

层), 10% H_2SO_4 -乙醇溶液加热显黄→黑色, Rf 值为 0.5。可溶于水、甲醇、乙醇, 不溶于氯仿和石油醚。FAB-MS 显示 m/z 443.9 为 $[\text{M}+\text{Cl}]^-$, 462.1 为 $[\text{M}+\text{Na}]^+$, 化合物 IV 的相对分子质量为 409。 $^1\text{H-NMR}$ (CD_3OD) 显示, δ 4.61 (1H, d, $J=7.5$ Hz), δ 4.35 (1H, d, $J=7.5$ Hz) 均为糖上端基氢信号; δ 1.66、1.67 (6H, 2s) 两个单重峰为两个甲基氢信号。 $^{13}\text{C-NMR}$ (CD_3OD) 给出的数据显示, δ 120.95 为 $\text{-C}\equiv\text{N}$ 的特征碳信号, δ 103.6 和 99.8 为两个糖的端基碳信号, δ 76.8、76.7、76.0、74.0、70.4、70.1、68.7、61.6 也均为糖上的碳信号, δ 71.2 为一个连氧的季碳信号, δ 27.5 和 26.1 为两个甲基碳信号。酸水解只检出葡萄糖。光谱数据如下: FAB-MS m/z : 443.9 $[\text{M}+\text{Cl}]^-$, 462.1 $[\text{M}+\text{Na}]^+$; $^1\text{H-NMR}$ (CD_3OD) δ : 4.61 (1H, d, $J=7.5$ Hz), 4.35 (1H, d, $J=7.5$ Hz), 4.15 (1H, dd), 3.85 (1H, d), 1.66、1.65 (6H, 2s); $^{13}\text{C-NMR}$ (CD_3OD) δ : 121.0, 103.6, 99.8, 76.8, 76.7, 76.6, 76.0, 74.0, 73.6, 71.2, 70.4, 70.1, 68.7, 61.6, 27.5, 26.1。上述的 FAB-MS、 $^1\text{H-NMR}$ 和 $^{13}\text{C-NMR}$ 数据与文献报道的 linustatin 数据基本一致^[1], 故鉴定化合物 IV 为 2-甲基-丙腈 2- O - β -D-吡喃葡萄糖基(1→6)- β -D-吡喃葡萄糖苷(linustatin)。

化合物 V: 白色针状结晶(氯仿-甲醇), mp 140~141.4 $^{\circ}\text{C}$, Molish 反应阳性, TLC 检查(展开剂: 氯仿-甲醇-水 65:35:10 下层), 10% H_2SO_4 -乙醇溶液加热显黄→黑色, Rf 值为 0.7。可溶于水、甲醇、乙醇, 不溶于氯仿和石油醚。 $^{13}\text{C-NMR}$ (CD_3OD) 数据显示该化合物中有 8 个碳, 其中 δ 100.1 为糖的端基碳信号, δ 15.3 为一个甲基碳信

号, δ 62.8 为连氧次甲基碳信号, δ 70.2、71.5、71.1、70.2、64.5 为糖的其他连氧碳信号。酸水解只检出半乳糖。上述的 $^{13}\text{C-NMR}$ 数据与文献报道的 α -乙基-D-吡喃半乳糖苷数据基本一致^[4], 故鉴定化合物 V 为 α -乙基-D-吡喃半乳糖苷(α -ethyl- O -D-galactopyranoside)。

化合物 VI: 无色油状液体, 易溶于氯仿、石油醚。进行 TLC 检查(展开剂: 正己烷-乙醚-甲酸 70:30:1), 0.05% 溴甲酚绿-乙醇溶液为显色剂, 蓝色背景下呈黄色斑点。GC 法测定[GC 条件: 以丁二酸二乙二醇聚酯(DEGS)为固定液, 涂布浓度 10%, 酸洗硅烷化洛姆沙伯(Chromosorb)为载体; 柱(2 m $\times$ 3 mm), 柱温 190 $^{\circ}\text{C}$; 气化室、检测室温度均为 250 $^{\circ}\text{C}$; 氮气为载气, 体积流量 20 mL/min; 氢焰离子化检测器, 氢气体积流量 30 mL/min, 空气流量 100 mL/min], 其保留时间与 α -亚麻酸甲酯的保留时间相同, 故鉴定化合物 VI 为 α -亚麻酸甲酯(α -linolenic acid methyl ester)。

