and Praotice (2nd Edition), Butternorth-Heinemann,1993

2 Stahl E et al. Perfumer & flavorist,1985,10:29

3 Gopalakrishnan N. Flavour and Frangrance J,1991,6:135

4 范培军,等. 广州化学,1994,2:47

5 郭振德,等. 色谱,1995,13(3):156

6 周瑞美,等. 福州大学学报. 自然科学版,1994,22(3):100

7 董熙昌,等. 贵阳医学院学报,1986,11(1):211

8 曹 熠,等. 贵阳医学院学报,1988,13(3):336

9 武练增,等. 山西食品发酵,1993,5:98

10 刘锦耀,等. 色谱,1995,13(5):342

(1996-06-04 收稿)

Extraction of Volatile Components from Coral Ginger
(*Zingiber corallnium*)by Supercritical CO₂

Li Jinhua,Wan Gucun,Liu Yi,et al

Experimental results on extraction of essential oil and oleoresin from Guizhou's *Zingiber corallnium* Hance by means of supercritical CO₂ were presented. Effects of pressure,temperature,CO₂ flux,extraction time,and particle size on yield were discussed,and differences between supercritical CO₂ extraction and steam distillation methods were compared in detail.

气质联用研究厚朴及其炮制品中挥发油

中国药科大学(南京 210009) 曾 诤* 周千南 屠万蓓** 张 琳
江苏省理化测试中心 鲜启鸣

摘 要 研究厚朴炮制前后挥发油的变化。结果表明:总含量降低,炒黄与姜炙厚朴相似,降低26%,炒焦降低42%;而其化学成分未发生明显变化,气相色谱图基本一致。实验发现挥发油中含有发汗、祛痰、平喘的成分。

关键词 气质联用 厚朴 挥发油 炮制

厚朴为木兰科植物厚朴 *Magnolia officinalis* Rehd. et Wils. 或凹叶厚朴 *M. officinalis* Rehd. et Wils. var. *biloba* Rehd. et Wils. 的干燥干皮、根皮和枝皮。厚朴是常用中药,具有行气燥湿,降逆平喘功效。用于脘

腹胀痛、宿食不消、呕吐、泻痢、气逆喘咳等。前文报道了厚朴及其炮制品中厚朴酚与厚朴酚含量测定^[1],有关厚朴挥发油的化学成分研究已有报道^[2,3]。本文旨在用薄层层析法、气质联用法研究生品厚朴及炒黄、炒焦、

* Address: Zeng Quan,China Pharmaceutical University,Nanjin
** 本校 92 届毕业生

姜炙厚朴中挥发油的化学成分变化。根据质谱图,参照有关标准图谱、文献^[2~6],进行解析鉴定而确定化合物。

1 实验部分

1.1 药材:厚朴 1992-03 购于南京市药材公司,经鉴定为厚朴 *M. officinalis* Rehd. et Wils.,炒黄、炒焦、姜炙厚朴均按传统炮制方法自制^[7]。

1.2 仪器:JEOL-D300 气相色谱-质谱联用仪(日本电子公司)。

1.3 色谱条件:色谱柱:SE-30 50 m×0.25 mm,柱前压 186 kPa,进样量 0.3~0.4 μL,分流比 10:1,进样口温度 265℃,柱温 90℃~250℃,升温速度 3.0℃/min,接口温度 260℃。质谱条件:电子轰击源 EI,分辨率 1000,电子能量 70 eV,离子源温度 200℃,扫描范围 30~350 m/z。

2 方法

2.1 挥发油含量测定及薄层定性分析

2.1.1 挥发油含量测定:精确称取生品厚朴及炒黄、炒焦、姜炙厚朴粗粉适量,加蒸馏水浸泡过夜,按药典法^[7]提取至挥发油不再增加,停止加热,1 h 后读数,测定结果见表 1。

表 1 厚朴及其 3 种炮制品中挥发油的含量(n=5)

样品名称	含量(mL·/100g·*)	Sx	RSD(%)
厚朴	0.4157	0.02372	5.7
炒黄厚朴	0.3059	0.01012	3.3
炒焦厚朴	0.2447	0.00396	1.6
姜炙厚朴	0.3038	0.0072	2.4

*在用挥发油提取器法提取时,冷凝器内壁上附有较多长针晶,该晶体未加入测定的体积中。 **以炮制品重量计

2.1.2 挥发油的薄层层析:分别吸取经干燥的厚朴及其炮制品挥发油适量,点于硅胶薄层板上,采用单项展开法,以展开剂石油醚-乙酸乙酯(8.5:1.5)展至前沿及单项二次展开法即以展开剂石油醚-乙酸乙酯(8.5:1.5)展至层析板的中线,取出挥干溶剂,再用石油醚展开至前沿,分别各以 5%香草醛浓硫酸、15%磷钼酸为显色剂。结果前者见图 1 中 A、B;后者见图 1 中 C、D。

