

2.5 °C /min 升至 85 °C, 保持 5 min, 再以 3 °C /min 升至 105 °C, 保持 5 min, 又再以 3 °C /min 升至 220 °C, 保持 20 min

质谱条件: 离子源温度 230 °C, 电离方式 EI, 电子能量 70 eV, 扫描质量范围 20~ 450

2 结果与讨论

2.1 白兰花的花和叶两个样品进行了气相色谱-质谱联机分析, 共得到 137 个色谱峰, 鉴定了 88 个成分。用归一化法确定了各成分的相对百分含量。从白兰花的花得到 113 个色谱峰, 鉴定了 64 个化合物, 占花挥发油总面积的 97.0%; 从白兰花的叶得到 116 个色谱峰, 鉴定了 67 个化合物, 占叶挥发油总面积的 96.6%。结果见表 1

2.2 花和叶两个挥发油样品中的主成分均为芳樟醇, 分别占其挥发油峰面积的 75.04% 和 69.65%。据文献报道^[3], 芳樟醇具有抗菌、抗病毒等

作用, 这与白兰花主治慢性支气管炎, 前列腺炎, 妇女白带的功效相符。提示芳樟醇可能是白兰花的主要有效成分之一。

2.3 除芳樟醇外, 花和叶之间还有许多共同成分, 这些成分主要为单萜与倍半萜类。但花和叶的挥发油样品之间有明显不同, 花的挥发油中含有十几种酯类成分而叶中没有, 这有可能是二种挥发油香气有些不同的差异所在。此外, 花中还含有 3 种长链饱和脂肪烷烃, 而在叶中也未检出。

参考文献

- 1 江苏新医学院编. 中药大辞典(上册). 上海: 上海人民出版社, 1977: 703
- 2 中华人民共和国商业部土产废品局主编. 中国经济植物志(下册). 北京: 北京科学出版社, 1961: 1311
- 3 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, 1986: 669

(1998-12-03 收稿)

地涌金莲挥发性化学成分研究[△]

中国科学院兰州化学物理研究所 OOS0 国家重点实验室(兰州 730000)

秦波 鲁润华 汪汉卿*

李文鹏** 谢金伦**

地涌金莲是芭蕉科地涌金莲属草本植物 *Musella lasiocarpa* (Franch.) C. Y. Wu, 全属仅此一种, 又名地涌莲、地金莲、地母金莲等, 产云南省中部至西部, 是我国特有植物。其花入药, 有收敛止血作用, 治白带、红崩及大肠下血; 茎汁用于解酒醉及草乌中毒^[1,2]。其栽培和利用历史悠久, 它适合在各种环境条件下生长, 民间用作饲料、观赏、水土保持、纺织、食用、药用等许多方面, 有着广阔的开发利用前景, 可望发展成为一种新兴产业, 为发展贫困山区经济、改善生态环境做贡献^[3]。有关地涌金莲的化学成分, 迄今尚未见有研究报道。作者鉴于其在植物分类学上的独特地位及其广阔的应用和开发前景, 对地涌金莲新鲜植物的化学成分进行了较为系统的分析和研究, 本文仅为其综合研究的一部分, 采用毛细管气质联用法分离并分析鉴定了其挥发性化学成分的结构, 用气相色谱面积归一化法测定了各成分的相对百分含量, 为进一步研究和开发奠定了基础。

1 仪器与材料

气相色谱-质谱-计算机联用仪 (HP6890/5973 型, 美国 Hewlett-Packard 公司); 地涌金莲采自云南省昆明市郊西山脚下, 经云南大学植物生态研究所陆树刚副教授鉴定。

2 实验方法

2.1 样品制备: 取新采集的地涌金莲植物 36.6 kg, 切碎, 以工业丙酮用渗漉法提取, 回收溶剂, 提取浸膏以 70% 甲醇溶解用石油醚萃取, 回收石油醚, 石油醚萃取物 24.5 g 加入 100 mL 左右乙醚溶解, 加入 300 mL 蒸馏水进行水蒸汽蒸馏, 收集馏出液, 用乙醚萃取 6 次, 合并乙醚萃取液, 回收乙醚, 用无水硫酸钠脱水 24 h, 得黄色油状物 1.24 g, 有特殊香味, 密封保存, 供分析用。

2.2 气相色谱-质谱联用分析条件

2.2.1 气相色谱条件: 石英毛细管柱 HP-5MS, 30 m × 0.25 mm, 膜厚 0.25 μm。升温程序: 从 60 °C 开始以 2.5 °C /min 升到 210 °C, 再以 10 °C /min 升到 280 °C, 载气为 He, 柱流量 1.2 mL /min, 进样口温

* 通讯联系人

** 云南大学云南省工业微生物发酵工程重点实验室

△ 本课题部分受到中国科学院“西部之光”人才培养计划的资助

度: 280℃。

2.2.2 质谱条件: EI源; 电离电压: 70 eV; 离子源温度: 230℃, 扫描范围: 33~ 550 aum, 进样量: 0.4 μL, 分流比: 15: 1

