

4.52 (1H, dd, ABX 系, $J_{\text{AX}} = 7.8 \text{ Hz}$, $J_{\text{AX}} = 1.8 \text{ Hz}$, H-1), 7.34 (1H, s, Ar-H). EI-MS (m/z): 320 (M^+), 294 ($M^+ - C_2H_5OH$), 246 ($M^+ - C_2H_5OH - CO$), 218 ($M^+ - C_2H_5OH - 2CO$), 204, 190, 163, 89, 77, 63, 51, 31 以上数据均与文献^[3]报道一致。

致谢: 药材由我校徐凌川老师采集并鉴定。

参考文献

- 1 中国科学院上海药物研究所植物化学研究室编译. 黄酮体化合物鉴定手册. 北京: 科学出版社, 1981: 110, 481
- 2 Harborne J. B., et al. The Flavonoids Advances in Research. Printed in Great Britain at the University Press & Cambridge, 1982: 63
- 3 郭佳生, 等. 药学报, 1987, 22(1): 28

(1999-10-04 收稿)

赤芝孢子中油酸的分离及鉴定^{△(20)}

北京理工大学材料科学研究中心 (100081)
无锡三联高科技开发公司

赵东旭 杨新林 陈霖 朱鹤孙
徐建兰

赤芝为多孔菌科灵芝属真菌植物^[1]。目前,人们在重视灵芝保健作用和药用成分研究的同时,对灵芝的生殖细胞-孢子药用价值的研究也逐渐加强,现有的临床应用及研究表明,其粗制剂试用于多种疑难疾病和萎缩性肌强直、多发性硬化、内脏多动症等均有较满意的疗效^[2~4]。新近的研究结果也表明了灵芝孢子在体外可以抑制多种肿瘤细胞的生长并可抑制艾滋病 (HIV-1) 的蛋白酶活性^[5,6]。目前已从灵芝孢子中分离到了二十四烷酸、二十二烷酸、硬脂酸、硬脂酸硫、棕榈酸等长链脂肪酸以及蛋白质、糖肽类、维生素类、胡萝卜素、固醇类、三萜类、生物碱类、无机离子等成分^[6~8],但尚未看到从孢子中分离出油酸的报道,本文将对灵芝孢子中油酸的分离及鉴定结果予以报道。

1 材料及方法

破壁灵芝 (赤芝) (*Ganoderma lucidum*) 孢子粉由江苏无锡三联高科技开发公司提供。

1.1 孢子破壁情况检测: 标本自然干燥 2 h 后,用导电胶将样品贴于样品托上,然后用 SBC-2 试样表面处理机进行离子溅射镀膜 (5 min) AMRAY 1000 B 型扫描电镜观察并照相 (中国科学院科学仪器厂产)。

1.2 孢子中油酸的分离: 称取一定量的破壁灵芝孢子粉,用无水乙醇于 0℃ 浸提 3 次,浸提液 40℃~50℃ 减压蒸干得油状物,用反复硅胶柱层析法对该提取物进行分离。

160~200 目硅胶 (青岛化工厂生产) 用正己烷溶胀后装柱 (直径: 高 = 1: 10), 破壁孢子醇提物用

正己烷溶后上样,石油醚和氯仿分别洗脱,收集氯仿洗脱下来的红色部分,再次柱层析,石油醚-氯仿 (1: 1) 混合液洗脱,收集红色洗脱液部分,再次柱层析,正己烷-乙醚 (1: 9) 混合液洗脱,再次收集红色部分,经活性炭热乙醇回流脱色后得油状物 (I)。上述的每次洗脱液均用硅胶 F₂₅₄ 薄层板 (烟台化工研究所产) 分析 (TLC) 检测其成分组成。

1.3 气相色谱 (GC) 及气相色谱-质谱 (GC-MS) 联用分析: 上述经过多次柱层析得到的油状物 (I) 经氯仿溶后用于 GC/MS 分析 (日本岛津 GC-MS GP5050A 型), 色谱结果显示两个峰,将其质谱图与标准样品比较,其中一个 (I-1) 与油酸基本一致,另一个 (I-2) 与软脂酸基本一致。为此,取标准油酸样品和软脂酸样品以及上述油状物在相同条件下进行 GC 分析 (SP-3700 气相色谱仪,配有氢火焰离子检测器,北京分析仪器厂生产), 色谱条件: 液化室温度 240℃, 检测器温度 260℃, 载气: 氮气 (99.9%)。

2 结果与讨论

2.1 破壁及未破壁灵芝孢子的形态观察: 从图 1 可以看出,破壁孢子粉中几乎看不出孢子的完整轮廓,而未破壁孢子则形态完整、饱满。经粗略统计,孢子



图 1 破壁孢子 (A) 及未破壁灵芝孢子 (B) 的扫描电镜观察
(下转第 109 页)

10^{-5} , $r=0.9999$, 在 $5\sim 60\mu\text{g/mL}$ 范围内, 呈良好的线性关系

2.4 精密度考察: 取供试品溶液, 每隔一段时间进样, 结果 $RSD=0.45\%$, 6 h 内稳定

2.5 回收率试验: 精密称取复方丹参片细粉, 精密加入已知浓度的对照品溶液适量, 同供试品溶液制备法操作, 测定回收率, 结果 99.66% , $RSD=0.54\%$ ($n=4$).

