

, EIMS(70 eV, m/z): 414( $M^+$ ), 397( $M^+ - OH$ ), 396( $M^+ - H_2O$ ), 382(395-17), 316( $M^+ - C_7H_{14}$ ), 276, 255, 163, 145, 138, 123, 120, 119, 105, 69, 55; 其 IR 及 TLC 的 R<sub>f</sub> 值与  $\beta$ -谷甾醇标准品 R<sub>f</sub> 值一致。  
化合物: 无色针状结晶(石油醚), mp 196 ~ 198, EIMS(70 eV, m/z, %): 462[ $M$ ]<sup>+</sup>(25), 218(100), 173(5), 161(6), 147(9), 133(14), 109(15), 55(35) 以上数据与  $\beta$ -香树脂素标准品值相同。

## 参考文献:

- [1] 全国中草药汇编编写组. 全国中草药汇编[M]. 上册. 北京: 人民卫生出版社, 1982.  
[2] Maurizio B, Giuseppe S, Francisco F G, et al. Diterpenoids from *Salvia greggii* [J]. Phytochemistry, 1986, 25(2): 475-

477.  
[3] Agrawal P K, Bishnoi V, Anil K S. NMR chemical shift correlations in 16, 17-dihydroxy kauranoids: implication for stereo-chemical assignments [J]. Phytochemistry, 1995, 39(2): 929-930.  
[4] Tanaka R, Ohtsu H, Matsunaga S. Abietane diterpene acids and other constituents from the leaves of *Larix kaempferi* [J]. Phytochemistry, 1997, 46(6): 1051-1057.  
[5] Quijano L, Calderon J S, Gomez F, et al. Diterpenes from *Saevia monardaefolia* [J]. Phytochemistry, 1982, 21: 1369-1371.  
[6] Eckhard W. New flavonoids from *Betula nigra* [J]. Phytochemistry, 1977, 16: 295.  
[7] Amalia G V. Methylated flavonols in *Larrea cuneifolia* [J]. Phytochemistry, 1972, 11: 2821-2826.  
[8] 赵树年, 陈于澍, 谢金伦, 等. 萜类化合物大全[M]. 下卷. 云南: 云南科技出版社, 1999.

## 中成药保济丸挥发性化学成分的研究

杨定乔<sup>1</sup>, 曾和平<sup>1</sup>, 曾志<sup>1</sup>, 赖小平<sup>2</sup>, 孟少凌<sup>1\*</sup>

(1. 华南师范大学 化学系, 广东 广州 510631; 2. 广州中医药大学, 广东 广州 510405)

**摘要:** 目的 为了改变中成药羊城“保济丸”的剂型, 我们对羊城“保济丸”和香港“保济丸”的挥发性化学成分进行比较研究。方法 应用超声波提取技术分别提取中成药羊城“保济丸”和香港“保济丸”的化学组分, 采用气相色谱-质谱联用法鉴定化学成分。通过标准图谱对照确定化合物。峰面积归一化法计算相对百分含量。结果 鉴定出羊城“保济丸”24 种化合物, 香港“保济丸”20 种化合物。结论 羊城“保济丸”倍半萜内酯相对百分含量多于香港“保济丸”, 而倍半萜醇类、倍半萜类相对百分含量少于香港“保济丸”。

**关键词:** 羊城保济丸; 香港保济丸; 超声波提取; GC-MS

中图分类号: R284.1 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2001)12-1065-03

### Studies on volatile constituents in Chinese medicinal preparation “Pao Chai Pill”

YANG Ding-qiao<sup>1</sup>, ZENG He-ping<sup>1</sup>, ZENG Zhi<sup>1</sup>, LAI Xiao-ping<sup>2</sup>, MENG Shao-ling<sup>1</sup>

(1. Department of Chemistry, South China Normal University, Guangzhou Guangdong 510631, China; 2. Guangzhou University of TCM, Guangzhou Guangdong 510405, China)

**Abstract:** **Object** To study the volatile constituents in the TCM preparation “Pao Chai Pill” made in Yangcheng (Guangzhou) (YPCP) in comparison with that made in Hongkong (HPCP) to gain some insight for the renewal of YPCP to a new dosage form. **Methods** The volatile constituents were extracted with the aid of ultrasonic wave in organic solvent, and identified by GC-MS and elucidated on the standard MS data. Their relative contents in percentage were calculated by area normalization. **Results** 24 and 20 volatile constituents were identified in YPCP and HPCP respectively. **Conclusion** YPCP showed more rich in sesquiterpene lactones but less sesquiterpenes and sesquiterpene alcohols than HPCP.