3 结果与讨论

用毛细管色谱法对地涌金莲新鲜植物挥发油化学成分进行了分析, GC共分离出 111 多个组分, 经

气相色谱数据处理机用面积归一化法测得各组分的相对百分含量, 并用气相色谱-质谱联用技术做挥发油的 GC-MS总离子流色谱检测, 所得质谱图经计算机质谱数据库检索, 并按各峰的质谱裂片图与文献资料^[4]核对, 从而确定了地涌金莲挥发油中部分化学成分, 分析鉴定结果见表 1

分析鉴定结果表明, 地涌金莲挥发油主要化学

表 1 地涌金莲挥发性化学成分气-质联用分析结果

峰号	化合物	相对含量(%)	峰号	化合物	相对含量(%)
1	甲苯	0.558	39	十二烷	2.723
2	1-甲基环戊醇	0.521	40	3,5-二丁基-4-羟基甲苯	3.663
3	己醛	6.323	41	1,4,6-三甲基萘	0.328
4	4-羟基-4-甲基-2-戊酮	3.901	42	1,6,7-三甲基萘	0.479
5	(E)-2-己烯醛	0.308	43	2-甲基十五烷	0.313
6	乙苯	0.366	44	芴	0.519
7	庚醛	0.371	45	十三烷	0.286
8	(E)-2-庚烯醛	1.608	46	十二酸乙酯	0.6
9	1-辛烯-3-醇	0.841	47	十六烷	3.124
10	6-甲基-5-庚烯-2-酮	0.409	48	二苯胺	0.461
11	2,4,6-三甲基吡啶	0.815	49	2,6,10,14-四甲基十六烷	1.467
12	5-乙基-2-甲基-5-庚烯-3-酮	0.579	50	2-甲基十六烷	0.819
13	(E,E)-2,4-庚二烯醛	0.345	51	3-甲基十六烷	0.837
14	6-羟基-2-己酮	0.177	52	1-甲基-9H-芴	0.168
15	(E)-2-辛烯醛	0.189	53	环十四烷	1.501
16	α-甲基苯甲醇	0.175	54	十七烷	3.478
17	2-乙基-3,5-二甲基吡啶	1.315	55	2,6,10,14-四甲基十五烷	1.699
18	癸醛	0.926	56	十烷基环己烷	0.326
19	(E)-2-壬烯醛	0.279	57	萸	0.663
20	3-壬炔	0.381	58	2-甲基十七烷	0.348
21	1,1-二甲氧基十六烷	0.97	59	3-甲基二十一烷	0.156
22	苯并噻唑	1.086	60	十四酸乙酯	0.46
23	3,4-二氢-4,4-二甲基香豆素-6-醇	0.93	61	6,10,14-三甲基-2-十五酮	0.809
24	1-甲基萘	0.557	62	十二烷基环己烷	0.444
25	2,4-癸二烯醛	0.38	63	双-(2-甲基)-1,2-苯二甲酸丙酯	1.336
26	二氢-5-戊基-2-(3H)-呋喃酮	1.61	64	3-甲基菲	0.212
27	2-甲基十三烷	0.332	65	十九烷	1.731
28	2,6,10-三甲基十二烷	0.263	66	双-(2-乙基)-邻苯二甲酸甲酯	0.436
29	10-甲基二十烷	0.265	67	棕榈酸甲酯	0.249
30	2-乙基萘	0.277	68	邻苯二甲酸二丁酯	7.155
31	2,6-二甲基萘	0.862	69	十六酸乙酯	7.996
32	十氢-4,8,8-三甲基-1,4-甲撑奥	0.220	70	二十烷	1.136
33	1,4-二甲基萘	0.653	71	二十一烷	0.551
34	2,7-二甲基萘	0.507	72	亚油酸乙酯	0.718
35	3-乙基-2-甲基-1-戊烯-3-醇	0.353	73	9,12,15-十八三烯酸乙酯	1.574
36	2,3-二甲基萘	0.346	74	十八酸乙酯	0.209
37	6,10-二甲基-(E)-5,9-十一二烯-2-酮	0.867	75	二十二烷	0.264
38	2-(1-甲基乙基)萘	0.567			

成分为十六酸乙酯(相对百分含量为 7.996%)、邻苯二甲酸二丁酯(7.155%)、己醛(6.323%)、4-羟基-4-甲基-2-戊酮(3.901%)、3,5-二丁基-4-羟基甲苯(3.663%)、十六烷(3.124%)、十七烷(3.478%), 化合物类型以高级烷烃、高级脂肪酸酯及醛、酮、芳香和芳香杂环化合物为主, 这为地涌金莲的深入研究和资源利用奠定了基础

致谢: 云南大学云南省工业微生物发酵工程重点实验室刘士清研究员为本实验提供了大量帮助, 谨致谢意

参考文献

- 1 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志. 第 16 卷第二分册. 北京: 科学出版社, 1983: 3
- 2 江苏新医学院编. 中药大辞典. 上册. 上海: 上海科技出版社,

