

## 杉寄生的脂溶性成分分析\*

Liposoluble Components from *Macrosolen cochinchinensis* (Lour.) Van Tiegh.陆国寿<sup>1</sup>, 陈丞<sup>2\*\*</sup>, 卢文杰, 陈家源<sup>1</sup>, 谭晓<sup>1</sup>, 黄建猷<sup>1</sup>, 黄周锋<sup>1</sup>LU Guo-shou<sup>1</sup>, CHEN Cheng<sup>2</sup>, LU Wen-jie<sup>1</sup>, CHEN Jia-yuan<sup>1</sup>, TAN Xiao<sup>1</sup>, HUANG Jian-you<sup>1</sup>, HUANG Zhou-feng<sup>1</sup>

(1. 广西中医药研究院, 广西南宁 530022; 2. 广西壮族自治区食品药品检验所, 广西南宁 530021)

(1. Guangxi Institute of Traditional Medical and Pharmaceutical Sciences, Nanning, Guangxi, 530022, China; 2. Guangxi Institute for Food and Drug Control, Nanning, Guangxi, 530021, China)

摘要: 为了研究杉寄生的化学成分, 采用硅胶柱层析、甲酯化和气相色谱-质谱-计算机联用技术对其脂溶性成分进行分析和鉴定, 结果分离出 27 个组分, 确认了其中的 25 个成分。这些成分主要为萜类化合物, 均为国内首次在该植物中鉴定出。

关键词: 杉寄生 脂溶性成分 气-质联用

中图法分类号: TQ460.7<sup>+</sup>2 文献标识码: A 文章编号: 1005-9164(2013)04-0279-03

**Abstract:** Liposoluble components from *Macrosolen cochinchinensis* (Lour.) Van Tiegh. were isolated by silica gel column chromatography and analyzed by GC-MS-DS technique, respectively. 27 components were separated and 25 of them were identified. Fatty acids are major chemical constituents of petroleum ether extract from *Macrosolen cochinchinensis* (Lour.) Van Tiegh. 11 of these compounds were first identified from this plant.

**Key words:** *Macrosolen cochinchinensis* (Lour.) Van Tiegh., liposoluble components, GC-MS

杉寄生收载于《中华本草》<sup>[1]</sup>, 为桑寄生科植物鞘花的茎枝, 拉丁植物名 *Macrosolen cochinchinensis* (Lour.) Van Tiegh. [*Loranthus cochinchinensis* Lour.; *Elytranthe cochinchinensis* (Lour.) G. Don], 分布于华南、西南及福建、西藏等地。其性甘, 味苦, 性平; 具有祛风湿, 补肝肾, 活血止痛, 止咳, 止痢的功效。主要用于风湿痹痛, 腰膝酸痛, 头晕目眩, 脱发, 跌打损伤, 痔疮肿痛, 咳嗽, 咳血, 痢疾等症。广西部分地区拥有大面积的杉木种植, 所以杉寄生药材在我区成为一种资源相对丰富, 应用较为广泛的一种药材。其在祛风湿、补肝肾等方面有着确切的疗效, 在民间应

用较为广泛, 是一种值得深入开发和利用的具有广西特色的中药资源。

目前尚无杉寄生药材化学成分研究的内容报道。基于此, 有必要对杉寄生药材进行系统的化学成分研究。为充分开发和利用该药材资源, 研究采用硅胶柱层析、甲酯化和气相色谱-质谱-计算机联用技术对杉寄生脂溶性成分进行分析和鉴定, 结果分离出 27 个组分, 确认了其中的 25 个成分。

## 1 材料与方法

## 1.1 材料与仪器

杉寄生药材采于广西恭城县, 由广西中医药研究院何开家主任中药师鉴定为杉寄生 *Macrosolen cochinchinensis* (Lour.) Van Tiegh.; 石油醚、乙酸乙酯、三氯甲烷、甲醇等试剂均为分析纯; 仪器为美国 Agilent Technologies 公司 HP6890GC/5973MS 气相色谱-质谱联用仪。