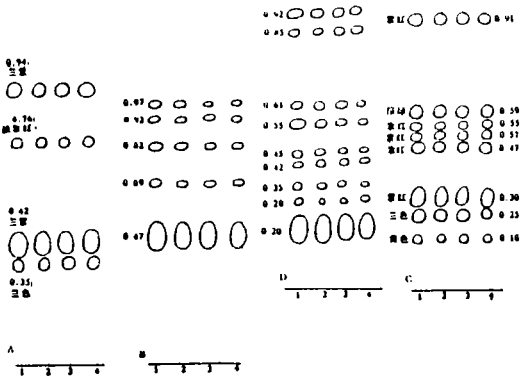


图 1 厚朴及其炮制品挥发油薄层图

1-厚朴 2-炒黄厚朴 3-炒焦厚朴 4-姜炙厚朴

2.2 厚朴及其炮制品中挥发油气质联用分析:分别吸取经干燥的厚朴及其炮制品挥发油 0.4 μL,按上述色谱条件进行 GC-MS 测定,其化学成分为峰 1:3,7-二甲基,1,3,6-辛三醇^[4];峰 2:樟烯、蒎烯^[5];峰 3:间-聚伞花素^[4];峰 4:混合物;峰 5:樟醇、冰片、龙脑^[4];峰 6:α-萜品醇^[6];峰 7:对苯二甲醛^[5];峰 8:醋酸龙脑酯^[4];峰 9:α-蛇床烯^[6];峰 10:β-丁香烯,β-石竹烯;峰 11:β-蛇床烯^[6];峰 12:γ-杜松烯^[5];峰 13:α-蛇床烯^[6];峰 14:混合物;峰 15:α-氧化缬草烷(未确定)^[6];峰 16:丁香烯环氧化物^[6];峰 17 未检;峰 18:γ-桉油醇与 α-桉油醇混合物^[6];峰 19:β-桉油醇^[6];峰 20 未检。

3 讨论

3.1 厚朴经炮制后挥发油含量明显降低,而且随着炒的程度而变化,其中炒黄与姜炙厚朴相似,降低 26%,而炒焦降低 42%;挥发油的化学成分,未发生明显的变化,炮制前后气相色谱图基本一致,未出现新的色谱峰。

3.2 厚朴及其 3 种炮制品中检出了 β-桉叶醇等 17 个成分,3,7-二甲基,1,3,6-辛三醇、间-聚伞花素、龙脑、对苯二甲醛、β-蛇床烯、γ-杜松烯、α-蛇床烯 7 个化合物,尚属厚朴挥发油中首次报道。

3.3 厚朴具有行气燥湿、降逆平喘功效。实验中发现厚朴及其炮制品挥发油中含有发汗、祛痰、平喘作用的成分如龙脑具有发汗、镇痉作用;乙酸龙脑酯具有祛痰作用;石竹烯具有平喘作用; β -桉油醇具有镇静作用^[8]。从而可以推断厚朴中挥发油是平喘作用的有效部位。该实验也进一步证实传统中医用药的科学性。

3.4 本实验所用的挥发油,未包括在冷凝器内壁上析出的针晶状挥发油,该部分将另作报道。厚朴及其炮制品中挥发油的成分,仅根据质谱裂解与查阅文献来确定,仍需今后进一步研究加以确证。

致谢:厚朴品种由宋学华老师鉴定

参 考 文 献

- 1 曾 诤,等. 中草药,1996,27(1):11
- 2 藤田路一,他. 药学杂志,1973,93:415
- 3 Pu Q L, et al. Planta Medica, 1990, 56(1):129
- 4 Heller S R, et al. EPA/NIH Mass Spectral Data Base. Washington 1978
- 5 Eight Peak index of Mass Spectral. 1983
- 6 McLafferty F W, et al. The Wiley/NBS Registry of Mass Spectral Data U. S. A, 1989
- 7 中国药典. 一部. 1995. 附录 6, 48
- 8 国家医药管理局中草药情报中心站编. 植物药有效成分手册. 北京:人民卫生出版社出版, 1986. 135, 136, 183, 429

(1996-05-06 收稿)

Studies on Volatile Oil in Officinal Magnolia (*Magnolia officinalis*) and Its Processed Products by GCMS

Zeng Quan, Xian Qiming, et al

Changes in the contents and chemical composition of volatile oil in *Magnolia officinalis* Rehd. et Wils. before and after processing were studied. Results showed that the volatile oil content was reduced by 26% by parching or frying with ginger, and reduced by 42% by charring, while the chemical composition remained unchanged and the gas chromatogram showed almost no difference. In the experiment the volatile oil was found to contain some composition which could cause diaphoresis, resolve phlegm and allay asthma.

五种小檗不同部位小檗碱的含量测定

兰州医学院附属一院康复科(730000)

高丽英*

兰州医学院

马志刚 龚经纬

摘 要 用高效液相色谱法测定了5种小檗的根皮、根木、茎皮、茎木及叶中小檗碱的含量,分布状态以根皮、茎皮较高,木部较低,叶中微量。

关键词 小檗 小檗碱 含量测定

小檗属 *Berberis* L. 植物俗称为小檗或三颗针,全国约产200种,主要分布于西北,西南等地区。本属植物的化学特征是均含有小檗碱(berberine)即俗称为黄连素,具有抗

菌消炎、利胆、降压、抗矽肺、抗肿瘤等活性,其制剂已广泛用于临床。该属植物分布广泛,贮量丰富,为优良的黄连素资源植物。以往因地上部分黄连素含量较低而弃之不用,种类

* Address: Gao Liying, The First Attached Hospital, Lanzhou Medical College, Lanzhou