

佛手挥发油的主要成分有较大的不同,前者的主要的组分是:柠檬烯和 1-甲基-(1-甲基)-苯,含量为 48.4%和 30.8%。后者的主要组分为:柠檬烯、3-羟基-3,7-二甲基-1,6-辛二酸丁酸里哪酯和 3-环己醇-1-甲基-, $\alpha,\alpha,4$ -三甲基-乙酸酯,含量分别为:15.34%、10.49%、15.16%、25.03%。这一结论与 1998 年黄晓钰等报导佛手油的主要成分是苧烯、蒾品油烯、 β -蒾烯、 β -月桂烯区别。另外与陈家华等^[4]报道的佛手果头香挥发油的主成分为柠檬烯和蒾烯

也有区别。这说明品种、产地、气候、土壤等条件的不同,造成佛手油成分的差异。

参考文献:

- [1] 王浴生主编. 中药药理与应用 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1981.
- [2] 江苏新医学院. 中药大辞典 [M]. 上册. 上海: 上海科技出版社, 1986.
- [3] 黄晓钰, 钟秀茵, 苏毅, 等. 佛手柑挥发油成分的提取和鉴定 [J]. 华南农业大学学报, 1998, (3): 101-106.
- [4] 陈家华, 林祖铭, 金声, 等. 佛手果头香挥发油的化学成分研究 [J]. 北京大学学报, 1989, (2): 205-210.

垂盆草的化学成分研究

梁侨丽¹, 徐连民², 庄颖健^{1*}, 吴铁军^{1*}

(1. 南京中医药大学中药学院, 江苏 南京 210029; 2. 连云港康缘制药研究所, 江苏 连云港 222001)

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2001)04-0305-01

中药垂盆草 *Sedum sarmentosum* Bunge 为景天科景天属多年生草本植物, 我国分布广泛。它具有清热解毒、抗菌消炎作用, 临床上广泛用于治疗咽喉肿痛、热淋、疔痛、水火烫伤、蛇虫咬伤及各种急慢性活动性肝炎^[1]。广泛的临床应用已证明垂盆草及其制剂具有显著的抗肝炎作用。为了广泛筛选该中药中抗肝炎活性成分, 为药材和制剂质量标准规范化研究奠定基础, 我们对垂盆草的化学成分进行了研究, 从中分得 5 个化合物, 经化学反应和光谱分析鉴定为 δ -香树酯酮 (δ -amyrone), β -谷甾醇 (β -sitosterol), 胡萝卜苷 (daucosterol), 苜蓿苷 (tricin-7 β -D-glucopyranoside) 以及丁香酸 (syringic acid)。

1 仪器和试剂

熔点用 X4 型显微熔点测定仪测定 (温度未校正); 红外用 PE983R-400 型红外测定仪测定 (KBr 压片); 氢谱和碳谱用 Bruker ACF-300 型核磁共振仪测定 (溶剂 DMSO-d₆ 或 (CD₃)₂CO, 内标 TMS); 质谱用 AZB-HX 型质谱仪测定; 层析用硅胶由青岛海洋工厂生产。药材购于南京市药材公司, 经本校鉴定教研室王春根教授鉴定为景天科植物垂盆草全草。

2 提取与分离

干燥全草 5 kg, 用 85% 乙醇回流提取 3 次, 合并醇提液, 减压浓缩成流浸膏; 加适量水热溶; 再静置冷却, 过滤去除沉淀。水液分别用石油醚、乙酸乙

酯、正丁醇萃取, 得石油醚部分 80 g, 乙酸乙酯部分 57 g, 正丁醇部分 130 g。取正丁醇部分进行硅胶柱层析, 以氯仿-甲醇系统梯度洗脱, 每 500 mL 为一分, 得 4 个单体, 分别为化合物 I、II、III、IV。