致谢: NMR 由沈阳药科大学核磁测试中心李文、沙沂老师测试。

参考文献:

- [1] Selmar D, Lieberei R, Miller R W. Linustatin and neolustatin: cyanogenic glycosides of linseed meal that protect animals against selenium toxicity [J]. *J Org Chem*, 1980, 45: 507-510.
- [2] Sheng X Q, Zhi Z L, Luyengi L. Isolation and characterization of flaxseed (*Linum Usitatissimum*) constituents [J]. *Pharm Biol*, 1999, 37(1): 1-7.
- [3] Luyengi L, Pezzuto J M, Waller D P, et al. Linustamarin, a new phenylpropanoid glucoside from *Linum usitatissimum* [J]. *J Nat Prod*, 1993, 56(11): 2012-2015.
- [4] 陈立娜, 李 群. 牵牛子化学成分研究 [J]. *中国天然药物*, 2004, 2(3): 146-148.

密叶新木姜根的挥发性化学成分研究

欧阳胜¹, 冯育林^{1,2}, 陈凯峰¹, 谢 平¹, 杨世林^{1,2}

(1. 江西中医学院, 江西 南昌 330004; 2. 中药固体制剂制造技术国家工程研究中心, 江西 南昌 330006)

密叶新木姜 *Neolitsea confertifolia* (Hemsl.) Merr. 为樟科新木姜子属 *Neolitsea* Merr. 植物, 主要分布于江西、广东、湖北、贵州等地^[1]。具有散寒止

痛、活血通络的功效。民间常用其根治疗脘腹冷痛、疮疡肿毒、跌打损伤、痛经及食积气胀等疾病。对该属其他种植物, 中国台湾省及国外曾分离得到了挥

收稿日期: 2008-06-12

基金项目: 江西省卫生厅中医药科研基金项目(2002A25)

作者简介: 欧阳胜(1968-), 女, 江西省南昌市人, 副教授, 硕士生导师, 长期从事中药化学的教学、科研工作。

Tel: (0791)7118993 E-mail: ouyangsheng2003@yahoo.com.cn

发油类、生物碱类、萜类、甾体类、黄酮类和有机酸类等化合物^[2,3],但到目前为止,有关密叶新木姜根的挥发性化学成分的研究尚未见报道,笔者曾对密叶新木姜叶^[4]、茎^[4,5]和果实^[6]部位进行过挥发性成分研究,对根部非挥发性成分也进行过较系统的研究,为了全面比较密叶新木姜不同部位挥发性成分的差异性,也为进一步寻找和明确有效活性成分,笔者采用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)对密叶新木姜根部挥发性成分进行了分析研究。

1 实验部分

1.1 实验材料:密叶新木姜根部药材由崇义高山药材生物技术公司提供,经江西中医学院中药鉴定教研室刘庆华鉴定为樟科新木姜子属植物密叶新木姜 *Neolitsea confertifolia* (Hemsl.) Merr. 的干燥根。

1.2 密叶新木姜根挥发油的提取:取密叶新木姜根 1 kg,于 65 ℃ 恒温干燥箱中干燥后,碾碎,过 20 目筛,分批于挥发油提取器中,按《中国药典》2005 年版一部附录 XD^[7]挥发油测定法操作规定,进行水蒸气蒸馏,得到 1.34 g 淡黄色油状液体,得率为 0.13%,供分析用。

1.3 仪器与 GC-MS 工作条件:选用 spb115 m × 0.2 mm 弹性石英毛细管柱,柱温 60 ℃,程序升温 8 ℃/min 至 260 ℃,运行时间 25 min,进样口温度 250 ℃,载气为高纯氦气;柱前压 20 kPa。MS 条件:EI 离子源,电子能量 70 eV,扫描范围 90~400 u,离子源温度 240 ℃,接口温度 240 ℃,电子倍增电压 2 400 V。

