

## GC-MS 法分析粗齿冷水花石油醚部位的脂溶性成分

文建文<sup>1,2</sup>, 黄艳<sup>1,2</sup>, 何开家<sup>1,2</sup>, 刘布鸣<sup>1,2\*</sup>

(1. 广西中医药大学, 广西南宁 530022; 2. 广西中药质量标准研究重点实验室, 广西壮族自治区中医药研究院, 广西南宁 530022)

**摘要** [目的]研究粗齿冷水花石油醚部位中的脂溶性成分。[方法]采用硅胶柱层析分离粗齿冷水花石油醚部位脂溶性的化学成分, 甲酯化后利用气相-质谱方法对其进行分析。结果: 分离出 25 个成分, 并鉴定出其中 14 个成分, 主要成分为 7, 11-二甲基-3-亚甲基-(E)-1, 6, 10-十二碳三烯 (23.750%)、1, 2, 3, 5, 6, 7, 8, 8a-八氢-1, 8a-二甲基-7-(1-甲基乙基)-[1S-(1 $\alpha$ , 7 $\alpha$ , 8 $\alpha$ )]-萘 (15.541%)、1-甲基-4-(5-甲基-1-亚甲基-4-己烯基)-(S)-环己烯 (30.349%) 和角鲨烯 (11.485%)。[结论]这些成分均首次从粗齿冷水花中分离鉴定, 为充分开发和利用该药材资源提供科学依据。

**关键词** 粗齿冷水花; 成分分析; 气质-联用

**中图分类号** S567; O657.63 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2013)36-14156-01

Analysis of Liposoluble Components of Petroleum Ether Extract from *Pilea sinofasciata* C. J. Chen by GC-MS

WEN Jian-wen et al (Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning, Guangxi 530022)

**Abstract** [Objective] To study the liposoluble components of petroleum ether extract from *Pilea sinofasciata* C. J. Chen. [Method] The liposoluble components of petroleum ether extract from *Pilea sinofasciata* C. J. Chen were isolated by silicagel column chromatography and analyzed by GC-MS. [Result] 25 compounds were separated and 14 of them were identified. The main ingredients were 7, 11-dimethyl-3-methylene-(E)-1, 6, 10-dodecatriene (23.75%), 1, 2, 3, 5, 6, 7, 8, 8a-octahydro-1, 8a-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-[1S-(1 $\alpha$ , 7 $\alpha$ , 8 $\alpha$ )]-naphthalene (15.541%), 1-methyl-4-(5-methyl-1-methylene-4-hexenyl)-(S)-cyclohexene (30.349%), squalene (11.489%). [Conclusion] All the compounds were isolated from the plant for the first time. The results provide profitable supplements and references for the further utilization and study of *Pilea sinofasciata* C. J. Chen.

**Key words** *Pilea sinofasciata* C. J.; Liposoluble components; GC-MS

粗齿冷水花 (*Pilea sinofasciata* C. J. Chen) 为荨麻科植物冷水花的全草, 分布于我国陕西、甘肃、安徽、浙江、江西、湖北、湖南、广东、广西、贵州、四川和云南, 生于海拔 700 ~ 2 500 m 的林中阴湿处<sup>[1-2]</sup>。冷水花属有较长的使用历史, 具有清热解毒, 活血祛风, 消炎止痛, 治疗跌打损伤等功效<sup>[1,3]</sup>; 粗齿冷水花历史悠久, 但目前对其化学成分、药理作用及临床应用的现代研究未见报道。为此, 笔者用硅胶柱层析、甲酯化和 GC-MS 对粗齿冷水花石油醚部位中的脂溶性成分进行分析和鉴定, 系统地研究粗齿冷水花的化学成分, 为充分开发和利用该药材资源提供科学依据。

## 1 材料与方法

**1.1 材料与仪器** 粗齿冷水花来源采自广西百色市, 经自然晾干。经广西中医药研究院何开家中药师鉴定为荨麻科冷水花属植物粗齿冷水花 (*Pilea sinofasciata* C. J. Chen)。石油醚、甲苯、无水硫酸钠等为国产分析试剂。美国 Agilent 7890B-5977 气相色谱-质谱-计算机联用仪。

