

荔枝壳和核挥发性成分研究

乐长高¹, 付红蕾²

(1. 华东地质学院 应用化学系, 江西 抚州 344000; 2. 抚州地区人民医院, 江西 抚州 344000)

中图分类号: R 284. 1 文献标识码: A 文章编号: 0253 - 2670(2001)08 - 0688 - 02

荔枝 *Litchi chinensis* Sonn. 是无患子科植物, 产于我国福建、广东等地。它是一种营养较丰富的水果和药物。具有生津、益血、理气、止痛、治烦渴、胃痛、牙痛、外伤出血的功能; 而且荔枝壳具有治痢疾、血崩、湿疹功能; 荔枝核具有理气、止痛、治胃脘痛、疝气痛、妇女血气刺痛等功能^[1, 2]。其栽培和利用历史悠久, 为充分利用荔枝资源, 拓宽利用价值, 作者将对其进行系统的分析和研究。本文报道用气相色谱联用法(GC-MS)测定荔枝壳和核挥发性化学成分及其相对含量。

1 实验部分

1. 1 材料与仪器: 荔枝经抚州师范专科学校生物系鉴定, GC-MC 为美国 HP 公司生产的 GC-MSD 6890/ 5933。

1. 2 挥发性成分的提取: 将新鲜的荔枝壳和核晒干, 切成小块, 用水蒸气蒸馏后乙醚萃取, 干燥, 蒸去

乙醚, 放入冰箱密封保存备用。

1. 3 气相色谱与质谱联用法(GC-MS)测定条件

1. 3. 1 气相色谱条件: 汽化室温度 300 °C, 分流比 50 : 1; 程控升温: 50 °C 恒温 2 min, 10 °C/min 升温至 300 °C, 再恒温 30 min; 色谱柱: HP-5MS 柱, 0. 25 mm × 25 m; 进样量 1 μL。

1. 3. 2 质谱条件, 接口温度 300 °C, 离子源温度 230 °C, 四极杆温度 150 °C, 离子源电压 70 eV, 全扫描方式 15-550 道尔顿。

2 结果与讨论

将提取的挥发性成分加丙酮稀释, 经 GC-MS 测定, 在气相色谱上发现荔枝壳有 93 多个成分, 鉴别了其中 33 个成分; 荔枝核有 12 个成分, 鉴别了其中 9 个成分, 并用归一化法确定了各成分的相对含量。结果见表 1。

表 1 荔枝壳和核挥发性成分气-质联用分析结果 (%)

编号	化合物名称	百分含量		编号	化合物名称	百分含量	
		核	壳			核	壳
1	乙酸乙酯		10. 52	21	长叶烯醛		0. 93
2	乙二醇单甲醚		0. 27	22	十六酸	0. 75	1. 72
3	1, 3-戊二烯-5-炔		0. 16	23	邻苯二甲酸二丁酯		1. 73
4	1-甲基-2-丁醇		0. 12	24	十八酸		1. 52
5	1, 1-二乙氧基乙烷		0. 46	25	邻苯二甲酸 2-乙基乙酯		0. 24
6	3-甲氧基-1, 2-二丙醇		0. 19	26	三十烷		0. 15
7	3-甲基-2-戊酮		0. 11	27	戊酸乙酯		0. 12
8	甲基环己烷		0. 40	28	乙酸异戊酯		0. 09
9	2-乙氧基丁烷	0. 30	7. 95	29	甲氧基竣乙醛		0. 76
10	4-甲氧基-4 羟基-2-戊酮		1. 85	30	2-丁醇		0. 87
11	5-甲氧基戊醇		0. 91	31	1, 3, 3-三甲基-2, 3-二氢化吡啶		0. 12
12	壬醛		0. 27	32	十六酸甲酯		
13	1, 4-二甲氧基苯		0. 17	33	苯	1. 12	
14	1, 6-二甲基-4-(1-甲基乙烯基)-萘		0. 11	34	甲苯	0. 48	
15	N-苯基乙酰胺		0. 27	35	4-甲基-3-戊烯-2-酮	0. 91	
16	(-) 蓝桉醇		1. 59	36	苯甲酸	0. 97	
17	雪松醇	0. 68	0. 78	37	(E)-4-苯基 3-烯-2-酮	5. 36	
18	苯乙酸		1. 36	38	(E)-3-苯基-2-丙烯酸	46. 76	
19	长叶烯醛		1. 20				
20	3, 7-二甲醛-6-辛烯醇乙酸酯		2. 75				

收稿日期: 2000-05-22
作者简介: 乐长高(1967-), 男, 江西省抚州市人, 副教授, 硕士, 主要从事有机天然产物和有机合成的研究, 主持多项课题, 公开发表科技论文 30 多篇。

分析鉴别结果表明:荔枝壳的挥发性化学成分较多,含量分散,并有少数峰分辨较差,有些峰计算机质谱库检索不到,所以还有近 60 个峰有待进一步分析。荔枝核的挥发性化学成分较少,其中(*E*)-3-苯基-2-丙烯酸含量最高,含量高达 46.76%,(*E*)-4-苯

基-3-烯-2-酮含量也较高,含 5.36%。

参考文献:

- [1] 江苏新医药编. 中药大辞典(下)[M]. 上海:上海科学技术出版社,1944.
- [2] 王锦鸿. 新编常用中药手册[M]. 北京:金盾出版社,1997.

