

- [5] Terasaka M, Narahashi K, Tomikawa Y. Alkaloids of the root-bark of *Oriza japonica* Thunb. X. Isolation of nor-orixine [J]. *Chem Pharm Bull*, 1960, 8(12): 1142-1143.
- [6] Yajima T, Kato N, Munakata K. Isolation of insect anti-feeding principles in *Oriza japonica* Thunb. [J]. *Agric Biol Chem*, 1977, 41(7): 1263-1268.
- [7] Ke H H, Luckner M, Reisch J. Japonin, 1-methyl-2-phenyl-3, 6-methoxy-4(1H)-quinoline, a new alkaloid from *Oriza japonica* [J]. *Phytochemistry*, 1970, 9(10): 2199-2208.
- [8] Obata T. Studies on the alkaloids of the fruits from *Oriza japonica* [J]. *Yakugaku Zasshi*, 1939, 59, 145-151.
- [9] Ruegger A, Stauffacher D. Lunidine and lunidonine, two new alkaloids from *Lunasia amara* var. *repanda* [J]. *Helv Chim Acta*, 1963, 46(6): 2329-2336.
- [10] Brown N M D, Grundon M F, Harrison D M, et al. Quinoline alkaloids-XXI. The  $^{13}\text{C}$ -NMR spectra of hemiterpenoid quinoline alkaloids and related prenylquinolines [J]. *Tetrahedron*, 1980, 36(24): 3579-3584.
- [11] Vaquette J, Hifnawy M S, Pousset J, et al. Alcaloides d'araliopsis soyau XI. isolement d'un nouvel alcaloïde, l'araliopsine [J]. *Phytochemistry*, 1976, 15(5): 743-745.
- [12] Higa T, Scheuer J. Alkaloids from *Pelea barbigera* [J]. *Phytochemistry*, 1974, 13(7): 1269-1272.
- [13] Funayama S, Murata K, Nozoe S. Quinoline alkaloids from *Oriza japonica* [J]. *Phytochemistry*, 1994, 36(2): 525-528.
- [14] Assem E M, Benages I A, Albonico S M. Further alkaloids from bark of *Fagara mayu* [J]. *Planta Med*. 1983, 48(2): 77-80.

## 固相微萃取气质联用分析马樱丹花的挥发性化学成分

高泽正<sup>1,2</sup>, 吴伟坚<sup>1\*</sup>, 吴建雄<sup>3</sup>, 梁广文<sup>1\*</sup>

(1. 华南农业大学资源与环境学院, 广东 广州 510642; 2. 中国科学院华南植物园, 广东 广州 510520;

3. 香港理工大学 香港)

马樱丹 *Lantana camara* L. 又名三星梅、广叶美人樱、五色绣球、变色草、龙船花、五龙兰、如意草、臭草、五彩花、五雷丹、五色梅。为马鞭草科小灌木, 其根、叶、花可药用。有清热解暑、散结止痛、驱风止痒等功效, 可治疟疾、感冒、淋巴结核、腮腺炎、风湿骨痛、皮肤痒等症<sup>[1]</sup>。前人已报道了其根及枝叶的化学成分<sup>[1,2]</sup>, 但花的化学成分未见报道。探讨其化学成分, 为更好地开发利用这一药物资源, 笔者采用固相微萃取 (SPME) 这一新兴的样品前处理技术, 该技术特点是用涂有高分子固相涂层的萃取纤维吸附样品中的有机物, 再结合气相色谱进样技术将被吸附的物质解吸后鉴定。该技术集采样、萃取、浓缩、进样于一体, 大大提高了对挥发性样品化学成分的检测能力。

### 1 材料与方 法

1.1 材料: 实验用的鲜花采自广州市华南植物园内山坡上野生的马樱丹, 经作者鉴定。

1.2 仪器: 手动 SPME 进样器装置, 美国 Supelco 公司制造, 100  $\mu\text{m}$  聚二甲基硅氧烷 (PDMS) 萃取头; 岛津 GC 17A-QP5000 GC/MS 联用仪, 日本岛津公司制造。

