

畜药十二时辰挥发油的GC-MS分析

黄泽豪 郭家欣 沈贤娟

(福建中医药大学药学院 福建 福州 350108)

关键词 畜药 重瓣铁线莲 十二时辰 挥发油 气相色谱-质谱

中图分类号 284.1

文献标志码 A

文章编号 1000-338X(2014)01-0052-02

十二时辰来源于毛茛科植物重瓣铁线莲 *Clematis florida* var. *Plena* D. Don. 其根(或带有少量根茎)在福安民间供药用。据《福安畜医畜药》记载,其性温,味辛,具有通行十二经脉,祛风除湿,活血止痛,理气通便,解毒等功效^[1],是颇具地方特色的一味民族药。据考证其最早是以铁线牡丹之名收载于《滇南本草》^[2],但《滇南本草》中所述之功效与《福安畜医畜药》中的功效并不完全相同。近年来,该药不仅在当地广泛应用,还高价销往江浙等省区,常常供不应求。不管是从药用价值还是从市场前景看,十二时辰都是十分值得关注的一味特色畜药。然而迄今为止,对于十二时辰或其原植物重瓣铁线莲的研究都很少见报道,仅见关于重瓣铁线莲组织培养的文獻^[3-4],对于十二时辰的化学成分更是一无所知。本文拟对其挥发油组分进行分析,为保证该药临床应用的安全有效提供参考。

1 实验部分

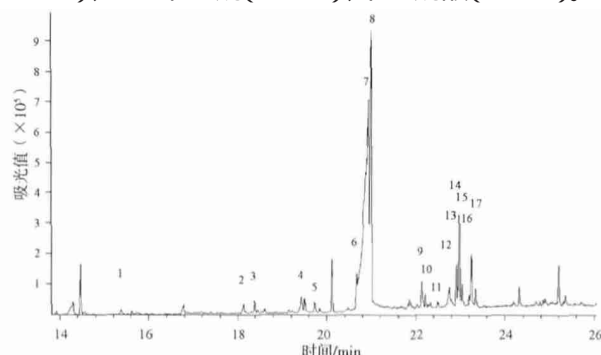
1.1 样品及挥发油提取 供试药材采集于福建省福安市赛岐镇高水笕畲族村,由该村驻村干部刘培钦提供,经作者鉴定为毛茛科植物重瓣铁线莲 *Clematis florida* var. *Plena* D. Don. 的根及根茎,凭证标本保存于福建中医药大学中药鉴定室。干燥的药材粉碎得粗粉450 g,室温下以95%乙醇反复冷浸及超声提取数次后,减压回收溶剂,得到浸膏,浸膏悬浮于蒸馏水中,水蒸气蒸馏,用《中华人民共和国药典》(2010版)规定的挥发油提取方法提取5 h,以无水硫酸钠干燥得到挥发油部分。

1.2 仪器及分析条件 6890N GC/5975 MS 气相色谱-质谱联用仪(美国安捷伦公司),色谱柱为安捷伦DB-1石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm, 0.25 μm),进样口温度250℃,接口温度230℃,载气为氮气,流速为0.9 mL/min,柱压为80 kPa,分流比40:1,进样量1.0 μL;升温程序及柱温如下:60℃(50℃/min)→115℃(1℃/min)→145℃(10℃/min)→230℃,可达到较好分离效果。质谱条件:电子轰击源EI,电子能量70 eV;双灯丝,扫描范围40~400 m/z,扫描间歇1.0 s。峰面积归一法计算各化合物的相对含量。

1.3 GC-MS测定 取供试品溶液1 μL,以分流方式进样,测得其气相色谱-质谱总离子流色谱图。所得各色谱峰经纯度检查,归一化法测得各峰的相对含量。利用Class 5000 色谱软件及NIST05.L版质谱谱库进行检索,并结合图谱解析对色谱峰进行了鉴定。

2 结果

提取得到挥发油为白色固态,经GC-MS检测,其总离子流见图1,经分析得其挥发油的组分构成见表1。共鉴定出了其中的18种化合物,占总萃取物含量的69.62%。主要成分有棕榈酸(33.46%)、十六酸乙酯(15.93%)、油酸乙酯(4.09%)、棕榈酸甲酯(2.20%)、亚油酸乙酯(1.73%)、(Z)-6-十八烯酸(1.47%)、正二十一烷(1.37%)、十五烷酸(1.12%)。



注: 1. 月桂酸 2. 肉豆蔻酸 3. 十八烯 4. 十五烷酸 5. 十五酸乙酯 6. 棕榈酸甲酯 7. 棕榈酸 8. 十六酸乙酯 9. 正二十一烷 10. 11-十八烯酸甲酯 11. 16-甲基-十七烷酸甲酯 12. (Z)-6-十八烯酸 13. 油酸 14. 亚油酸乙酯 15. 油酸乙酯 16. 9-十八烯酸乙酯 17. 1-十九碳烯

图1 十二时辰挥发油GC-MS总离子流图

3 讨论

铁线莲属植物的挥发油已有较多的研究,如柱果铁线莲、粗齿铁线莲、青海粉绿铁线莲等。与文献的研究结果比较,几种铁线莲属植物的挥发性成分较为相似,如东北铁线莲果的挥发油主要成分为二十二烷(9.57%)、十六烷酸(8.79%)、13-二烯酸(5.89%)、酞酸二丁酯(5.89%)、十六酸乙酯(5.50%)等^[5]。柱果铁线莲挥发油的主要成分是亚油酸(29.69%),其次是棕榈酸(12.37%)等^[6]。青海粉绿铁线莲的挥发油主要成分为十六酸乙酯(24.06%)、