**Key words:** Yangcheng Po Chai Pills (YPCP); Hongkong Po Chai Pills (HPCP); supersonic waves extraction; GC-MS

\* “Po Chai Pill” is one of the three outstanding TCM preparation of Guangdong Province containing 16 herbal drugs popular for its actions to expel exterior syndrome, remove interior dampness and protect the integrity of the body.

收稿日期: 2001-01-09

基金项目: 广东省重点科技攻关项目资助

作者简介: 杨定乔(1958-), 男, 湖北黄梅人, 华南师范大学化学系副教授, 留学回国人员, 硕士研究生导师。主要从事杂环药物合成和药物化学研究工作。 E-mail: ydqiao@21cn.com

中成药羊城“保济丸”是广东省的名优产品,是广东省中成药三大宝(保济丸、十滴水、清凉油)之一,属于国家二级中药保护品种。中成药“保济丸”功能主治为:解表、去湿、和中。适宜于腹痛、噎食暖酸、恶心呕吐、肠胃不适、消化不良、舟车晕浪、四时感冒、发热头痛<sup>[1]</sup>。羊城保济丸处方为钩藤、木香、葛根、白芷、菊花、苍术、茯苓、薏苡仁、蒺藜、天花粉、薄荷、神曲、厚朴、广藿香、化橘红、谷芽共16味中药。而香港保济丸处方中应用赤石脂,菊花采用野菊花,删除钩藤和蒺藜,其它的相同,共15味中药。

传统中成药由于“黑、大、粗”,疗效不稳定是制约中成药质量的核心问题。为了改进传统的中成药羊城“保济丸”的剂型,我们对中成药羊城“保济丸”和香港“保济丸”进行挥发性化学成分的基础性研究,以便为羊城“保济丸”制药工艺改变剂型提供理论依据。为科学地控制羊城“保济丸”的疗效提供化学指标。经文献检索表明,“保济丸”的研究亦较少,只有两篇研究论文。

我们应用超声波提取技术,用有机溶剂分别提取两种产地“保济丸”的化学成分,通过采用气相色谱-质谱(GC-MS)联用法分析挥发性化学成分。将所得离子流色谱图经解析,计算机检索及核对标准图谱,确定出各个主要色谱峰的定性和定量结果。并用峰面积归一化法测定了各组分的相对百分含量。

## 1 实验材料

中成药羊城“保济丸”由羊城药业股份有限公司提供,批准文号:粤卫药准字(1994)第119009号。香港“保济丸”由香港李众胜堂药厂提供,按卫药中发(1998)第193号文。

## 2 仪器和实验条件

仪器为英国Platform GC-MS联用仪(英国Micromass公司生产)。气相色谱采用HP-5毛细管柱30 m×0.25 mm,柱温60,恒温5 min后以

3/min升到240,再以23/min升到290。载气为氦气(He),柱前压106.95 KPa,分流比20:1,进样量1 μL,质谱仪分辨率1 000,电离方式EI,电离能量70 eV,离子源温度180,发射电流200 mA,扫描范围(m/z)50~600 amu。质谱数据库:NIST Mass Data Base(1994)。

## 3 提取及分析

分别取两种产地“保济丸”各3.0 g碾碎,得60~100目的颗粒。各加入30 mL苯,放入100 mL圆底锥形瓶中,用超声波振荡提取4 h<sup>[2]</sup>。然后水浴加热进行蒸馏浓缩除去苯,得黄色油状提取液。羊城“保济丸”为0.063 3 g,提取率为2.1%;香港“保济丸”为0.147 0 g,提取率为4.9%。各取10 mg黄色油状物,用10 mL环己烷溶解,过滤除去不溶物,用气相色谱-质谱(GC-MS)联用仪进行分析<sup>[3,4]</sup>。