2 结果与讨论

2.1 结果:通过对总离子流图进行质谱扫描和计算机质谱库检索,并与标准图谱对照,用色谱峰面积归一化法计算各组分的相对质量分数,共分离鉴定了 22 个化合物,结果见表 1。

2.2 讨论:密叶新木姜根中挥发性成分多数为单

表 1 密叶新木姜根中挥发性成分的 GC-MS 分析检验结果

Table 1 Analysis of volatile oil in *N. confertifolia* by GC-MS

序号	化学成分	质量分数/%	序号	化学成分	质量分数/%
1	反-2-己醛	0.28	12	1- α -萜品醇	0.14
2	α -蒎烯	14.54	13	乙酸龙脑酯	12.04
3	蒎烯	15.33	14	β -榄香烯	0.39
4	桉烯	2.12	15	β -石竹烯	3.77
5	β -蒎烯	8.59	16	反- β -法尼烯	3.06
6	δ -3-萜烯	0.71	17	α -萜草烯	0.45
7	柠檬烯	2.83	18	大牻牛儿苗-D	0.30
8	反- β -罗勒烯	0.30	19	β -甜没药烯	0.21
9	γ -萜品烯	0.32	20	橙花叔醇	1.22
10	α -萜品烯	0.26	21	氧化石竹烯	5.85
11	4-松油醇	0.91	22	2-十五酮	2.22

萜、倍半萜。所鉴定出成分占挥发油总量的 75.84%,质量分数较大的成分有 α -蒎烯(14.54%)、蒎烯(15.33%)、 β -蒎烯(8.59%)、乙酸龙脑酯(12.04%)、氧化石竹烯(5.85%)等,与该植物叶、茎和果实中的挥发性成分在种类和量上有一定的差别。本实验用 GC-MS 法对密叶新木姜根挥发性成分进行研究,对更系统地了解其化学成分、合理利用自然资源具有一定的意义。

参考文献:

- [1] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志 [M]. 北京: 科学出版社, 1999.
- [2] Lee S S, Wang P H. Isoquinoline alkaloids from *Litsea garciniae* and *Neolitsea villosa* [J]. *Chin Pharm J*, 1995, 47(1): 69-75.
- [3] Gunatilaka A A L, Sotheeswaran S, Sriyani B, et al. Isobornyl and Lupenone from *Neolitsea fuscata* [J]. *Planta Med*, 1981, 43(3): 309-310.
- [4] 欧阳胜, 谢平, 杨世林, 等. 密叶新木姜子挥发油化学成分研究 [J]. 江西中医学院学报, 2007, 19(1): 73.
- [5] 欧阳胜, 关志宇, 谢平, 等. 密叶新木姜子茎、叶挥发油化学成分比较研究 [J]. 世界科学技术—中医药现代化, 2007, 9(6): 55-57.
- [6] 欧阳胜, 谢平, 杨世林, 等. 密叶新木姜子果实中的挥发油化学成分研究 [J]. 中草药, 2007, 38(10): 1470.
- [7] 中国药典 [S]. 一部. 2005.

欢迎订阅《中草药》杂志过刊

《中草药》杂志编辑部尚存部分过刊合订本,包括:1974—1975 年、1976 年、1979 年、1985—1994 年(80 元/年),1995—1997 年(110 元/年)、1998 年(120 元/年)、1999 年(135 元/年)、2000 年(180 元/年)、2001—2003 年(200 元/年)、2004 年(220 元/年)、2005 年(260 元/年)、2006 年(280 元/年)、2007 年(280 元/年)。1996 年增刊(50 元)、1997 年增刊(45 元)、1998 年增刊(55 元)、1999 年增刊(70 元)、2000 年增刊(70 元)、2001 年增刊(70 元)、2002 年增刊(65 元)、2003 年增刊(65 元)、2004 年增刊(65 元)、2005 年增刊(65 元)、2006 年增刊(65 元)、2007 年增刊(65 元)、2008 年增刊(55 元)。欢迎订购。订购者请直接与《中草药》杂志编辑部联系。

电话:(022) 27474913 23006821 传真:(022) 23006821 E-mail: zcyzzbjb@sina.com