

晶Ⅰ:无色针晶,mp77℃~78℃(氯仿), $IR_{\max}^{KBr} cm^{-1}$:1740(C=O),710,720(长键烷基结构)。MS m/z :624(M^+),368(基峰,失去棕榈酸基的碎片离子峰)。 1H NMR($CDCl_3$, TMS) δ ppm:5.40(1H, d, C_6-H), 4.59(1H, $C_3-\alpha H$), 1.02(3H, s, $C_{19}-H_3$), 0.68(3H, s, $C_{14}-H_3$)。其 IR、 1H NMR 图谱与文献^[10,11]报道的棕榈酸胆甾烯酯的标准图谱一致,证明为同一物。

晶Ⅲ:具丝样光泽的片晶(MeOH),mp135℃~137℃与标准品 β -谷甾醇混合熔点不下降,TLC的 R_f 值、红外光谱与已知物 β -谷甾醇一致,故化合物Ⅲ为 β -谷甾醇。

晶Ⅳ:无色针晶(丙酮重结晶),mp61.5℃~62.5℃,溴甲酚绿试验阳性,能溶于0.1%NaOH溶液,其 IR、 1H 、 ^{13}C NMR 与文

献^[8,9]数据基本一致,故化合物Ⅳ鉴定为棕榈酸。

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(1990年版). 一部. 北京:人民卫生出版社,1990.36
- 2 江苏新医学院编. 中药大辞典. 下册. 上海:上海人民出版社,1987.283
- 3 Takaishi Y, *et al.* Phytochemistry, 1992, 30(1):243
- 4 Antonio G G, *et al.* Phytochemistry, 1983, 22(4):10
- 5 Kahlos K, *et al.* Plant Med. 1989, 55:621
- 6 Abraham P J, *et al.* J Chem Soc Perkin II, 1974, 11:662
- 7 Walker T E, *et al.* J Org Chem, 1973, 38:3788
- 8 巢志茂,等. 中国中药杂志, 1991, 16(2):97
- 9 沈其丰,等. ^{13}C -核磁共振及其应用. 北京:化学工业出版社, 1986.245

(1996-10-30 收稿)

天津产茉莉花挥发油成分分析

天津医科大学(300070) 侯卫 韩素丽 张连云

茉莉花为木犀科植物茉莉 *Jasminum sambac* (L.) Aiton 的花,它在茶叶的熏制和医药应用上有一定的作用。有理气开胃、健脾止痛、开郁、辟秽、和中下气。治下痢腹痛、结膜炎、治疮毒、消疔瘤等功效(江苏新医学院编. 中药大辞典. 上海:上海人民出版社,1997.1279)。

鲜花含油率一般为0.2%~0.3%,主要成分为苯甲醇及其酯类,茉莉花素(jasmone),芳樟醇(linalool),安息香酸芳樟醇酯等^[1]。但对茉莉花挥发油成分的研究未见报道。我们采用GC-MS法分析测定出茉莉花挥发油中30余种化合物,并鉴定出了它们的结构,有利于其开发应用。

1 挥发油的提取

采集新鲜刚刚开花的茉莉花100g,加入200mL煮沸过的蒸馏水,在4℃下浸泡24h(在保鲜箱内),后经水蒸汽蒸馏至无气味为止。蒸馏液大约700mL,加入50g NaCl进行盐析后,用乙醚100mL×5次反复提取,提取液呈浅黄色。然后用氮气在室温下吹去乙醚,至5mL,大约有1mL水用滴管吸出,用10mL×3次乙醚提取,合并于上述5mL

液中,再用氮气吹至1mL,加入适量干燥剂无水 $CaCO_3$ 去水分,放置1d后去掉干燥剂,再用氮气吹至0.5mL乙醚溶液(呈黄色透明液)作为上GC-MS联用仪样品。

2 分离与鉴定

2.1 GC条件:仪器:日本岛津产GC-74色谱仪。毛细管柱:OV-17弹性毛细管柱25mm×0.25mm;进样量:1 μ L。载气:He。柱前压:78.453kPa。分流比:40:1。进样口温度:250℃,程序升温条件:50℃(8min) $\xrightarrow{2.5^\circ C/min}$ 230℃(10min)。

2.2 质谱条件:EI-MS;电离室温度:200℃,电离电压:70eV;加速电压:6kV,分辨:1000;扫描范围:30~500amu。

2.3 GC-MS-计算机联用仪:美国VG公司ZAB-HS。

3 结果

从茉莉花挥发油中共鉴定出以下38种化合物:甲基环己烷,甲苯,2-甲基丁醛,2,2-二甲基戊醇,四氢-2-甲基-吡喃,1-丙氧基-丙烯,1,3-二甲苯,1,2-二

(下转第307页)