1.3 样品处理: 先将固相微萃取的萃取头在气相色

谱的进样口上老化, 老化温度为 250  $^{\circ}\text{C}$ , 载气体积流量为 0.8 mL/min, 老化时间为 10 min。取 10 朵新鲜的马樱丹花置于 150 mL 的样品瓶中, 盖上盖子, 28  $^{\circ}\text{C}$  恒温, 将固相微萃取的萃取头通过瓶盖的橡皮垫插入到样品瓶中, 推出纤维头, 注意不要使萃取头碰到花瓣, 吸附 30 min, 随后抽回纤维头, 从样品瓶上拔出萃取头, 于 250  $^{\circ}\text{C}$  解吸 1 min, 抽回纤维头后拔出萃取头, 同时启动仪器采集数据。

1.4 实验条件: 色质联用仪条件: 色谱柱为 DB-1 (30 m $\times$ 0.25 mm) 石英弹性毛细柱。柱温采用程序升温: 50  $^{\circ}\text{C}$  (2 min)  $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  250  $^{\circ}\text{C}$  (10 min), 进样口温度: 250  $^{\circ}\text{C}$ , 界面温度: 230  $^{\circ}\text{C}$ , 电子能量: 70 eV, 扫描范围: 29~410 amu, 检测器电压: 1.2 kV, 柱前压: 50 kPa, 总流量: 15 mL/min。

### 2 结果与讨论

通过计算机 NIST98 (13 万张谱) 检索谱库自动检索, 并核对有关资料。鉴定马樱丹花挥发性物质中含有 26 种化学成分, 结果见表 1, 并用面积归一化法测定其相对百分含量。其中主要成分是衣兰油烯、子丁香烯、大牻牛儿烯-D, 这三种成分的体积分数分别为 14.5%、14.42%、14.59%, 其中 3,7,11-三甲基-2,6,10-十二碳三烯-1-醇是麝油醇, 可能是一

\* 收稿日期: 2004-04-06

基金项目: 广东省自然科学基金资助项目 (No. 021031)

\* 通讯作者 E-mail: weijwu@scau.edu.cn

表 1 马樱丹花挥发性成分  
Table 1 Volatile oil of *L. camara*

峰号	化合物	体积分 数/%	峰号	化合物	体积分 数/%
1	桉油醇	0.63	14	1,2,3,4,5,6,7,8-八氢-1,4-二甲基-7-(1-甲基乙烯基)萘	0.29
2	反-β松油基丁烯酸	0.45	15	雪松(藜)烯	0.52
3	3,7-二甲基-1,3,7-辛三烯	1.44	16	子丁香烯	14.42
4	1-甲基-4-(甲基乙基)1,4环己二烯	0.36	17	3,7,11-三甲基-2,6,10-十二碳三烯-1-醇	1.21
5	6-乙基四氢-2,2,6-三甲基-2H-吡喃-3-醇	0.28	18	1,2,3,4,4a,5,6,8a-八氢-7-甲基-4-亚甲基-1-(1-甲基乙基)萘	1.10
6	4-(2-羟基-2,6,6-三甲基环己烯基)丁烯酮	0.80	19	大牻牛儿烯-D	14.59
7	4-乙烯基-4-甲基-3-(1-甲基乙基)-1-(1-甲基乙基)环己烯	12.94	20	1-乙烯基-1-甲基-2,4-顺-(1-甲基乙基)环己烯	0.72
8	α-葑烯	0.42	21	α-新子丁香烯	0.38
9	古巴烯	9.06	22	异香树烯	3.87
10	1a,2,3,5,6,7,7a,7b-八氢-7-甲基-1H-环丙烷基[a]萘	3.84	23	4,11,11-三甲基-8-亚甲基-二环[7.2.0]十一碳-4-烯	0.34
11	1a,2,3,4,4a,5,6,7b-八氢-1,1,4,7-四甲基-1H-环丙烷基[a]萘	0.36	24	1,2,3,5,6,8a-六氢-4,7-二甲基-1-(1-甲基乙基)萘	3.49
12	衣兰油烯	14.50	25	γ-榄香烯	0.44
13	十氢-4,8,8-三甲基-9-亚甲基-1,4-桥亚甲基萘	11.27	26	3-(4,8-二甲基-3,7-壬二烯基)呋喃	2.29