## 1.2 方法

**1.2.1 提取分离与供试品制备。**取粗齿冷水花 8.4 kg 经粉碎后用 95% 的乙醇回流提取 3 次, 每次回流 3 h, 合并提取液, 减压回收乙醇, 得到黑色浸膏, 加适量水混悬后依次用石油醚、氯仿、乙酸乙酯、正丁醇萃取, 回收溶剂后的提取物分别为 263、6.1、2.3、1.3 g。石油醚部位经石油醚-乙酸乙酯 (100:0 ~ 65:35) 梯度洗脱, 得到 158 个流分, 每份 500 ml, 第 1 ~ 45 流分为透明油状半固体物。经定性分析主要成分为烯烴类化合物。取 200 mg 上述油状物置于 100 ml 具塞烧瓶

中, 加 60 ~ 90 °C 石油醚-甲苯 (1:1, V/V) 20 ml 使其溶解, 加 0.4 mol/ml KOH-MeOH 溶液 10 ml, 摇匀, 于 45 °C 恒温水浴 1 h, 停止加热, 加纯净水 20 ml, 振摇, 待分层清晰后取上清液, 加无水硫酸钠脱水, 过滤, 滤液作为供试品。

**1.2.2 气相色谱-质谱测试条件。**色谱柱为 HP-5MS 石英毛细管柱 (30 m × 0.25 mm × 0.25  $\mu$ m); 柱温为 70 ~ 250 °C, 程序升温 3 °C, 初始温度 70 °C, 保持 1 min, 以 4 °C/min 升温至 250 °C, 保持 10 min; 进样口温度为 250 °C, 接口温度为 280 °C, 载气为高纯氦气; 电离方式为 EI; 柱流量 1.0 ml/min; 电子能量为 70 eV; 进样量为 1  $\mu$ l; 分流比为 100:1; 离子源温度为 230 °C; 质量范围为 35 ~ 500 amu。

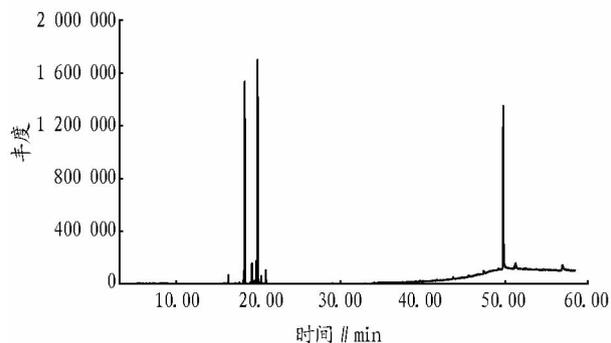


图 1 样品的总离子流

## 2 结果与分析

按上述试验条件对供试品进样, 得到粗齿冷水花石油醚部位脂溶性成分的总离子流图 (图 1)。由图 1 可见, 共分离出 25 个色谱峰, 对总离子流图中的各峰进行质谱扫描, 所得

(下转第 14168 页)

**作者简介** 文建文 (1984 -), 男, 广西桂林人, 硕士研究生, 研究方向: 从事药物化学成分与分析。\* 通讯作者。

**收稿日期** 2013-11-16

分是壁薄腔大、排列规整的细胞,属传统制浆理论中的“杂细胞”,“纤维细胞”含量很少;萃取后半料结构疏松,部分细胞已碎裂。

试验结果表明,预处理可缩短打浆时间,明显改善半料成浆性能,提高成片质量,但不足以满足工业化连续生产,仍需添加外加纤维提高造纸法再造烟叶基片的物理性能以满足生产要求。预处理对基片综合品质,以及对制浆、抄造过程的影响有待进一步系统研究

(上接第 14156 页)

质谱图通过 HPMSD 化学工作站 NIST11 标准质谱数据库检索,筛选出匹配度大于 90% 的成分,从中共鉴定出 14 种化学成分,采用峰面积归一化法测定了各成分的相对含量,详见表 1。由表 1 可知,粗齿冷水花中 7,11-二甲基-3-亚甲基-

## 参考文献

- [1] 许日鹏,苏文强,段继生.烟草薄片的开发与应用[J].上海造纸,2008,39(5):46-49.
- [2] 缪应菊,刘维涓,刘刚,等.烟草薄片制备工艺的现状[J].中国造纸,2009,28(2):55.
- [3] 范运涛,张碰元,马东萍,等.利用脲碱法处理烟梗提高造纸法再造烟叶的品质[J].云南大学学报:自然科学版,2010,32(S1):169-173.
- [4] 王亮,王磊.造纸法再造烟叶原料的纤维形态与结构的研究[J].中国造纸学报,2013,28(2):12-14.