太行花化学成分的研究

王 皓,温远影*

(中国科学院北京植物研究所 植物化学研究室,北京 100093)

中图分类号:R 284.1

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2001)08-0689-02

太行花 *Taihangia rupestris* Yü et Li. 为蔷薇科太行花属植物,作为一个中国特有属种,残存于太行山东缘河南、河北境内^[1],被列为国家二级保护植物^[2]。民间用其治疗癣症^[3],对其化学成分未见报道。为了使这一濒危物种得到更加合理的保护与开发,我们开展了对太行花化学成分的研究,从其全草乙醇提取物分离得到 5 个化合物,经理化性质及光谱分析,分别确定为:β-谷甾醇(I)、熊果酸(II)、2α,3β-二羟基-熊果酸(III)、没食子酸(IV)、2α,3β-23-三羟基-齐墩果-12-烯-28-酸-β-D-吡喃葡萄糖酯苷(V),它们均是首次从该植物中获得。

1 仪器和材料

Thomas 型毛细管熔点仪(温度计未校正);EI MS-50 型质谱仪;Bruke 公司 DMX 300 型和 DMX 400 型核磁共振仪;Magna 750 型红外光谱仪。样品采自中国科学院北京植物研究所植物园,经本所张洁研究员鉴定。

2 提取与分离

太行花干燥全草 1.2 kg,粉碎后先用石油醚热回流得浸膏 31 g。再用 95% 乙醇冷浸两次得浸膏 136 g。将石油醚浸膏部分经硅胶柱层析分离,石油醚-乙酸乙酯梯度洗脱,得化合物 I(11 mg)。将乙醇提取物依次用氯仿、乙酸乙酯、正丁醇萃取,回收溶剂。氯仿部分经反复硅胶柱层析分离氯仿-甲醇梯度洗脱,得化合物 II(10 mg)和化合物 III(15 mg)。将乙酸乙酯部分用聚酰胺柱层析分离,依次用蒸馏水、25%、50%、70%、95% 乙醇,0.3% 氨水洗脱。其中

25% 至 50% 乙醇流份中得到化合物 V(6 mg),70% 乙醇流份得到化合物 IV(31 mg)。

3 鉴定

化合物 I:白色片状结晶(氯仿),mp 135 °C~136 °C, Liebermann-Burchard 反应阳性,与 β-谷甾醇标准品对照,TLC 检测(氯仿-甲醇,石油醚-乙酸乙酯等 3 种展开系统),样品与 β-谷甾醇 R_f 值及颜色完全一致,且混合后熔点不下降,故确定该结晶为 β-谷甾醇。

化合物 II:白色针状结晶(甲醇),mp 273 °C。MS 数据与熊果酸标准质谱对照一致^[4]。将样品与熊果酸和齐墩果酸标准品对照,在 TLC 上,样品与熊果酸 R_f 值及颜色完全一致,而且齐墩果酸的熔点为 308 °C~310 °C,熊果酸的熔点为 277 °C~278 °C,故可以推断该样品为熊果酸。

化合物 III:白色粉末状物质,mp 259 °C~261 °C。EI-MS: m/z 472(M⁺), 454(M⁺ - H₂O), 426, 408, 393, 375, 248(100%), 219, 203, 189, 133, 105, 95, 81, 69, 55, 43; ¹³CNMR (C₆D₅N) 数据见表 1; ¹HNMR (C₆D₅N) δ 5.2(1H, t), 3.1(1H, d, J=9 Hz), 3.8(1H, m)。将样品 ¹³CNMR 数据对照熊果酸一系列衍生物的 ¹³CNMR 数据^[4~6]可知,该化合物应为 2α,3β-二羟基-熊果酸。

化合物 IV:白色针状晶体(甲醇),mp 238 °C。将样品与没食子酸标准品对照,在 TLC 中,R_f 值完全一致,混合后熔点不下降,综合以上信息,可以认定该样品为没食子酸。

收稿日期:2000-05-27

作者简介:王 皓(1973-),男,籍贯:北京,研究实习员,硕士学位。研究方向:筛选具有潜在药用价值中国特有植物,从中分离提取有效化学成分。分析植物中抗氧化成分;从植物中寻找具有抗结核功效的化学成分。Tel:010-62591431-6202 E-mail:wang7772001@yahoo.com