液 1 mL, 置 10 mL 容量瓶中, 加 50% 甲醇溶液定容至刻度, 摇匀, 作为样品供试液。

1.6 空白样品液的制备: 按样品的制剂工艺制备空白处方溶液; 再按样品供试液的配制方法配制空白样品液。

2 结果与分析

2.1 标准曲线: 精密吸取芍药甙对照液 2、4、6、8、10、12、14、16 μL 分别进样, 按上述色谱条件测定峰面积。以进样量为横坐标, 以峰面积为纵坐标作标准曲线, 得回归方程: $Y = 51.3372 + 4662.7173X$, $r = 0.9941$, 表明芍药甙的进样量在 0.2 $\mu\text{g} \sim 1.6 \mu\text{g}$ 时, 与峰面积呈良好的线性关系。

2.2 精密度实验: 精密吸取芍药甙对照液 10 μL , 连续 5 次进样, 测得峰面积, 得变异系数 (RSD) 日内为 3.46%, 日间为 4.72%。

2.3 分离可行性能考查: 分别精密吸取空白样品液、样品供试液 (复方制剂)、对照品各 10 μL 进样, 在上述色谱条件下, 芍药甙的保留时间约 2.97 min, 供试品与对照品均呈单峰, 且空白样品在此峰位无显示, 证明无干扰, 见色谱图 1。

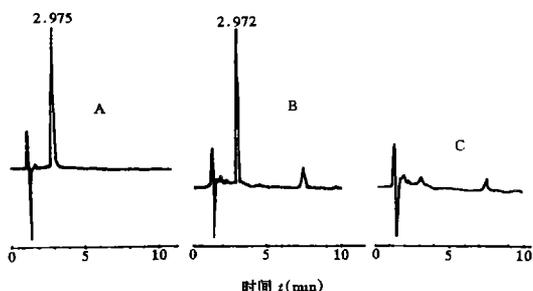


图 1 高效液相色谱图

A-芍药甙对照品 B-样品 C-空白样品

2.4 样品测定: 分别精密吸取样品供试液及对照液各 10 μL , 进样测定, 结果见表 1。

表 1 清肝注射液中芍药甙测定结果

批号	含量 (mg/mL)			平均
970503	0.0747	0.0732	0.769	0.0749
970505	0.0784	0.0813	0.0805	0.0801
970508	0.0784	0.0756	0.0778	0.0773

2.5 回收率测定: 精密吸取样品供试液 1 mL, 置 10 mL 容量瓶中, 加 50% 甲醇溶液定容至刻度, 摇匀; 精密吸取 2.5 mL, 再精密吸取标准液 2.5 mL, 将两种溶液摇匀, 作为加样供试液。测定时分别吸取对照品溶液、样品供试液及加样供试液各 10 μL , 进样测定。测得回收率为 98.5%, $RSD = 1.8\%$ ($n = 5$)。

3 讨论

芍药甙为赤芍的主要活性成分, 对生药中芍药甙的含量测定主要有薄层扫描法^[1,3]和 HPLC 法^[2,4]。但薄层扫描法前处理复杂, 重复性差, 而 HPLC 法可不经前处理, 直接进行分析, 且相对操作简便, 准确, 相对误差小。

我们确立了清肝注射液中芍药甙的 HPLC 测定方法, 3 批注射液测定结果, 芍药甙含量基本稳定。该法可作为清肝注射液的质量控制手段。

参考文献

- 1 李章万, 等. 药物分析杂志, 1990, 10(6): 331
- 2 吕方军, 等. 药物分析杂志, 1990, 10(2): 118
- 3 张庆生, 等. 中国中药杂志, 1991, 16(9): 542
- 4 陈祥瑞, 等. 中国中药杂志, 1995, 20(5): 287

(1997-09-23 收稿)

(上接第 300 页)

甲苯, 2-methyl-2-propen-1-ol, 5-hexenoic acid, 2, 4-hexadienoic acid, 1-ethyl-4-methylbenzene, 3-甲基-2-戊酮, 1, 1-二甲基-2-亚乙基环戊烷, 乙醛, 苯乙烷, 1, 2, 3, 4-四丁醇, 5-甲基, 己-乙醇, naphthalene, O-3-甲基-丁基-羟胺, 己酰胺, 2-乙醛, 苯甲醛, 4-己

烯-1-醇-乙酸酯, 6-甲基-5-庚烯-2-酮, 6-甲基-5-庚烯-2-醇, 2-乙基-乙醇, 苯胺, 2-甲醇-5-乙烯基-四氢呋喃, 苯乙醛, 苯甲酸甲酯, 苯甲醇, 苯乙醇, 苯甲酸乙酯, 苯乙酸甲酯, methylbutyl-1, 2-benzene-dicarboxylata, 2-胺基-苯甲酸甲酯, 2-甲基苯甲腈。

(1997-07-07 收稿)