取乙酸乙酯部分进行硅胶柱层析, 以石油醚-乙酸乙酯系统梯度洗脱, 每 500 mL 为一分, 得 2 个单体, 分别为化合物 II 和 V。

3 鉴定

化合物 I: 无色柱晶 (无水乙醇), mp 202℃~203℃, Liberman-Burchard 反应为紫红色, 提示为三萜类化合物。从质谱、计算机联用检索出的最可能结构式以及与文献报道的齐墩果烷-13(18)-烯-3-酮的 IR, MS, ¹H NMR 基本一致^[4]。所以确知该化合物结构为齐墩果烷-13(18)-烯-3-酮 (olean-13(18)-en-3-one), 即 δ -香树酯酮 (δ -amyrone)。

化合物 II: 白色针晶 (石油醚/乙酸乙酯), mp 138℃~139.5℃, IR_{max}^{KBr} cm⁻¹: 3 410, 2 950, 2 920, 2 860, 1 640, 1 374, 1 070, 800, 与对照品 β -谷甾醇共 TLC, R_f 值相同, 且二者混合熔点不下降。

化合物 III: 白色粉末 (甲醇), mp 295℃~297℃, IR_{max}^{KBr} cm⁻¹: 3 400, 2 950, 2 920, 2 860, 1 640, 1 455, 1 435, 1 374, 1 360, 1 160, 1 065, 1 020, 800, 与对照品胡萝卜 TLC, R_f 值相同, 且二者混合熔点

(下转第 325 页)

* 收稿日期: 1999-11-23

* 分别为本校 94 级、95 级实习生

层板上,于显色后每隔一定时间扫描 1次,结果表明峰面积在 2 h内稳定。

2 1. 6 精密度实验:在同一薄层板上点 5个同量斑点,展开显色后进行扫描测定峰面积,结果 $RSD=1.7\%$ 。

2 1. 7 重现性实验:取同一批号的息喘丸依法测定 5次,结果 RSD 为 1.45%。

2 1. 8 空白实验:将未加盐酸麻黄碱的息喘丸粉作为空白样品,按供试品的制备方法制成空白溶液,并进行扫描,结果在盐酸麻黄碱位置处无干扰。

2 1. 9 回收率实验:取空白样品,分别精密加入一

定量标准品,按供试液项下制备方法制备供试液,依法测定,结果回收率为 100.86%, $RSD(\%)=2.27$ 。

2. 2 样品测定:按上述方法测定息喘丸 3批样品中盐酸麻黄碱的含量,结果分别为 10.2, 10.7, 10.2 mg/g。

3 讨论

此法关键要掌握好喷显色剂的量,喷得太多会产生背景,影响扫描。

参考文献:

- [1] 广东省药品标准[S].上册.1987.
- [2] 王宝琴.中成药质量标准与标准物质研究[M].北京:中国医药科技出版社,1994.

(上接第 305页)

不下降。

化合物IV:黄色粉末(甲醇),mp 295℃~297℃,盐酸-镁粉反应为阳性,Molish反应为阳性。提示可能为黄酮苷类化合物。其理化常数与波谱数据与文献报道 5,4'-二羟基-3',5'-二甲氧基黄酮-7-O-β-D-吡喃葡萄糖苷,即首蓿苷(tricin-7β-D-glucopyranoside)一致^[5,6]。

化合物V:白色针晶(甲醇),mp 199℃~200.5℃,溴甲酚绿显阳性,提示可能为有机酸类化合物。

$IR_{\max}^{KBr} \text{ cm}^{-1}$: 3 360, 3 240, 2 960, 2 930, 1 700, 1 610, 1 520, 1 460, 1 410, 1 370, 1 320,显示有碳基和苯环存在:EI-MS m/z (rel, int) 198(M^+ , 100), 183($[M - CH_3]^+$, 30), 181($[M - OH]^+$, 7), 155($[M - CH_3 - CO]^+$, 8), 127(23), 67(11), 53(12), EI-MS检索出最可能结构为 3,5-二甲氧基-4-羟基苯甲酸(丁香酸); $^1H \text{ NMR}(CD_3COCD_3) \delta$ 7.33(2H,

s, H-2, 5), 3.88(6H, s, 3, 5- OCH_3),硅胶薄层层析的 R_f 值与丁香酸标准品一致,二者的混合熔点不下降,进一步证明该化合物为丁香酸(syringic acid)。