2.6 样品测定: 取复方丹参片 13 批样品, 依法测定, 结果见表 1

表 1 样品含量测定结果

厂家	批号	丹参酮II _A 含量 (毫克/片, $n=4$)	$RSD(\%)$
A	980405	0.2957	0.52
A	980507	0.2718	0.69
A	980605	0.3163	0.52
A	981102	0.3119	0.29
A	981205	0.2896	0.53
B	990302	0.1240	0.35
C	981201	0.0802	0.77
D	980420	0.0555	0.89
E	990101	0.1770	0.47
E	990203	0.6879	0.15
E	990303	0.3691	0.33
E	990306	0.2890	0.63
F	990125 03	0.1112	0.52

(1999-04-20 收稿)

(上接第 93 页)

破壁率在 99.9% 以上。

2.2 灵芝孢子中油酸的分离及鉴定: 破壁孢子的醇提物经多次柱层析得到的油状物 (1) 经多次在不同展开剂中 TLC 展层分析, 显示出一个斑点, 但经过 GC-MS 分析显示出两个峰 (峰 I-1 和峰 I-2), 峰 I-1 的质谱图中显示的离子碎片峰有 41, 55, 69, 83, 111, 139, 151 等, 经比较与油酸的质谱图基本一致: 进一步的气相色谱分析表明, 峰 I-1 的保留时间与标样油酸相同, 由此断定峰 I-1 为油酸峰; 同样方法得知, 峰 I-2 为软脂酸的洗脱峰。

2.3 加强对灵芝孢子化学成分的分析有助于对孢子药用价值的阐释: 由于灵芝孢子的外部是两层坚韧的外壁, 一般的物理、化学方法又很难将其打破, 这在一定程度上限制了对其化学组成、生物活性成分的认识。虽然迄今从灵芝孢子中分离出多种成分^[6-8], 但本文对灵芝孢子中油酸的分离及鉴定尚属首次。以前的研究均以未破壁灵芝孢子为原料, 而且我们从未破壁灵芝孢子中也未分离到油酸, 因此

推测可能与所用的原料有关。我们以前的工作也表明了孢子的破壁有助于其化学成分的提取与生物活性的增加^[5,7]。最近, 对灵芝孢子收集以及破壁方法的研究越来越受到重视^[9,10], 相信一定会极大促进灵芝孢子药用价值的研究和作用。

致谢: 河南师范大学杨新芳老师在电镜观察方面、北京理工大学程福永博士和史雪岩博士在色谱分析方面所给予的大力协助。

参 考 文 献

- 1 江苏新医学院. 中药大辞典 (上册). 上海: 上海科学技术出版社, 1997: 1180
- 2 王芷元, 等. 中医杂志, 1983, 24(6): 52
- 3 北京友谊医院神经内科. 新医学副刊, 1978, 4(2): 97
- 4 富慧谛, 等. 中医杂志, 1981, 22(6): 22
- 5 Yang X L, et al. J Beijing Institute of Technology, 1997, 6(4): 336
- 6 Min B S, et al. Chem Pharm Bull, 1998, 46(10): 1607
- 7 杨新林, 等. 中草药, 1997, 28(12): 721
- 8 赵东旭, 等. 中草药, 1999, 30(4): 305
- 9 徐建兰, 等. 首届海内外世纪中医药学术发展研讨会交流论文. 南京, 1996: 1
- 10 蒋家心, 等. 食品科学, 1996, 17(4): 19

(1999-03-26 收稿)

我刊关于“论文摘要”的编写要求

根据国家标准“文摘编写规则”(GB6447-86)的要求, 我刊 2000 年对文摘的编写作如下规定。

摘要有 2 种基本写法: 1) 报道性摘要一般用于实验性科技论文; 2) 指示性摘要多用于综述性、资料性或评论性文章。

报道性摘要必须包括目的、方法、结果、结论四个要素 (来稿要分项写清楚), 重点在后三项内容, 宜写得详细, 字数在 400 字之内。指示性摘要则突出第一项, 后三项可简写, 一般 200 字左右。

编写摘要请注意以下几点: 1) 要着重反映新内容和作者特别强调的观点; 2) 要排除在本学科领域已成常识的内容, 不要简单地重复题名中已有的信息; 3) 要用第三人称的写法, 不必使用“本文”、“作者”等作为主语, 应采用“对……进行了研究”等记述方法; 4) 结构严谨, 表达简明, 一般不分段落。缩略语、代号等除了相邻专业的读者也能清楚理解的以外, 在首次出现处必须加以说明。

另外, 英文摘要中所有作者都需要提供英文单位名称。

《中草药》杂志编辑部