收稿日期 2013-07-09

DOI:10.13260/j.cnki.jfjtc.010655

重楼药材性状与 4 种皂苷含量分析

刘小芬 杨成梓 黄泽豪 范世明 黄秀植 洪 晶
(福建中医药大学药学院 福建 福州 350122)

关键词 重楼 药材性状 皂苷 高效液相色谱法
中图分类号 284.1 文献标志码 :A 文章编号 :1000-338X(2014)01-0053-04

重楼 *Paridis Rhizoma* 为百合科 Liliaceae 植物云南重楼 *Paris polyphylla* Smith var. *yunnanensis* (Franch.) Hand.-Mazz. 或七叶一枝花 *Paris polyphylla* Smith var. *chinensis* (Franch.) Hara 的干燥根茎^[1]。重楼药材中含有的主要活性成分为甾体皂苷类化合物,根据苷元的不同有薯蓣皂苷类和偏诺皂苷类^[2]。2010 年版《中华人民共和国药典》以重楼皂苷 I、II、VI、VII 为质控指标性成分,其中重楼皂苷 I、II 为薯蓣皂苷,重楼皂苷 VI、VII 为偏诺皂苷,为重楼

收稿日期 2013-05-25
基金项目 福建中医药大学服务海西重点建设项目
作者简介 刘小芬(1977 -),女,讲师,从事中药种质资源鉴定与品质评价。

抗肿瘤活性的主要成分^[3]。近年来,因野生药材资源急剧减少,需求量加大,造成市场上重楼药材的价格急剧上扬,在局部地区甚至出现断货的现象,总体价格较为混乱。福建全省均产重楼,但分布较为零散,目前部分县市正逐步进行重楼野生转家养的驯化模式。2011 年至今,我们对福建野生重楼(另文报道)与栽培重楼^[4]的资源与质量进行了较为深入的研究,本文作为系列报道之一,为进一步明确闽产重楼质量与市售品相比较是否具有优势,同时考察重楼药材市场现状,对研究过程中收集的 19 批次全国不同地区的重楼药材,采用 HPLC 法测定重楼皂苷 I、II、VI、VII 的含量,并结合市场现状与药材性状进

表 1 十二时辰的挥发油组分

序号	化合物名称	分子式	分子量	百分含量/%
1	月桂酸	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	200	0.21
2	肉豆蔻酸	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	228	0.47
3	十八烯	C ₁₈ H ₃₆	252	0.48
4	十五烷酸	C ₁₅ H ₃₀ O ₂	242	1.12
5	十五酸乙酯	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270	0.55
6	棕榈酸甲酯	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270	2.20
7	棕榈酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	33.46
8	十六酸乙酯	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284	15.93
9	正二十一烷	C ₂₁ H ₄₄	296	1.37
10	11-十八烯酸甲酯	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	296	0.54
11	16-甲基-十七烷酸甲酯	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284	0.32
12	(Z)-6-十八烯酸	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	282	1.47
13	油酸	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	282	0.43
14	亚油酸乙酯	C ₂₀ H ₃₆ O ₂	308	1.73
15	油酸乙酯	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	310	4.09
16	9-十八烯酸乙酯	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	310	0.93
17	1-十九碳烯	C ₁₉ H ₃₈	266	0.49

9,12,15-十八三烯酸乙酯(9.75%)、亚油酸乙酯(5.10%)等^[7]。粗齿铁线莲挥发油主要成分有棕榈酸(52.75%)、植醇(13.89%)、9(Z),12(Z)-十八碳二烯酸(10.20%)、亚麻酸(7.39%)等^[8]。可见,十二时辰的挥发油组分与同属植物十分相似,以棕榈酸等脂肪酸或酯类为主。

根据十二时辰的挥发油组分来看,主含棕榈酸

及棕榈酸甲酯、乙酯等。据《国外医药 植物药分册》报道,棕榈酸甲酯治疗胃肠功能失调,这可能是其具有治疗反胃呕吐功效^[2]的有关成分。

兽医认为十二时辰味辛,性温,具有通经活络、祛风除湿、活血止痛之功效,用于治疗跌打损伤、关节肿痛等^[1]。中药药理研究表明,类似通经活络、祛风除湿、活血止痛之功效的辛味药,多与所含挥发油或其它脂溶性成分有关,或者其起药效作用的成分为非挥发性成分。当然,鉴于对十二时辰的研究才刚刚开始,其挥发性成分与其药效的相关性还有待进一步的研究探讨。

参考文献:

[1] 钟隐芳. 福安兽医医药[M]. 福州:海风出版社,2010:109-110.

[2] 兰茂. 滇南本草[M]. 昆明:云南科学技术出版社,2004:675-676.

[3] 周琼,张丽琼,屈国胜,等. 重瓣铁线莲组织培养研究[J]. 陕西农业科学,2008,54(5):92-93.

[4] 张涛,周琼,张丽琼,等. 重瓣铁线莲愈伤组织诱导研究[J]. 安徽农业科学,2008,36(22):9402-9542.

[5] 杨美林,仲崇林,朱惠京,等. 东北铁线莲果的挥发油化学成分研究[J]. 中草药,1997,28(4):204.

[6] 王祥培,黄婕,靳风云,等. 柱果铁线莲挥发油化学成分分析[J]. 安徽农业科学,2008,36(25):10936-10937.

[7] 刘正信,高海翔,郑培清,等. 粉绿铁线莲挥发油成分分析[J]. 天然产物研究与开发,2001,13(5):25-27.

[8] 张雯,张红梅,宋龙. 粗齿铁线莲挥发油化学成分分析[J]. 医学信息,2011,24(3):1211-1212.