

北葶苈子中挥发油及脂肪油类成分的研究

赵海誉, 王秀坤, 陆景珊

(北京中医药大学中药学院, 北京 100102)

北葶苈子系十字花科独行菜属植物独行菜 *Lepidium apetalum* Willd. 的干燥成熟种子, 具有泄肺平喘、利水消肿的功用^[1]。目前对其成分研究的较少, 曾分得的成分有异硫氰酸苜酯、白芥子苷、芥子苷、脂肪油和糖类。有报道其中尚含有强心苷类成分伊夫单苷^[2]。为深入研究开发该中药, 作者对其挥发油和脂肪油成分进行了提取和衍生化处理, 并用 GC-MS 联用技术对其挥发油和脂肪油组成进行测定, 用面积归一化法计算了各成分的质量分数。

1 材料和方法

1.1 材料: 北葶苈子采自北京郊区, 北京中医药大学鉴定教研室王秀坤教授鉴定为十字花科植物独行菜 *Lepidium apetalum* 的干燥成熟种子。

1.2 方法

1.2.1 种子挥发油的提取: 将北葶苈子 100 g 置挥发抽提取器中进行水蒸气蒸馏 1 次, 得率为 0.15%, 用乙醚萃取, 醚层经无水硫酸钠干燥后, 密封, 避光, 冷藏, 备用。

1.2.2 挥发油成分分析: 采用 Thermo-Finnigan, Trace GC-Trace DSQ 仪器。GC 条件: 选用 Agilent DB-5 型石英毛细管柱, 柱温 80 °C, 恒温 1 min, 5 °C/min 升至 300 °C, 保持 5 min。载气 He, 体积流量 1 mL/min。柱前压 60 kPa, 分流比 20:1, 进样量 0.6 μL。MS 条件: EI 离子源, 电子能量 70 eV, 全波长扫描, 离子源温度 150 °C。

1.2.3 种子脂肪油的提取及衍生化处理: 北葶苈子 100 g, 粉碎后用石油醚 (60~90 °C) 提取至完全, 得棕黄色油状物 11 g, 用 20% KOH 乙醇液回流加热 3 h, 蒸尽乙醇, 放冷, 加入少量水后, 用乙醚抽提出不皂化物, 乙醚液用水洗至中性, 无水硫酸钠干燥, 分离出不皂化物及混合脂肪酸。取混合脂肪酸 1 g, 加入 20 mL 甲醇, 2 mL 浓盐酸水浴回流 1 h, 按文献法得脂肪酸甲酯化物^[3]。

1.2.4 脂肪油成分分析: 采用 Thermo-Finnigan, Trace GC-Trace DSQ 仪器。GC 条件: 色谱柱 Agi-

lent DB-5 毛细管柱 (30 m×0.25 mm, 0.25 μm), 气化室温度 280 °C, 柱温 50~280 °C, 6 °C/min, 进样口温度 280 °C, 载气高纯氮气 (99.99%), 体积流量 1 mL/min, 分流进样 1:20, 离子源温度 200 °C, 进样量 1 μL; MS 条件: 加速电压 4 kV, EI 离子源, 电子能量 70 eV, 扫描速度 500 amu/s, 扫描质量数 40~600。

2 结果

2.1 挥发油化学成分分析: 经 GC-MS 仪分析, 将得到的质谱图经计算机检索并与标准图谱对照, 用面积归一化法测出它们的质量分数, 共鉴定出其中的 17 种化合物, 占到流出物总量的 97.64%。结果见表 1。

表 1 独行菜种子挥发油化学成分

Table 1 Volatile oil from *Semen Lepidii*

峰号	化合物	质量分数/%
1	苯甲醛	0.89
2	苜硫醇	0.24
3	十一烷烃	0.02
4	苯乙腈	84.87
5	5-甲硫甲基戊腈	6.25
6	苯丙腈	0.18
7	硫氢酸苜酯	0.20
8	1-苯甲基-1-吡咯	0.02
9	苯乙醛	0.04
10	苯氧甲基苯	0.02
11	2,4-二叔丁基苯酚	0.24
12	4-甲氧基-6-(2-丙烯基)-1,6-苯并间二氧杂环戊烯	0.13
13	6,10,14,三甲基-2-十五酮	0.03
14	邻苯二甲酸二丁酯	0.03
15	二苯甲基二硫醚	3.17
16	9,12,15-十五碳三烯酸乙酯	0.20
17	二苯甲基三硫醚	1.11

2.2 种子脂肪油化学成分: 将脂肪酸甲酯化物溶于乙醚, 经 GC-MS 仪分析, 将得到的质谱图经计算机检索并与标准图谱对照, 用面积归一化法测出它们的质量分数。结果见表 2。

