

大叶千斤拔脂溶性成分分析

Analysis of Hydrophobic Constituents from *Moghania macrophylla*

曾春兰¹, 卢文杰^{2*}, 牙启康², 陈家源², 黄艳², 王娟¹

ZENG Chun-lan¹, LU Wen-jie², YA Qi-kang², CHEN Jia-yuan², HUANG Yan², WANG Juan¹

(1. 广西工业职业技术学院, 广西南宁 530001; 2. 广西中医药研究院, 广西南宁 530022)

(1. Guangxi Vocational & Technical Institute of Industry, Nanning, Guangxi, 530001, China; 2. Guangxi Institute of Traditional Medical and Pharmaceutical Sciences, Nanning, Guangxi, 530022, China)

摘要: 利用气相色谱-质谱-计算机(GC-MS-DS)联用技术对大叶千斤拔药材的脂溶性成分进行分析鉴定。结果从大叶千斤拔药材中分离出 40 多个组分, 并鉴定了其中的 38 种成分。这些成分主要为脂肪酸类化合物, 均为首次从大叶千斤拔中分离鉴定。

关键词: 成分分析 脂溶性成分 大叶千斤拔 气相色谱-质谱-计算机联用

中图分类号: Q657.63, R284 文献标识码: A 文章编号: 1005-9164(2011)02-0151-02

Abstract: The hydrophobic constituents from *Moghania macrophylla* (Willd.) O. Kuntze were analyzed by GC-MS-DS. More than 40 compounds were obtained and 38 of them were identified from the plant. All of these compounds were first identified from this plant.

Key words: constituents analysis, hydrophobic constituents, *Flemingia macrophylla*, GC-MS-DS

大叶千斤拔药材为蝶形花科千斤拔属植物大叶千斤拔 [*Moghania macrophylla* (Willd.) O. Kuntze] 的干燥根, 别名为大猪尾、千斤力、千金红、红药头和白马屎, 分布于福建、台湾、海南、广东、广西、贵州和云南等地。大叶千斤拔药材性甘、微涩、平, 补肝肾、祛风湿、强腰膝, 用于治疗风湿性关节炎、腰腿痛、腰肌劳损、气虚脚肿、肺虚久咳、白带、月经不调、跌打损伤等症^[1]。大叶千斤拔药材已被《中国药典》2010版^[2]和《广西中药材标准》^[3] 收载。据国外报道, 大叶千斤拔的叶及花含多种色烯查耳酮^[4], 茎含羽扇豆醇、 α -香树脂醇、谷甾醇、原矢车菊素及谷甾醇葡萄糖甙^[5]。国内对大叶千斤拔的化学成分报道得不多。为了更好地开发利用大叶千斤拔药材资源, 本文利用气相色谱-质谱-计算机(GC-MS-DS)联用技术对大叶千斤拔的脂溶性化学成分进行研究, 为该药材的应用

提供化学物质基础。

1 实验部分

1.1 仪器与材料

仪器: 美国 Agilent Technologies 公司的 HP6890GC/5973MS 气相色谱-质谱联用仪。

大叶千斤拔药材由广西灵峰药业公司提供, 经广西中医药研究院何开家主任药师鉴定为蝶形花科千斤拔属植物大叶千斤拔 [*Moghania macrophylla* (Willd.) O. Kuntze], 标本存放在广西中医药研究院标本室(编号: No. 120)。所有的试剂为国产分析纯试剂。

1.2 实验方法

1.2.1 脂溶性成分提取

大叶千斤拔, 阴干, 粉碎, 称取 15g, 加石油醚(60~90℃)150ml 回流提取 2 次, 每次 1h, 过滤, 滤液回收溶剂后得 57mg, 然后将提取物置于试管中, 加苯-石油醚(1:1, V/V)20ml 使之溶解, 再加 0.4mol/L KOH-MeOH 溶液 10ml, 振荡混匀, 在 40℃ 下恒温水浴 30min, 加入超纯水 20ml, 摇匀静置, 待分层清晰

收稿日期: 2010-03-09

修回日期: 2010-04-06

作者简介: 曾春兰(1971-), 女, 硕士研究生, 讲师, 执业药师, 主要从事药理学相关工作的研究。

* 通讯作者。

后取上清液,上清液用丙酮稀释 10 倍后做为分析测试样品。

1.2.2 气相色谱-质谱测试条件

GC 条件: HP-5MS 石英毛细管柱 (30m × 0.25mm × 0.25mm); 柱温 80 ~ 260℃, 程序升温 5℃/min; 柱流量为 1.0ml/min; 进样口温度 250℃; 柱前压 100kPa; 进样量 0.50μl; 分流比 10 : 1; 载气为高纯氦气。