参考文献:

- [1] 国家中医药管理局中华本草编委会.中华本草(精选本,上册)[M].上海:上海科学技术出版社,1996.
- [2] Gonzalez A G, Fraga B M, Gonzalez P, *et al.* $^{13}C \text{ NMR}$ spectra of olean-18-ene derivatives [J]. Phytochemistry, 1981, 20 (8): 1919-1921.
- [3] Tanaka R, Matsunaga S. Triterpene constituents from euphorbia supina [J]. Phytochemistry, 1998, 27(11): 3579-3584.
- [4] Kapoor R, Atal C K. Two unsymmetric tetracyclic triterpenoids from Gissus quadrangularis [J]. Phytochemistry, 1984, 23(2): 407-410.
- [5] Kurkin V A, Zapesochaya G G, Klyaznika V G. Flavonoids of the rhizomes of Rhodiola rosea [J]. Chemical of Natural Compound, 1982, 18(5): 550-552.
- [6] 龚云淮.天然有机化合物的 ^{13}C 核磁共振化学位移[M].昆明:云南科技出版社,1986.

邮 购 信 息

① 中国中药材真伪鉴别图典·常用贵重药材、进口药材分册,148元 ② 中国中药材真伪鉴别图典·常用根及根茎药材分册,160元 ③ 中国中药材真伪鉴别图典·常用种子、果实及皮类药材分册,150元 ④ 中国中药材真伪鉴别图典·常用花叶、全草、动矿物及其它药材分册,150元 ⑤ 植物活性成分辞典(陈惠芳主编),186元 ⑥ 《中华人民共和国药典》中药材外形组织粉末图解(赵达文主编),120元 ⑦ 中药八百种详解(侯士良主编),92元 ⑧ 现代实用中药鉴别技术(张贵君主编),76元 ⑨ 现代实用中药栽培养殖技术(孔令武主编),49元 ⑩ 现代实用中药质量控制技术(苗明三主编),97元 ⑪ 现代实用本草(上册)(陈德昌主编),105元 ⑫ 现代实用本草(中册)(陈德昌主编),130元 ⑬ 现代实用本草(下册)(陈清昌主编),82元 ⑭ 抗癌中药药理与应用(季宇彬主编),180元 ⑮ 中国本草彩色图鉴(上)(钱信忠主编),264元 ⑯ 中国本草彩色图鉴(中)(钱信忠主编),323元 ⑰ 中国本草彩色图鉴(下)(钱信忠主编),363元 ⑱ 中药鉴别紫外谱线组法及应用(袁久荣著),95元 ⑲ 全国中草药汇编(上)(谢宗万主编),127元 ⑳ 全国中草药汇编(下)(谢宗万主编),126元 ㉑ 全国中草药汇编彩色图谱(编写组),207.70元 ㉒ 全国中草药名鉴(上、下、索引)(谢宗万主编),468.20元 ㉓ 汉拉英中草药名称辞典(李衍文等主编),68元 ㉔ 英汉化学化工词汇(四版)(科学出版社编),98元

注:本刊 2001年一、二期邮购信息仍有效。

邮购办法:

① 按书定价汇款,免邮费。挂号发书,保证安全,发票随书寄,汇款时注明所购书名。

② 汇款地点:邮编:300070 天津市和平区蛇口道同发里底商 11号 金卫医学书店,电话:(022)23522444

③ 银行汇款:户名:天津市和平区金卫医学书店,开户行:天津市商业银行建业支行 帐号:065201080054611