

s, C₁₆-CH₃), 4. 48(1 H, br. s, C_{17'}-H), 4. 86(1 H, br. s, C₁₇-H), 4. 89(1 H, br. d, J=10. 2 Hz, C₁₅-Hc), 5. 04(1 H, br. d, J=17. 1 Hz, C₁₅-Hz), 5. 41(1 H, br. t, J=6. 3 Hz, C₁₂-H), 6. 33(1 H, dd, J=17. 1, 10. 2 Hz, C₁₄-H)。

¹³CNMR (75MHz, CDCl₃) δppm: 11. 9(C₂₀), 14. 7(C₁₆), 16. 3(C₁₈), 18. 4(C₂), 23. 0(C₁₁), 26. 6(C₆), 37. 1(C₇), 37. 6(C₃), 38. 1(C₁), 38. 8(C₁₀), 47. 5(C₄), 49. 4(C₉), 57. 1(C₅), 108. 2(C₁₅), 109. 9(C₁₇), 133. 5(C₁₃), 133. 6(C₁₂), 141. 6(C₁₄), 147. 8(C₈), 185. 5(C₁₉)。

Ⅱ与文献^[4]报道的 12, 13E-ozic acid 相一致。

化合物 Ⅲ: 油状物, [α]_D³⁰+31°(c, 0. 3, CHCl₃)。IR_{ν_{max}} cm⁻¹: 1 720, 1 640, 1 240, 890。EIMS m/z (%): 316 (M⁺, 50), 301 (20), 257(30), 256(35), 175(80), 121(100)。

¹HNMR (300MHz, CDCl₃) δppm: 0. 76(3 H,

s, C₂₀-CH₃), 1. 17(3 H, s, C₁₈-CH₃), 1. 76(3 H, br. s, C₁₆-CH₃), 3. 65(3 H, s, CH₃O), 4. 48(1 H, br. s, C_{17'}-H), 4. 84(1 H, br. s, C₁₇-H), 4. 88(1 H, br. d, J=10. 2 Hz, C₁₅-Hc), 5. 04(1 H, br. d, J=17. 2 Hz, C₁₅-Ht), 5. 42(1 H, br. t, J=6. 3 Hz, C₁₂-H), 6. 33(1 H, dd, J=17. 2, 10. 2 Hz, C₁₄-H)。Ⅲ的理化波谱数据与所报道的 12, 13E-methylozate^[4]一致。

致谢: 中国药科大学学生药研究室董辉博士鉴定原药材。

参 考 文 献

- 1 江苏省植物研究所, 等.《新华本草纲要》(第一册), 上海. 上海科学技术出版社, 1988. 13
- 2 Hiroshi I, et al. Tetrahedron Lett, 1992, 33(39): 5761
- 3 Bohlman F, et al. Phytochemistry, 1979, 18: 115
- 4 Bohlman F, et al. Phytochemistry, 1980, 19: 863

(1995-12-08 收稿)

不同采收部位南玉桂中挥发油的研究[△]

广东省药品检验所(广州 510180)

阮桂平*

广州中医药大学

刘心纯 徐鸿华 林 励

摘 要 测定了不同采收部位南玉桂挥发油的含量, 并用 GC-MS 法鉴定了其中的化学成分, 分析结果初步认为上皮质量优于下皮。

关键词 南玉桂 挥发油 桂皮醛 气质联用

南玉桂为引种大叶清化桂 *Cinnamomum cassia* var. *macrophyllum* Chu, var. nov 的树皮, 是我国六、七十年代从越南引种的著名南药。作者到主要引种产地之一的广东省信宜县采集了不同部位的南玉桂样品, 测定了挥发油的含量, 并用 GC-MS 法鉴定了油中的化学成分。

1 实验材料和仪器

样品 1: 为距地 0. 1 m~1. 3 m 段的树皮。

样品 2: 为距地 1. 3 m~2. 6 m 段的树皮。

样品 3: 为距地 2. 6 m~3. 9 m 段的树皮。

样品 4: 为距地 3. 9 m~一级分枝处的树皮。

以上样品均为同株的第二代大叶清化桂的树皮, 原植物经作者鉴定。采集时间为 1992-02, 地点为广东省信宜县洪冠镇肉桂场。

* Address: Ruan Guiping, Guangdong Provincial Institute for Drug Control, Guangzhou