MS 条件: 电离方式 EI, 电子能量为 70eV, 传输线温度 250℃, 离子源温度 230℃, 四级杆温度 150℃, 采用 wiley 7n.1 标准谱库计算机检索定性。

2 结果与分析

采用 GC-MS-DS 法对大叶千斤拔的脂溶性成分进行分析, 样品的总离子流(TIC)如图 1 所示。将所测成分的质谱图经计算机质谱数据库检索结果进行比较, 分别对各峰加以确认, 结果从大叶千斤拔中分离出 40 多个的组分, 确认了其中的 38 种成分(表 1)。大叶千斤拔脂溶性成分的主要为脂肪酸类化合物, 其中含量相对高的是十八碳二烯酸、豆甾-5-烯-3-醇、十六烷酸等成分, 所有成分为首次在大叶千斤拔药材中分离得到。

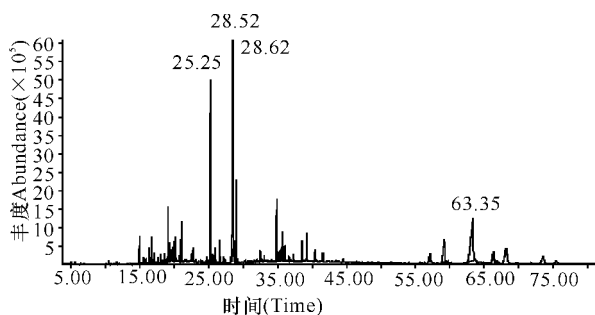


图 1 样品的总离子流

Fig.1 TIC of Sample

表 1 大叶千斤拔脂溶性成分的 GC-MS 分析结果

Table 1 Analysis of hydrophobic constituents from *Moghania macrophylla*

| 序号 No. | 化合物 Compounds | 相对百分含量 Relative content(%) |
|-----------|--|----------------------------------|
| 1 | 邻苯二甲酸 <i>o</i> -Phthalic acid | 0.46 |
| 2 | 2,4-二叔丁基苯酚 2,4-Di-tert-butylphenol | 0.67 |
| 3 | 4-甲氧基苯丙酸 4-Methoxy benzenepropanoic acid | 0.41 |
| 4 | α -杜松醇异构体 α -Cadinol | 1.71 |
| 5 | Tau-杜松醇 Tau-Cadinol | 0.53 |
| 6 | α -杜松醇 α -Cadinol | 0.49 |

续表 1

Continued table 1

| 序号 No. | 化合物 Compounds | 相对百分含量 Relative content(%) |
|-----------|--|----------------------------------|
| 7 | β -红没药醇 β -Bisabolol | 0.98 |
| 8 | 1,6-二甲基-4-异丙基萘 1,6-dimethyl-4-isopropyl-naphthalene | 0.56 |
| 9 | 桧樟脑 Juniper comphor | 0.30 |
| 10 | 十四烷酸 Tetradecanoic acid | 1.22 |
| 11 | 3,4,4a,5,6,7-六氢-4,4a-二甲基-6-异丙基-1(2H)-萘酮 3,4,4a,5,6,7-hexahydro-4,4a-dimethyl-6-isopropenyl-1(2H)-naphthalenone | 0.74 |
| 12 | 十五碳烯酸 Pentadecenoic acid | 0.41 |
| 13 | 十五烷酸 Pentadecanoic acid | 0.02 |
| 14 | 十六碳烯酸 Palmitoleic acid | 0.20 |
| 15 | 十六烷酸 Palmitic acid | 7.38 |
| 16 | 3,5-二叔丁基-4-羟基苯丙酸 3,5-ditert-butyl-4-hydroxybenzenepropanoic acid | 0.20 |
| 17 | 邻苯二甲酸二丁酯 Dibutyl phthalate | 0.43 |
| 18 | 十七烷酸 Heptadecanoic acid | 0.51 |
| 19 | 十八碳二烯酸 Octadecadienoic acid | 17.27 |
| 20 | 十八烷酸 Stearic acid | 2.72 |
| 21 | 二十烷酸 Arachidic acid | 0.69 |
| 22 | 二十一烷酸 Heneicosanoic acid | 0.02 |
| 23 | 二十六碳烯 Cerotene | 1.21 |
| 24 | 二十二烷酸 Docosanoic acid | 1.20 |
| 25 | 邻苯二甲酸二辛酯 Dioctyl phthalate | 0.57 |
| 26 | 二十三烷酸 Tricosanoic acid | 0.30 |
| 27 | 二十八碳烯 Octacosene | 2.22 |
| 28 | 二十四烷酸 Tetracosanoic acid | 1.64 |
| 29 | 二十二碳烯酰胺 Docosenamamide | 1.24 |
| 30 | 角鲨烯 Squalene | 0.80 |
| 31 | 二十六烷醇 Hexacosanol | 0.60 |
| 32 | 二十六烷酸 Hexacosanoic acid | 0.30 |
| 33 | 菜油甾醇 Campesterol | 1.92 |
| 34 | 豆甾醇 Stigmasterol | 5.33 |
| 35 | 豆甾-5-烯-3-醇 Stigmast-5-en-3-ol | 16.02 |
| 36 | 羽扇烯酮 Lupenone | 3.20 |
| 37 | 羽扇烯醇 Luparenol | 5.27 |
| 38 | 豆甾-4-烯-3-酮 Stigmast-4-en-3-one | 1.11 |