## 4 结果与讨论

根据气相色谱-质谱总离子流色谱图,将各离子流色谱峰经解析、计算机检索及核对标准质谱图,鉴定出羊城“保济丸”挥发性化学成分24种化合物(见表1),香港“保济丸”挥发性化学成分20种化合物(见表2),以峰面归一化法计算出有关组分的相对百分含量。

### 4.1 羊城“保济丸”挥发性化学成分

4.1.1 烃类共鉴定了8种,约占总相对含量55%。主要是倍半萜烃、高级烷烃、高级烯烃类等。主要成分有广藿香烷、十八烷、香附烷、十九烷、十八碳三烯、十四碳烯、二十五烷、三十五烷等。

4.1.2 醇类共鉴定了8种,约占总相对含量11%。主要是单萜醇、倍半萜醇类等。主要成分有苍术醇、β-桉油醇、广藿香醇、α,β-二苯基-β-1H-咪唑-乙醇、薄荷醇、豆甾-7-烯-3-醇、羽扇醇、α-香树素等。

4.1.3 酯类共鉴定了8种,约占总相对含量15%。主要是倍半萜脂类等。主要成分有木香内酯、脱氢木

表1 羊城“保济丸”挥发性化学成分GC-MS分析结果

峰号	化合物名称	相对含量(%)	峰号	化合物名称	相对含量(%)
1	苍术醇	0.54	13	1,11(E),13(Z)-十八碳三烯	30.63
2	β-桉油醇	2.69	14	7-十四碳烯	20.44
3	广藿香醇	4.90	15		0.36
4	广藿香烷	0.29	16	薄荷醇	0.31
5	十八烷	0.27	17	二十五烷	0.32
6	香附烷	2.69	18	邻-苯二甲酸二异庚酯	0.22
7	十九烷	0.26	19	三十五烷	0.42
8	α,β-二苯基-β-1H-咪唑-1-乙醇	2.33	20	2-溴-1-(4-甲基苯)-乙醇	0.24
9	木香内酯	2.33	21	豆甾-7-烯-3-醇	0.55
10	十六酸	10.83	22	α-香树素	0.46
11	脱氢木香内酯	12.14	23	乌苏-12-烯	0.76
12	1-碘-2-甲基-十一烷	0.53	24	羽扇醇	1.17

表 2 香港“保济丸”挥发性化学成分 GC-MS 分析结果

峰号	化合物名称	相对含量(%)	峰号	化合物名称	相对含量(%)
1	3(Z), 8-壬二烯-2-酮	0.13	11	苍术醇	13.22
2	$\beta$ -广藿香烯	0.37	12	$\beta$ -桉油醇	16.86
3	$\alpha$ -广藿香烯	0.31	13	5-(3,3-二甲基)-2-异丙基氧化乙烯-4-戊炔-2,3-二烯	0.37
4	香木兰烯	0.53	14	木香内酯	2.48
5	3,7,7-三甲基-11-亚甲基螺[5,5]-十一碳-2-烯	0.14	15	$\alpha$ - $\beta$ -二苯基-1H-咪唑-1-乙醇	0.80
6	1-乙炔基-1-甲基-2-(1-甲基乙炔基)-4-(1-甲基亚乙基)环己烷	1.96	16	十六酸	0.81
7	2,6,6,9-四甲基双环[5,4,0]-2,8-十一碳-2-烯	1.16	17	8-乙炔基-5-亚甲基-2-萘烯甲醇	11.18
8	愈创木烯	0.78	18	10-十八炔酸甲酯	0.92
9	双卡烯	0.26	19	9(Z)-十八碳烯醛	2.17
10	异愈创木醇	1.60	20	马蔡雌(甾)酮	28.07