[△] 国家自然科学基金资助项目 39170914

仪器:磨口挥发油测定器;Incoe50 气质联用仪(美国 Finigan)。

2 方法和结果

2.1 挥发油的含量测定:将 4 种样品分别粉碎成粗粉,取适量按药典附录挥发油测定法甲法^[1]进行测定,挥发油含量(%)如下:样品 1 0.804%;样品 2 1.38%;样品 3 0.863%;样品 4 0.692%。挥发油用无水 Na₂SO₄ 脱水后,供分析用。

2.2 挥发油化学成分的 GC-MS 分析:色谱条件:DB-5 石英毛细管柱,柱长 30 m,内径 0.25 mm,柱温 50℃恒温 2 min 后,以 5℃/min 速率程序升温至 200℃,再恒温 20 min,载气为氦气,柱前压 98 kPa,分流比为 40:1,线速度 30 cm/min。质谱条件:电离方式 EI,电子能量 70 eV,离子源温度 170℃,加速电压 4 kV,扫描速度 1.5 s/dec,扫描范围 30~450 质量单位。

分析结果通过计算机进行检索,并与质谱标准图谱^[2,3]对照,以归一化法计算出有关组分的百分含量,初步鉴定结果如下:样品 1 有 17 种成分;样品 2 有 29 种成分;样品 3 有 29 种成分;样品 4 有 34 种成分,详细结果见表 1。

3 小结

3.1 不同采收部位南玉桂中挥发油含量高低依次为样品 2、样品 3、样品 1、样品 4。挥发油的 GC-MS 法鉴定结果表明 4 种样品挥发油均检测出反式-桂醛、 α -杜松烯、 β -杜松烯、 α -杜松醇、 β -榄香烯等 13 种成分,其中桂醛含量高低依次为样品 4、样品 3、样品 2、样品 1,自下而上有增高的趋势。4 种样品中挥发油及油中桂皮醛的含量均偏低,可能与其采自第二代大叶清化桂的树皮有关。另据文献^[4]报道,肉桂挥发油中主要成分为桂醛,其余尚有 α -水芹烯,1,8-桉叶油素等成分,与南玉桂有一定的差别。

3.2 现代药理实验证明桂醛对中枢神经系

表 1 不同采收部位南玉桂中挥发油 GC-MS 分析结果(%)

峰号	化合物名称	含 量			
		样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
1	苯甲醛	0.28	0.07	0.14	0.28
2	苯丙醛	—	0.07	0.08	0.30
3	顺式-桂醛	—	0.09	0.19	0.34
4	皮式-桂醛	8.01	8.20	12.93	23.38
5	δ -榄香烯	—	0.34	0.22	0.15
6	丁子香烯	—	0.08	—	0.06
7	γ -杜松烯	1.63	—	1.05	0.72
8	α -依兰烯	—	0.15	0.25	0.11
9	玷玳烯	11.68	7.77	8.98	3.40
10	β -榄香烯	1.92	1.76	1.06	0.62
11	β -檀香烯异构	0.86	0.82	0.48	0.43
12	β -檀香烯(E)	0.77	0.77	0.53	0.33
13	β -石竹烯	—	1.01	0.92	0.69
14	α -蛇麻烯	—	0.56	0.46	0.34
15	β -檀香烯(I)	—	—	—	0.20
16	顺- γ -杜松烯	6.25	0.23	6.29	3.28
17	α -依兰油烯	1.54	1.18	—	1.21
18	β -马榄烯	—	0.10	0.33	0.28
19	β -芹子烯	—	0.42	0.55	0.40
20	α -杜松烯	11.33	15.39	9.37	8.49
21	β -甜没药烯	—	—	1.59	1.43
22	γ -依兰油烯	2.45	1.75	2.05	1.69
23	去氢白菖烯	18.63	—	—	—
24	β -杜松烯	—	22.06	22.18	17.61
25	杜松烯	—	3.72	1.56	2.09
26	α -卡拉烯	—	2.16	1.73	2.19
27	β -卡拉烯	—	—	—	0.20
28	卡拉烯异构体	—	0.19	—	—
29	石竹烯醇	—	1.06	1.04	1.10
30	萆澄茄醇	2.58	2.40	2.30	2.31
31	α -杜松醇	4.29	4.72	3.73	4.11
32	α -杜松醇异构体	2.04	—	2.38	2.61
33	δ -杜松醇	2.00	2.06	1.63	1.58
34	愈创木奥	0.97	0.47	0.74	0.87
35	十六碳醛	—	—	—	0.63
36	十六酸	—	0.41	0.59	0.93