3 结论

本文应用气相色谱-质谱-计算机分析技术(GC-
(下转第 157 页 Continue on page 157)

- [4] Hatch J E. Aluminum: properties and physical metallurgy[M]. OH: ASM, Metals Park, 1984: 320-350.
- [5] Boag A P, McCulloch D G, Jamieson D N, et al. Combined nuclear microprobe and TEM study of corrosion pit nucleation by intermetallics in aerospace aluminium alloys[J]. Nucl Instr Meth Phys Res B, 2005, 231: 457-462.
- [6] Panagopoulos C N, Georgiou E P, Gavras A G. Corrosion and wear of 6082 aluminum alloy[J]. Trib Internat, 2009, 42: 886-889.
- [7] Andreatta F, Terryn H, De Wit J H W. Corrosion behaviour of different tempers of AA7075 aluminium alloy [J]. Electrochim Acta, 2004, 49: 2851-2862.
- [8] Ambat R, Davenport A J, Scamans G M, et al. Effect of iron-containing intermetallic particles on the corrosion behaviour of aluminium[J]. Corros Sci, 2006, 48: 3455-3471.
- [9] Seri O. The effect of NaCl concentration on the corrosion behavior of aluminum containing iron[J]. Corros Sci, 1994, 36: 1789-1803.
- [10] 于福洲. 金属材料的耐腐蚀性[M]. 北京: 科学出版社, 1982: 350-360.
- [11] Szklarska Smialowska Z. Pitting corrosion of aluminium [J]. Corros Sci, 1999, 41: 1743-1767.
- [12] Szklarska Smialowska Z. Insight into the pitting corrosion behavior of aluminum alloys [J]. Corros Sci, 1992, 33: 1193-1202.
- [13] Dzib Perez L, Gonzalez Sanchez J, Perez T, et al. The role of solidification rate in the corrosion resistance of a directionally solidified novel aluminium lanthanum alloy [J]. Scr Mater, 2006, 55: 255-258.
- [14] Banczek E P, Zarpelon L M C, Faria R N, et al. Corrosion resistance and microstructure characterization of rare earth transition metal aluminum magnesium alloys [J]. J Alloys Compounds, 2009, 479: 342-347.
- [15] Mishra A K, Balasubramaniam R. Corrosion inhibition of aluminium by rare earth chlorides[J]. Mater Chem Phys, 2007, 103: 385-393.
- [16] Arnott D R, Ryan N E, Hinton B R W, et al. Auger and XPS studies of cerium corrosion inhibition on 7075 aluminum alloy[J]. Appl Surf Sci, 1985, 22-23: 236-251.
- [17] 吴继勋. 金属防腐蚀技术[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1998: 5-6.

(责任编辑: 邓大玉)

(上接第 152 页 Continue from page 152)

MS-DS) 对大叶千斤拔药材的脂溶性成分进行分析鉴定, 共检出 40 多个成分, 鉴定了 38 种化合物, 这些成分主要为脂肪酸类化合物, 均为首次从该药材中分离鉴定。本文的分析结果可以为开发和利用大叶千斤拔资源提供科学依据。

参考文献:

- [1] 国家中医药管理局中华本草编委会. 中华本草[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1999: 475.
- [2] 中华人民共和国国家药典委员会. 中国药典一部[S]. 北京: 中国医药科学技术出版社, 2010: 附录 22.

- [3] 广西壮族自治区卫生厅. 广西中药材标准[S]. 第二册. 南宁: 广西科学技术出版社, 1996: 37.
- [4] Cardillo B, Gennaro A, Merlini L, et al. New chromenochalcones from Flemingia [J]. Phytochemistry, 1973, 12(8): 2027.
- [5] Siva Prasad J, Varma R S. 5, 7, 2', 4'-Tetra-hydroxy-isoflaronone in *Moghania macrophylla* [J]. Phytochemistry, 1977, 16(7): 1120.

(责任编辑: 邓大玉)