

¹³C NMR数据与文献^[6]报道的 piceatannol-3'-O β -D-glucopyranoside一致。

薄层酸水解^[8]: 样品配成 1~2 mg/mL 甲醇溶液, 吸取 1~5 μ L 点于高效薄层板上, 待溶液挥干后, 将薄层板置于盛浓盐酸的烧杯中 (勿使薄层板浸入盐酸中), 以滤纸封盖烧杯, 将其置于 50 $^{\circ}$ C~60 $^{\circ}$ C 水浴中, 水解 60 min, 取出吹干, ① 检测糖时, 以氯仿-甲醇-水 (15:6:2) 下层 (每 mL 中加 2 滴冰醋酸) 为展开剂; 喷苯胺-邻苯二甲酸试剂, 于 105 $^{\circ}$ C 烘烤显色 ② 检测苷元时, 以石油醚-乙酸乙酯 (1:2), 于 365 nm 紫外灯下观察荧光。

致谢: 河北围场药材公司乔百成股长提供并鉴定了华北大黄原料; 中国医学科学院药物研究所代测核磁共振谱; 军事医学科学院仪器测试中心代测

质谱。

参考文献:

- [1] 吴征镒, 周太炎, 肖培根. 《新华本草纲要 (第三册)》[M]. 上海: 上海科技出版社, 1990.
- [2] 毛文山. 《中药真伪鉴别》[M]. 西安: 陕西科学技术出版社, 1986.
- [3] 珠海丽珠制药厂. 勒胖停 [J]. 中国新药杂志, 1992, 1(4): 37.
- [4] 洪秀芬, 汪师贞, 肉孜阿吉. 天山大黄治疗高脂血症疗效观察 [J]. 陕西中医, 1984, 5(2): 11.
- [5] 斯建勇. 天然蒽类化合物及其活性 [J]. 国外医学 植物药分册, 1991, 6(4): 155-156.
- [6] Yoshiki Kashiwada, Gen-chiro Nonaka, Itsuo Nishioka. Studies on Rhubarb (Rhei Rhizoma) VI. Isolation and characterization of stilbenes [J]. Chem Pharm Bull, 1994, 32(9): 3501-3517.
- [7] 李军林, 王爱芹, 李家实. 河套大黄非蒽醌类成分研究 [J]. 中草药, 1998, 29(11): 721-723.
- [8] 王升启, 马立人. 双向高效薄层色谱测定苷中糖链顺序 [J]. 中草药, 1989, 20(4): 11.

气相色谱-质谱分析黔产千里光挥发油的化学成分

周欣, 赵超, 杨小生

(贵州省中国科学院天然产物化学重点实验室, 贵州 贵阳 550002)

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2001)10-0880-02

千里光为菊科千里光属植物千里光 *Senecio scandens* Buch.-Ham., 分布在我国贵州、云南、广东、广西、江苏、浙江、安徽等省^[1], 资源十分丰富, 许多地方药志均有收载, 其带根的全草可供药用。千里光具有清热解毒、凉血消肿、清肝明目等功效; 主治疮疖肿痛、虫蛇咬伤、上呼吸道感染、扁桃体炎、咽喉炎、肺炎、眼结膜炎、痢疾以及骨髓造血功能障碍、脑炎、贫血等^[2], 是贵州省民间的地道药材^[1]。但是关于千里光的化学成分研究目前仅限于千里光水溶性物质中生物碱和黄酮的研究^[3-5]。千里光全草还含有少量的挥发油, 其化学成分的详细研究未见报道。我们用气相色谱-质谱对贵州省千里光全草的挥发油进行分析研究, 为进一步合理开发黔产千里光提供科学依据。

1 实验部分

1.1 千里光挥发油的提取: 采集贵州省贵阳市的千里光, 经贵阳急救中心陈实医生鉴定。取晒干千里光

带根全草切碎物 125 g, 用 70% 的乙醇回流浸提 2 次, 合并两次回流液并减压浓缩无乙醇味为止。在浓缩液中加水用水蒸气蒸馏, 至近干时, 再加入水用水蒸气蒸馏, 合并馏液, 用乙醚萃取两次, 除去乙醚, 获得具有特殊气味的黄绿色油状物 (含结晶) 1.4 g, 得油率为 0.12%。用于气相色谱-质谱分析。

1.2 仪器与实验条件: 仪器: HP6890/HP5973 GC/MS 联用仪 (美国惠普公司)。

气相色谱条件: 色谱柱为 HP-5M S 5% Phenyl Methyl Siloxane 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m 弹性石英毛细管柱。

柱温: 50 $^{\circ}$ C (1 min)~120 $^{\circ}$ C (4 $^{\circ}$ C/min), 120 $^{\circ}$ C~250 $^{\circ}$ C (6 $^{\circ}$ C/min), 恒温 10 min; 汽化室温度: 250 $^{\circ}$ C; 载气: 高纯 He (99.999%); 柱前压: 52.5 kPa; 载气流量: 1.0 mL/min; 进样量: 1 μ L (乙醚溶液); 分流比: 40:1。

质谱条件: 离子源: EI 源; 离子源温度: 230 $^{\circ}$ C;

收稿日期: 2000-12-13

作者简介: 周欣 (1962-), 女, 贵州贵阳人, 副教授, 硕士学位, 取得硕士学位后在贵州工业大学任教, 1998 年由国家留学基金委资助赴加拿大多伦多大学作访问学者一年, 回国后调入由贵州省和中国科学院联合共建的天然产物化学重点实验室, 多年从事《分析化学》《现代仪器分析》的教学工作及用现代仪器分析手段 (GC-MS, LC-MS, HPLC 等) 从事天然产物、药物分析和药物代谢的研究工作。Tel (0851) 3806327 E-mail zx@yahoo.com