香内酯等。其它的还有碘代烷、芳酮等。

#### 4.2 香港“保济丸”挥发性化学成分

4.2.1 烃类共鉴定了 8 种, 约占总相对含量 5.5%。主要是倍半萜烯类等。主要成分有  $\alpha$ -广藿香烯、 $\beta$ -广藿香烯、香木兰烯、愈创木烯、双卡烯、螺环烯等。

4.2.2 醇类共鉴定了 6 种化合物, 约占总相对含量 44%。主要以倍半萜醇类为主。主要成分有苍术醇、 $\beta$ -桉油醇、异愈创木醇。其它的醇如 8-乙炔基-5-亚甲基-2-萘烯甲醇等。

4.2.3 酯类约占总相对含量 3%。主要成分有木香内酯等。

4.2.4 甾体化合物约占总相对含量 28%。主要成分有马蔡雌(甾)酮。

4.2.5 其它的还有醛类、羧酸类等。

通过对羊城“保济丸”与香港“保济丸”挥发性化

学成分研究比较, 可以看出香港“保济丸”化学成分倍半萜醇类相对含量高, 甾体化合物含量高, 占的比例大。而主要药效部分木香内酯相对含量低。羊城“保济丸”倍半萜醇类相对含量低, 但烃类部分相对含量高, 主要药效部分木香内酯和脱氢木香内酯相对含量较高<sup>[5]</sup>。

致谢: 中国科学院广州地球有机化学研究所副研究员向同寿对样品的协助测定。

#### 参考文献:

- [1] 张丹, 肖柳英, 李浩亮, 等. 保济丸的药理作用研究[J]. 中药新药与临床药理, 1998, 9(4): 212.
- [2] 黄保民. 中药提取分离工艺中高新技术应用的进展[J]. 中医研究, 1998, 11(5): 56-59.
- [3] 孙启良, 卫永第, 杨雨东, 等. GC-MS 法分析独角莲叶挥发油[J]. 中国药学杂志, 1995, 30(9): 572.
- [4] 吉力, 徐植灵, 潘炯光, 等. 栀子果实挥发油的 GC-MS 分析[J]. 中国药学杂志, 1993, 28(7): 398-400.
- [5] 朱兆仪, 刘国声. 国产木香类中药[J]. 中草药, 1980, 11(11): 507-509.

## 金龙胆草萜类成分的研究

苏艳芳<sup>1</sup>, 果德安<sup>\*1</sup>, 孙绵思<sup>1</sup>, 郑俊华<sup>1</sup>, 刘建生<sup>2</sup>, 杨世林<sup>3\*</sup>

(1. 北京大学药学院, 北京 100083; 2. 四川峨眉健康药物研究所, 四川峨眉山市 610037; 3. 中国医学科学院药用植物研究所 北京 100094)

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2001)12-1067-02

金龙胆草为菊科白酒草属植物苦蒿 *Conyza blinii* Lévl. 的干燥地上部分, 分布于我国西南地区。系 70 年代四川省发掘的民间草药, 具有清热解毒、消炎祛痰、止咳平喘之功效, 用于慢性气管炎、胃肠炎、肾炎、肝炎、痢疾、口腔炎、中耳炎、风火牙痛、湿疹、痔疮、外伤出血、烫火伤及牲畜创伤。金龙胆草

及其制剂在《中国药典》1997 年版一部及《四川省药品标准》中收载<sup>[1]</sup>。我们对金龙胆草黄酮类成分、萜类成分、皂苷类成分等进行了系统的研究, 本文报道对金龙胆草萜类成分的研究结果。作者从金龙胆草中分离得到 7 个萜类化合物, 其中 5 个为三萜类化合物, 2 个为二萜类化合物, 经理化性质和光谱数据

\* 收稿日期: 2000-11-06

作者简介: 果德安, 山东郓城人, 北京大学药学院教授, 博士生导师。1990 年在北京医科大学获博士学位, 1993~1996 年在美国德州理工大学做博士后研究。主要从事中药活性成分及其生物转化研究。E-mail: gda@mail.bjmu.edu.cn

\* 通讯联系人