统有镇静、镇痛及解热的作用,为肉桂的主要有效成分^[5]。综合分析 4 种样品中挥发油的含量及油中桂醛的含量,可初步认为上皮(距地 1.3 m~一级分枝处的树皮)质量优于下皮(距地 0.1~1.3 m 段的树皮),这是否验证了传统加工经验认为企边桂质量优于板桂的科学性,有待进一步研究。

(下转第 276 页)

酚沉淀,用 200 mL 左右氯仿溶解,用 0.5% 氢氧化钠液洗 3 次(100 mL×3),再用 1% 氢氧化钠液洗 1 次(150 mL),合并碱液(含三酚等)。将氯仿液(含双酚)用 1% 盐酸萃取 3 次(150 mL×3),合并酸水液,活性炭脱色,浓氨水碱化至 pH 8 左右,析出乳白色沉淀,抽滤,水洗至中性,真空干燥,得浅灰黄色粉末状蝙蝠葛苏林碱,为酚性总碱的 11.5%。

3 鉴定

3.1 蝙蝠葛碱:为乳白色粉末,长期光照,颜色渐深,mp98℃~100℃;氯仿重结晶得白色砂晶状氯仿加成物,mp102℃~104℃;采用乙醚重结晶得白色棱柱状晶体,mp85℃~87℃。高效液相色谱显示含量在 98%以上(固定相 μ BONDAPAK C₁₈,流动相:45% CH₃OH,0.1mol/L KH₂PO₄,pH=4.5,检测 UV284 nm),硅胶 G 薄层,展开剂:甲醇-氯仿(1:5),改良碘化铋钾显色,Rf=0.45,与标准品对照一致;IR、核磁共振谱(CDCl₃ 90 兆周,TMS)与文献报道一致^[13]。

3.2 蝙蝠葛苏林碱为灰黄色粉末,mp95℃~97℃,可采用乙醚-石油醚重结晶。高效液

相色谱显示含量在 97%以上(固定相 μ BONDAPAK C₁₈,流动相:45%CH₃OH,0.1 mol/L KH₂PO₄,pH=4.5,检测 UV284 nm),硅胶 G 薄层,展开剂:甲醇-氯仿 1:5,改良碘化铋钾显色,Rf=0.13,与标准品一致;IR、核磁共振谱(CDCl₃,90 兆周,TMS)与文献报道一致^[4]。

参考文献

- 1 南京药学院.中草药学(中册).南京:江苏人民出版社,1976.290
- 2 鞍山市医药公司制药厂.中草药通讯,1972,(4):23
- 3 富田真雄,他.药学杂志,1970,90:1178,1182
- 4 郑锡文,等.科学通报,1979,(6):285
- 5 李贵荣,等.中医杂志(外文版),1984,4(1):25
- 6 陈淑华,等.中草药,1981,12(10):18
- 7 陈淑华,等.中国药理学报,1982,3(3):178
- 8 朱接全,等.中国药理学报,1986,7(6):543
- 9 李贵荣,等.中国药理学报,1984,8(1):20
- 10 关雄泰,等.武汉医学院学报,1983,(2):195
- 11 富田真雄,他.药学杂志,1964,48:1030
- 12 沈阳药学院.中草药化学.北京:人民卫生出版社,1977.60
- 13 郑锡文,等.南京药学院学报,1980,(1):5

(1996-02-12 收稿)

(上接第 269 页)

致谢:华南植物研究所李宝灵等协助进行 GC-MS 分析。

参考文献

- 1 中华人民共和国卫生部药典委员会.中华人民共和国药典.一部.北京:人民卫生出版社,1990.附录 48
- 2 Heller,S R,et al.EPA/NIH Mass Spectral Data Base. Vol 1 - II Washington:US Government Printing Of-

fice,1978

- 3 Stenhagen,E,et al. Registry of Mass Spectral Data. Vol 1 - II. New York:John Wiley & Sons Inc,1974
- 4 朱亮铎,等.芳香植物及其化学成分.海南:海南人民出版社,1989.27
- 5 江苏新医学院.中药大辞典.上册.上海:上海科学技术出版社,1991.890

(1996-01-16 收稿)

本刊荣获第二届全国优秀科技期刊二等奖;第三届华北地区优秀期刊奖;第三届天津市优秀期刊奖。

经天津市自然科学期刊评估委员会评估,本刊被评为天津市 1995 年度一级期刊。