

之间形成氢键[N(1)—H(1N)··O(5)和N(1)—H(1N)··Br(1)]。结晶水分子中O(5)通过一个H与结晶单元中溴离子(Br1)形成氢键[O(5)—H(5A)··Br(1)],通过另一H与邻近另一结构单元中的一个结晶水分子[O(6B)]形成氢键[O(5)—H(5B)··O(6)#2]。分子中另一结晶水分子通过一个H原子与溴离子之间也以氢键结合[O(6)—H

(6A)··Br(1)],通过另一个氢原子与邻近另一结晶单元中的溴离子(Br1B)形成氢键[O(6)—H(6B)··Br(1)#2]。结晶单元中C-4上的羟基也与邻近单元中的结晶水分子O(5)形成氢键[O(2)—H(2O)··O(5)#1]。从晶包堆积图可以看出,晶体中不同的结晶单元之间通过分子间和分子内复杂氢键形成空间网状结构,使晶体稳定存在。氢键见表2。

表2 晶体结构中的氢键

Table 2 H Bond of crystal structure

D-H...A	d (D—H)	d (H...A)	d (D...A)	< (DHA)
N (1)—H (1N) ..O (5)	0.87 (2)	2.58 (2)	3.191 (3)	128 (2)
N (1)—H (1N) ..Br (1)	0.87 (2)	2.66 (2)	3.384 1 (17)	141.5 (18)
O (2)—H (2O) ..O (5) # 1	0.76 (3)	2.11 (3)	2.790 (3)	149 (3)
O (5)—H (5A) ..Br (1)	0.84 (3)	2.65 (3)	3.355 (2)	143 (3)
O (5)—H (5B) ..O (6) # 2	0.93 (4)	1.82 (4)	2.736 (3)	170 (3)
O (6)—H (6A) ..Br (1)	0.87 (4)	2.48 (4)	3.342 (3)	176 (3)
O (6)—H (6B) ..Br (1) # 2	0.80 (3)	2.59 (3)	3.369 (2)	167 (3)

1-x, y+1/2, -z+1/2 # 2-x-1/2, -y+1/2, -z+1

参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1985.
- [2] 傅绍萱. 青藤碱的药理作用 [J]. 药学报, 1963, 10 (11): 673.
- [3] 陈冲, 孙来九, 许海芹. 青藤碱的制备方法 [P]. 1125724, 1995.
- [4] 王晓玲, 温普红, 冯列梅. 青藤碱的工艺优化研究 [J]. 中草药, 2001, 32(8): 702-703.

隔山香挥发油化学成分的研究

张军, 李润美, 卫昱, 赖小平*

(广州中医药大学 新药开发研究中心, 广东 广州 510405)

隔山香为伞形科山芹属植物隔山香 *Ostericum citriodorum* (Hance) Yuan et Shan 的根及全株, 分布于广东、广西、福建、江西、浙江、湖南等地。隔山香有疏风清热、活血散瘀、行气止痛功效, 用于治疗风热咳嗽、心绞痛、胃痛、疟疾、痢疾、闭经、白带、跌打损伤等病^[1]。《中药大辞典》、《中华本草》及诸多地方本草如《广西药植名录》、《江西草药》、《浙江民间常用草药》等均有收录。田文艺等^[2]报道隔山香蒸馏液有较强的抗炎活性, 对甲、乙型链球菌及肺炎杆菌均有一定的抑制作用。隔山香挥发油成分的研究尚未见报道。本实验提取隔山香药材挥发油, 利用气相色谱-质谱计算机检索联用技术对其挥发油成分进行分析。

1 仪器与试剂

气相色谱-质谱联用分析法采用岛津 PQ2010 型 GC-MS 联用仪。隔山香购于广西玉林药材市场, 经赖小平教授鉴定为隔山香 *Ostericum citriodorum* (Hance) Yuan et Shan 的根。二氯甲烷为分析纯。

2 方法与结果

2.1 隔山香挥发油提取: 称取隔山香药材 100 g, 粉碎成粗粉, 加水浸泡过夜, 用水蒸气蒸馏法提取挥发油。移取 10 μL 溶于 1.5 mL 二氯甲烷中, 作为 GC-MS 分析液。

2.2 气相色谱-质谱条件

2.2.1 色谱条件: 选用 DB-5MS 石英毛细管柱 (30 m × 0.25 mm); 载气为高纯氮; 分流比 20; 体积流量 1 mL/min; 进样口温度 250 °C; 程序升温 4 /