(E)-1,6,10-十二碳三烯(23.750%)、1,2,3,5,6,7,8,8a-八氢-1,8a-dimethyl-7-(1-甲基乙基)-[1S-(1 $\alpha$ ,7 $\alpha$ ,8 $\alpha$ )]-Naphthalene(15.541%)、1-甲基-4-(5-甲基-1-亚甲基-4-己烯基)-(S)-环己烯(30.349%)、角鲨烯(11.485%)等物质含量较高。

表 1 粗齿冷水花脂溶性成分的 GC-MS 分析结果

序号	时间//min	化合物	分子式	相对分子量	相对含量//%	配比度//%
1	15.841	$\alpha$ -萜澄茄烯 $\alpha$ -Cubebene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.192	98
2	16.351	1-甲基-1-乙基-2,4-二丙烯基-环己烷 1-ethenyl-1-methyl-2,4-dipropenyl-Cyclohexane	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	1.091	91
3	17.688	顺- $\alpha$ -佛手柑油烯 [cis- $\alpha$ -Bergamotene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.686	90
4	18.223	$\alpha$ -石竹烯 $\alpha$ -Caryophyllene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	1.691	96
5	18.331	7,11-二甲基-3-亚甲基-(E)-1,6,10-十二碳三烯 7,11-dimethyl-3-methylene-(E)-1,6,10-Dodecatriene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	23.750	97
6	19.017	2,6,6,9-四甲基-(1R,2S,7R,8R)-三环[5.4.0.0(2,8)]十一碳-9-烯 2,6,6,9-tetramethyl-(1R,2S,7R,8R)-tricyclo[5.4.0.0(2,8)]undec-9-ene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.164	91
7	19.217	1,2,3,5,6,7,8,8a-八氢-1,8a-二甲基-7-(1-甲基乙基)-[1S-(1 $\alpha$ ,7 $\alpha$ ,8 $\alpha$ )]-萘 1,2,3,5,6,7,8,8a-octahydro-1,8a-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-[1S-(1 $\alpha$ ,7 $\alpha$ ,8 $\alpha$ )]-Naphthalene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	15.541	98
8	19.493	2,6-二甲基-6-(4-甲基-3-戊烯基)-二环[3.1.1]庚-2-烯 2,6-dimethyl-6-(4-methyl-3-pentenyl)-bicyclo[3.1.1]hept-2-ene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.844	93
9	19.727	顺- $\alpha$ -甜没药烯 cis- $\alpha$ -Bisabolene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	2.628	98
10	19.903	1-甲基-4-(5-甲基-1-亚甲基-4-己烯基)-(S)-环己烯 1-methyl-4-(5-methyl-1-methylene-4-hexenyl)-(S)-Cyclohexene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	30.349	93
11	19.999	$\beta$ -姜黄烯 $\beta$ -curcumene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.122	97
12	20.337	3-(1,5-二甲基-4-己烯基)-6-亚甲基-[S-(R*,S*)]-环己烯 3-(1,5-dimethyl-4-hexenyl)-6-methylene-[S-(R*,S*)]-Cyclohexene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	1.644	90
13	27.213	9-亚甲基-9H-芴 9-methylene-9H-Fluorene	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub>	178	0.225	90
14	49.756	角鲨烯 Squalene	C <sub>30</sub> H <sub>50</sub>	410	11.485	91

## 3 结语

通过气相质谱技术对 45 个半固体流分进行分析鉴定,检出了 25 个色谱峰,并鉴定出其中 14 个成分,已鉴定出来的相对含量总和占总量的 90.412%,其中 7,11-二甲基-3-亚甲基-(E)-1,6,10-十二碳三烯(23.750%)、1,2,3,5,6,7,8,8a-八氢-1,8a-dimethyl-7-(1-甲基乙基)-[1S-(1 $\alpha$ ,7 $\alpha$ ,8 $\alpha$ )]-Naphthalene(15.541%)、1-甲基-4-(5-甲基-1-亚甲基-4-己烯基)-(S)-环己烯(30.349%)、角鲨烯(11.485%)含量

较高。这些成分均首次从粗齿冷水花中分离鉴定,为粗齿冷水花化学成分研究和合理开发研究提供了科学依据。

## 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:上海科学出版社,1999:568-577.
- [2] 甘秀海,梁志远,王瑞,等. SPME/GC-MS 分析冷水花的挥发性成分[J].光谱实验室,2011,28(6):3008-3011.
- [3] 段林东,林祁弘,杨志荣,等.中国 12 省荨麻科植物分布新记录[J].西北植物学报,2011,31(5):1050-1052.