四极杆温度: 150 °C; 电子能量: 70 eV; 发射电流: 34. 6 μ A; 倍增器电压: 1388 V; 接口温度: 280 °C; 溶剂延迟: 5 min; 质量范围: 10~ 550 amu

1.3 实验步骤: 定性分析: 取千里光挥发油 1 μ L (乙醚溶液), 用气相色谱-质谱联用仪分析鉴定, 通过 HP MSD 化学工作站检索 Nist 98 标准质谱图库和 WILEY 275 质谱图库, 并结合有关文献人工谱图解析^[5-7], 确认了千里光挥发油的各化学成分。

峰面积相对百分含量分析: 通过 HP MSD 化学工作站数据处理系统, 按峰面积归一化法进行计算求得化学成分在挥发油中的百分含量

2 结果与讨论

2.1 所认定的千里光挥发油中的 63 种化学成分及所得的各化学成分在挥发油中的峰面积相对百分含量列于表 1

2.2 在千里光挥发油中, 已鉴定出 6 种化合物, 占

表 1 黔产千里光挥发油的化学成分

序号	化合物	百分含量	序号	化合物	百分含量
1	对苯酯	0.08	33	β-石竹烯	0.34
2	3-环己烯-1-甲醇	1.99	34	α-石竹烯	0.24
3	β-蒎烯	0.07	35	β-金合欢烯	1.97
4	4-己烯酸	0.03	36	香橙烯	0.27
5	对聚伞素	0.12	37	γ-杜松烯	0.73
6	苯甲醇	0.32	38	吉马烯 D	2.07
7	苯乙醛	0.73	39	4-羟基-苯乙酸甲酯	0.58
8	γ-蒎品烯	0.20	40	α-金合欢烯	0.51
9	顺-芳樟醇氧化物	0.64	41	α-紫穗槐烯	1.49
10	芳樟醇	1.43	42	顺-γ-红没药烯	1.02
11	1-蒎品醇	0.32	43	2,6-二叔丁基对甲酚	0.51
12	龙脑	0.46	44	δ-杜松烯	0.97
13	L-4-蒎品醇	2.29	45	杜松-1,4-二烯	0.32
14	对-聚伞-8-醇	0.14	46	α-卡拉烯	0.33
15	十二烷	3.68	47	4-羟基-苯乙酸乙酯	0.63
16	蒎品烯-3-醇	0.08	48	石竹稀氧化物	0.47
17	4-乙烯基苯酚	5.87	49	γ-紫穗槐醇	1.31
18	甲基乙基马来先亚胺	0.20	50	细辛脑	1.13
19	α-蒎品烯	0.13	51	新植二烯	1.37
20	香叶醇	0.39	52	6,10,14-三甲基-2-十五烷酮	1.15
21	2-甲基-十二烷	0.24	53	3,7,11,15-四甲基-2-十六碳稀-1-醇	0.49
22	3-甲基-十二烷	0.16	54	14-甲基-十五烷酸甲酯	0.56
23	十三烷	4.86	55	异植醇(异叶绿醇)	0.87
24	2-甲氧基-4-乙烯基苯酚	0.77	56	十六烷酸	6.41
25	1,4-对-萘二烯-7-醇	0.21	57	十六烷酸乙酯	1.13
26	δ-榄香烯	0.32	58	[Z,Z]-9,12-十八碳二烯酸甲酯	0.33
27	丁子香酚	0.17	59	[Z,Z,Z]-9,12,15-十八碳三烯酸甲酯	0.42
28	环萨替文	0.32	60	植醇(叶绿醇)	10.85
29	α-依兰烯	0.39	61	[Z,Z]-9,12-十八碳二烯酸	3.07
30	玳瑁烯	0.33	62	[Z,Z,Z]-9,12,15-十八碳三烯酸	2.39
31	β-榄香烯	0.29	63	亚油酸乙酯	1.35
32	十四(碳)烷	2.24			

挥发油总量的 74.75%, 主要为萜类化合物、脂肪族化合物和芳香族化合物等。萜类化合物是存在于植物界的一类化合物, 其生物活性是多方面的, 并且是某些中药的主要有效成分。如在千里光挥发油中的主要萜类化合物石竹烯、芳樟醇、蒎品醇、香叶醇、榄香烯、龙脑等活性有效成分, 分别具有镇痉、平喘、抗菌、抗病毒、驱虫等作用^[7]; 某些芳香族化合物如: 丁子香酚、对聚伞素具有抗菌、杀虫、杀真菌作用^[7]; 千里光挥发油中的植醇可作为合成维生素 K₁ 和维生素 E 的原料。通过对千里光挥发油含量和有效成分的分析评价, 对开发利用千里光资源在创制中成药新品种

天然香料及综合利用等方面提供了科学依据

参考文献:

[1] 江苏新医学院编. 中药大辞典 [M]. 上册. 上海: 科技出版社, 1986.
 [2] 《全国中草药汇编》编写组. 全国中草药汇编 [J]. 上册. 北京: 人民卫生出版社, 1996.
 [3] 程卫强, 隋长惠, 张红, 等. 羽叶千里光黄酮类成分研究 [J]. 中草药, 1999, 30(10): 727-729.
 [4] 程东亮, 曹小平. 额河千里光中吡咯型生物碱的分离鉴定及相对含量的测定 [J]. 中草药, 1992, 23(6): 286-288.
 [5] 赵树年, 陈于澍, 谢金伦. 萜类化合物大全 (上、下卷) [M]. 昆明: 云南科技出版社, 1987.
 [6] 丛浦珠编. 质谱学在天然有机化学中的应用 [M]. 北京: 科学出版社, 1987.
 [7] 国家医药管理局中草药情况中心站编. 植物药有效成分手册 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1986.