3 讨论

3.1 北葶苈子挥发油成分中主要为含苯环的化合

表 2 独行菜种子脂肪油的化学成分

Table 2 Fat oil from *Semen Lepidii*

峰号	化 合 物	质量分数/%
1	壬二酸二甲酯	13.43
2	癸二酸二甲酯	2.54
3	十一烷二酸二甲酯	6.51
4	9,10-二羟基十八烷酸甲酯	8.01
5	10-羟基十六烷酸甲酯	3.16
6	棕榈酸甲酯	11.05
7	油酸甲酯	31.73
8	硬脂酸甲酯	7.64
9	11-二十碳烯酸甲酯	12.16
10	二十烷酸甲酯(花生酸甲酯)	3.77

物,其中以苯乙腈的质量分数最高,占到挥发油总量的 84.87%,北葶苈子平喘的功效是否与苯乙腈中所含的氰键有关有待进一步研究。

3.2 北葶苈子中的硫氢酸苜酯类成分在质量分数和种类上都明显的较南葶苈子少,在对北葶苈子挥发油成分的分析过程中仅发现硫氢酸苜酯一种成

分,且质量分数较低为 0.20%。

3.3 北葶苈子脂肪油中含有大量的不饱和脂肪酸,质量分数约为 44%,其中仅油酸占到了 31.73%。在与南葶苈子脂肪油的对比过程中,发现二者脂肪油成分有着很大的一致性。据报道,南葶苈子脂肪油具有显著的调节血脂浓度的作用^[4],由此提示北葶苈子的脂肪油可能也具有调节血脂浓度的作用,其药理作用有待实验进一步证明。

References:

[1] *Ch P* (中国药典) [S]. Vol I. 2000.
 [2] Hyun J W, Shin J E, Lim K H. Evomonoside; the cytotoxic cardiae glycoside from *Lepidium apetalum* [J]. *Planta Med*, 1995, 61(3): 294.
 [3] Chen M H, Liu F S. Study on chemical constituents of fat oil *Semen Astragali Complanali* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1990, 15(4): 225.
 [4] Liu Z L. Study on hyperlipidemia effect of *Semen dseurainiae* [J]. *J Pharm Prac* (药学实践杂志), 2000, 18(1): 15.

红车轴草挥发油成分的 GC-MS 分析

马 强¹, 雷海民², 王英锋³, 王长海¹

(1. 大连理工大学环境与生命学院 生物科学与工程系, 辽宁 大连 116024; 2. 北京中医药大学中药学院, 北京 100102; 3. 首都师范大学 生物医药研究中心, 北京 100037)

红车轴草 *Trifolium pratense* L. 系豆科车轴草属多年生草本植物,又名红三叶、红菽草、红荷兰翘摇、红花苜蓿、金雀菜、三叶草等,原产亚洲西部,现广泛分布于世界各地,我国各地均有栽培或野生。红车轴草的主要功效为镇痉、止咳止喘,全草制成软膏,治局部溃疡,文献报道其具有抗肿瘤,预防胃癌、肠癌、乳腺癌,治疗骨质疏松,改善妇女更年期症状等用途。红车轴草中主要含有异黄酮类化合物、蛋白质、氨基酸、糖类成分,但对其挥发油化学成分的研究未见报道。本研究采用 GC-MS 法分析红车轴草挥发油的化学成分。

1 实验部分

1.1 仪器与材料:TRACE MS 气相色谱-质谱联用仪(美国 Finnigan 公司),红车轴草于 2003 年 5 月采自湖北恩施,经湖北中医学院药系詹亚华教授鉴定。

1.2 挥发油的提取:取红车轴草干燥药材 60 g,用挥发油提取器按常规水蒸气蒸馏法提取 12 h,油水

经环己烷萃取,无水硫酸钠处理后滤过,得到浅黄色、具有特殊香味的挥发油,出油率为 0.23%。

1.3 气相色谱条件:色谱柱为 Rtx-5MS 石英毛细管色谱柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm)(美国 Restek 公司);程序升温条件:初始温度 40 ℃,保持 5 min,然后以 3 ℃/min 的速度升至 280 ℃并保持 10 min;气化室温度 250 ℃;载气为氦气,体积流量 1.3 mL/min;进样量为 1.0 μL(用环己烷将红车轴草挥发油稀释);分流比为 10:1。

1.4 质谱条件:电离方式 EI,电子能量 70 eV;离子源温度为 250 ℃;扫描质量范围为 20~500 amu,扫描速度 0.5 s/dec。

2 结果与讨论

从红车轴草挥发油中共检测出 112 个峰,相应质谱通过 Xcalibur 工作站 NIST 标准质谱图库进行检索,认定了其中的 81 个峰,通过 Xcalibur 工作站数据处理系统,按峰面积归一化法计算各个化合物在挥发油中的质量分数,结果见表 1。所鉴定出的 81