(下转第 19 页)

2.2 标准曲线的绘制:精密称取 80℃干燥至恒重的天麻素 5 mg,置 25 mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。从中吸取 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 mL分别稀释至 10 mL,吸取上述溶液,分别进样 10 μL,以进样量 X 为横坐标,峰面积 Y 为纵坐标作图,得回归方程为 $Y = 2\,822\,785X - 8\,040$, $r = 0.9999$ 。进样量在 0.1~0.5 μg 范围内线性关系良好。

2.3 样品测定:取本品内容物 0.5 g,精密称定,置具塞三角瓶中,精密加甲醇 20 mL,称重,超声处理 30 min(提取功率大于 250 W,频率大于 40 kHz),放冷,用甲醇补足重量,滤过,弃去初滤液 5 mL,精密量取续滤液 1 mL置水浴上蒸干,残渣用少量水溶解,加在中性氧化铝柱(100~200目,5 g,内径 1.2 cm,干法装柱)上,用 70% 甲醇 30 mL洗脱。收集洗脱液,置水浴上蒸干,残渣加甲醇溶解并定容于 10 mL量瓶中,摇匀。吸取上述溶液进样分析,结果见表 1,图 1。

表 1 天麻素的含量测定结果 ($n = 3$)

批号	含量 (mg/粒)	RSD (%)
960306	3.49	1.07
960307	3.45	0.85
960308	3.51	1.14

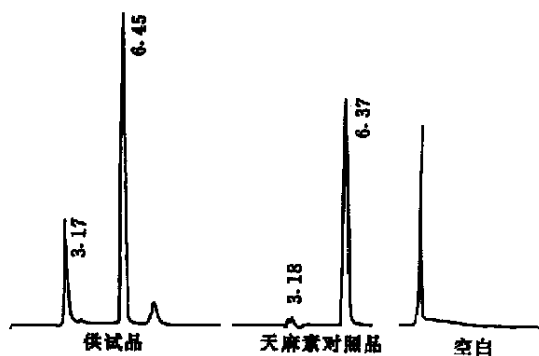


图 1 三通风湿康胶囊 HPLC 色谱图

2.4 重现性实验:依样品测定步骤对同一批号样品重复分析 5 次,测得每粒含量 (mg) 分别为 3.48,

3.46, 3.51, 3.52, 3.49, RSD 为 0.80%, 表明重现性较好。

2.5 精密度试验:精密吸取对照品溶液 10 μL,连续进样 6 次, RSD 为 0.88%, 表明仪器精密度良好。

2.6 加样回收率实验:精密称取已知含量的三通风湿康胶囊内容物约 0.25 g,加入天麻素对照品 3.5 mg,按样品测定项下步骤进行分析。其结果平均回收率为 99.29%, RSD 为 0.33%。

2.7 稳定性实验:取三通风湿康胶囊,依样品测定项下步骤制备样品,每隔 2 h 进行分析,共 7 次。其 RSD 为 0.88%。表明样品 12 h 内稳定。

3 讨论

3.1 检测波长的选择:经对天麻素的紫外吸收光谱的测定,其吸收峰波长为 221 nm 和 268 nm。由于在 268 nm 处,样品峰很多,且很难分离,又由于在 221 nm 处的吸收度显著强于 268 nm 处,故选择 221 nm 为测定波长。

3.2 提取溶媒:根据天麻素和其他成分的理化性质及制备工艺条件,选择了 70% 乙醇、90% 乙醇、无水乙醇、甲醇、乙醇-异丙醇 (1:1) 为提取溶媒,均超声处理 30 min,制备供试液,经测定比较,以甲醇为提取溶媒为佳。

3.3 除杂质方法:比较了硅胶柱和中性氧化铝柱,结果表明上中性氧化铝柱除杂质好,回收率高。

3.4 分离条件的比较:经过甲醇-水不同比例 (3:97, 5:95, 6:94, 7:93)、乙腈-水不同比例 (3:97, 5:95, 6:94, 7:93)、乙腈-水-磷酸 (3:97:0.2) 的比较,确定为乙腈-水-磷酸 (3:97:0.2),流速 1 mL/min,柱温为 40℃。

参考文献

- 1 马公强,等. 药物分析杂志, 1981, 1(3): 165
- 2 黄玉仙,等. 中成药研究, 1988, 11(4): 58
- 3 程式之,等. 药物分析杂志, 1984, 4(6): 344
- 4 程式之,等. 贵州药讯, 1985, (1): 1

(1999-03-18 收稿)

(上接第 14 页)

1993 831

3 龙春林. 云南省特种动植物产业与市场发展研讨会论文集. 昆明: 云南科技出版社, 1995 172

4 Hellor S R. EPA/NIH Mass Spectral Data Base. vol L-4 and

Supplement 1 Washington US Government Printing Office, 1978 and 1988

(1999-03-26 收稿)