种抗代谢物,以阻止胆甾醇的生物合成。

References:

[1] Pan W D, Mai L T, Li Y J, et al. Studies on chemical constituents of the leaves of *Lantana camara* L. [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1993, 28(1): 35-39.

[2] Liu S Q, Jia Z H. Studies on the bioactivity and chemical compounds of the extra volatile oils of *Lantana camara* L. [J]. *Guihaia* (广西植物), 2002, 22(2): 185-188.

[3] Li Z R, Qiu M H, Li H. The chemical constituents of the essential oil in *Elsholtzia bodinieri* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2002, 33(12): 1069.

## 通光藤中脂溶性成分的 GC-MS 分析

邢旺兴<sup>1,3\*</sup>, 张玉荣<sup>2</sup>, 陈 斌<sup>3</sup>, 宓鹤鸣<sup>3</sup>, 吴玉田<sup>3\*</sup>

(1. 中国人民解放军第 117 医院 药剂科, 浙江 杭州 310013; 2. 上海市公安局刑事科学技术研究所, 上海 200082; 3. 第二军医大学药学院, 上海 200433)

通光藤 *Marsdenia tenacissima* (Roxb.) Wight et Arn. 是萝藦科牛奶菜属植物, 主产于云南; 性味苦、微寒, 具有消炎、清热解毒、止咳平喘、散结止痛等功效。传统用于痰咳嗽喘, 主治气管炎、支气管哮喘<sup>[1]</sup>。曾收载于《云南省药品标准》和《中华人民共和国药典》; 具有免疫调节、保肝利尿、败毒抗癌等作用; 对胃癌、肝癌等多种肿瘤具有确切的抗肿瘤疗效, 是一种很有前途的抗肿瘤中药<sup>[2,3]</sup>。通光藤含有多种甾体酯苷、生物碱、有机酸、多糖、树脂及色素等化学成分<sup>[4,5]</sup>, 但反映通光藤临床功效与药理作用的有效成分尚有待进一步明确。为寻找通光藤的抗肿瘤活性成分, 笔者以现有制剂消癌平注射液为对照, 采用 MTT 法和稻瘟霉法双重体外抗癌药物筛选模型<sup>[6,7]</sup>, 进行了活性初步筛选, 发现乙醚部位的细胞毒活性要明显强于石油醚部位<sup>[8]</sup>。因此, 为了解不同

化学部位之间的药理活性差异的物质基础, 进行了石油醚部位和乙醚部位的 GC-MS 分析, 结果如下。

### 1 材料

于 2000 年 6 月自云南昆明市医药药材公司购得通光藤药材, 经宓鹤鸣教授鉴定为萝藦科植物通光散 *M. tenacissima* (Roxb.) Wight et Arn. 的藤、茎。经热提法获得乙醇总浸膏, 以水混悬, 依次用石油醚、乙醚萃取获得通光藤的石油醚部位和乙醚部位, 待测。

### 2 方法

2.1 仪器: 美国 Finnigan Voyager 气相色谱-质谱联用仪。

2.2 GC-MS 分析条件: HP-5 石英毛细管色谱柱 (30 m × 0.25 mm, 0.25 μm); 柱温: 70 °C (保持 2 min), 300 °C (保持 10 min), 升温速度 15 °C/min;

\* 收稿日期: 2004-04-28

基金项目: 全军医学科重点课题基金 (01Z064): 中药质量控制现代化研究

\* 通讯作者 Tel: (0571) 87348914 Fax: (0571) 87348822 E-mail: xxy9903@hotmail.com