* 收稿日期: 2009-03-20

作者简介: 张军 (1971—), 男, 山东淄博人, 副研究员、硕士生导师, 主要从事中药新药药理学研究。

Tel: (020) 36585812 E-mail: zhjxsh@yahoo.com.cn

min 升至 280 保持 9 min; 炉温 80 ; 接口温度 250 ; 进样量 1 μ L。

2.2.2 质谱条件: 电子轰击 (EI) 离子源, 离子源温度 200 ; 电子能量 70 eV; 检测器 1.02 kV; SIM 模式; 扫描范围 60 ~ 600 m/z , 标准图谱库 NIST。

2.3 结果: 按上述的 GC-MS 条件对隔山香挥发油进行分析, 得总离子流图, 用峰面积归一化法确定各组分在挥发油中的质量分数。利用色谱软件及 NIST 进行检索, 对其中 47 个色谱峰进行了初步鉴定, 结果见表 1。

表 1 隔山香挥发油 GC-MS 分析

Table 1 Chemical analysis of essential oil in root of *O. citriodorum* by GC-MS

编号	化学成分	质量分数 / %	编号	化学成分	质量分数 / %
1	-蒎烯	0.27	25	2-methoxy-4-vinylphenol	0.10
2	-蒎烯	0.18	26	乙酸松油醇酯	0.13
3	benzene, 1-methyl-2-(1-methylethyl)-	0.07	27	胡椒烯	0.07
4	柠檬烯	0.16	28	丁香烯	1.83
5	(Z)-1,3,6-octatriene, 3,7-dimethyl	0.05	29	(Z)-1,6,10-dodecatriene, 7,11-dimethyl-3-methylene-	0.09
6	-松油烯	0.11	30	-丁香烯	0.60
7	cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)-	0.26	31	(S)-cyclohexene, 1-methyl-4-(5-methyl-1-methylene-4-hexenyl)-	0.32
8	benzene, (2-methyl-1-propenyl)-	0.01	32	肉豆蔻醚	3.36
9	芳樟醇	0.10	33	榄香素	0.58
10	壬醛	0.01	34	丁香烯环氧化物	0.58
11	1,7,7-trimethylbicyclo[2.2.1]hept-5-en-2-ol	0.02	35	allyltetramethoxy benzene	0.30
12	ethanone, 1-(1,4-dimethyl-3-cyclohexen-1-yl)-	0.02	36	12-oxabicyclo[9.1.0]dodeca-3,7-diene, 1,5,5,8-tetramethyl-[1R-(1R,3E,7E,11R)]	0.17
13	(E)-2-壬烯醛	0.02	37	异芹菜脑	49.29
14	辛酸	0.02	38	异榄香脂素	2.55
15	龙脑	0.06	39	-甜没药萜醇	0.22
16	1-cyclohexyl-2-en-1-one	0.03	40	spiro[4.5]dec-6-en-8-one, 1,7-dimethyl-4-(1-methylethyl)-	0.20
17	4-松油醇	0.07	41	十五烷酸	0.04
18	benzenemethanol, alpha, alpha, 4-trimethyl-	0.08	42	2-pyrazolin-5-one, 4-acetyl-3-methyl-1-phenyl	0.66
19	乙酸松油醇酯	0.16	43	十六烷酸	1.95
20	2-cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methylethenyl)-, cis-	0.02	44	人参炔醇	7.18
21	2-异亚丙基-5-甲基茴香醚	0.08	45	亚油酸	1.32
22	橐儿醇	0.12	46	油酸	0.27
23	2-terdecenal	0.05	47	6-beta, 6-beta-dibromo-6,7-methylenetestosterone	0.16
24	乙酰冰片	0.56			

3 讨论

3.1 采用 GC-MS 联用技术, 对隔山香挥发油进行分析鉴定, 初步鉴定了 47 种成分, 占峰面积的 74.5%。

3.2 隔山香挥发油相对质量分数较多成分为异芹菜脑 (49.29%)、人参炔醇 (7.18%)、肉豆蔻醚 (3.36%)、异榄香脂素 (2.55%)、十六烷酸 (1.95%)、丁香烯 (1.83%)、亚油酸 (1.32%)。上述成分的药理活性^[3,4]支持隔山香的疏风清热、活血散瘀、行气止痛临床功效, 该实验为隔山香进一步开

发利用提供实验依据。

参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典(下册) [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1979.
- [2] 田文艺, 兰芳, 李淑平, 等. 隔山香的初步药理研究 [J]. 中国药理学通报, 1989, 5(4): 249.
- [3] 周家驹, 谢桂荣, 严新建. 中药原植物化学成分手册 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2004.
- [4] 蒋丽萍, 聂宝明, 卢慧敏, 等. 人参炔醇对大鼠主动脉平滑肌细胞增殖的抑制作用及机制 [J]. 中国药理学通报, 2005, 21(11): 1313-1319.