收稿日期: 2013-09-10

修回日期: 2013-09-20

作者简介: 陆国寿(1980-), 男, 助理研究员, 主要从事天然药物研究。

\* 广西卫生厅中医药科技专项课题(GZPT1230); 广西自然科学基金项目(2013GXNSFBA019204)资助。

\*\* 通讯作者: 陈丞(1979-), 男, 主管药师, 主要从事药物分析。

## 1.2 实验方法

### 1.2.1 杉寄生脂溶性成分的提取与分离

取杉寄生药材 9.5kg, 粉碎成粗粉, 加 4 倍量 95%乙醇回流提取 4 次, 每次 1.5h, 过滤, 药渣弃去, 滤液合并, 回收乙醇并浓缩至无醇味, 得浸膏, 浸膏加水适量使其混悬, 依次用石油醚(60~90℃)、三氯甲烷、乙酸乙酯萃取, 回收溶剂后分别得各部位提取物量为 51.0g, 156.3g, 131.1g。

石油醚(60~90℃)部位采用硅胶柱层析, 依次用石油醚-乙酸乙酯(98:2→95:5→93:7→90:10→80:20)梯度洗脱, 共收集 216 个流份, 每份 500mL, 第 1~2 流份为半固体油状物, 备用。

乙酸乙酯部位采用硅胶柱层析, 依次用氯仿-甲醇(100:0→98:2→90:10→80:20→70:30)梯度洗脱, 收集得 230 个流份, 每份 500mL, 第 1~5 流份为半固体油状物, 备用。

合并上述石油醚部位及乙酸乙酯部位的半固体油状物, 取 118mg 半固体油状物进行甲基化<sup>[2~4]</sup>: 将样品置于 100 mL 具塞烧瓶中, 加石油醚(60~90℃)-苯(1:1, V/V) 20mL 使其溶解, 并加入 0.4mol/L KOH-MeOH 溶液 10mL, 摇匀, 于 40℃ 恒温水浴 30min, 停止加热, 再加入纯净水 20mL, 振摇, 待分层清晰后分取上清液, 上清液加入无水硫酸钠脱水后过滤, 滤液作为 GC-MS 分析试样。

### 1.2.2 GC-MS 条件

GC 条件: HP-5MS 石英毛细管柱(30mm×0.25mm×0.25μm); 程序升温: 从 150℃ 开始, 先以

3℃/min 升至 200℃, 保留 2min 后, 以 3℃/min 升至 260℃; 柱流量为 1.0mL/min; 进样口温度 250℃; 柱前压 100kPa; 进样量 1.0μL; 分流比 10:1; 载气为高纯氦气。

MS 条件: 电离方式 EI; 电子能量 70; 传输线温度 250℃; 离子源温度 230℃; 溶剂延迟: 4min; 四极杆温度 150℃; 质量范围 35~500g; 色谱峰面积归一化法计算各主要成分的相对含量。采用 wiley7n.1 标准谱库计算机检索定性。

## 2 结果与分析

测试样品的总离子流(TIC)(图 1)。经 GC-MS 检测, 所测成分的质谱图经计算机质谱数据库检索和比对, 按面积归一化法测得各组分的相对百分含量, 结果见表 1。分析结果表明, 脂溶性成分的主要化学成分为萜类化合物, 含量较高的成分为 β-香树素乙酸酯(18.80%), 其次为 3-氧代-乌苏-12-烯-24-酸(11.43%)、再次为羽扇烯酮(10.27%)。

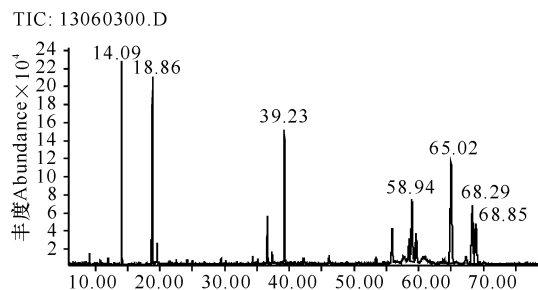


图 1 样品的总离子流(TIC)

Fig. 1 TIC of sample

表 1 杉寄生脂溶性成分的 GC-MS 分析结果

Table 1 Analysis the liposoluble constituents of *Macrosolen cochinchinensis* (Lour.) Van Tiegh. by GC/MS

编号 No.	时间 (Min)	化合物 Compounds	分子量 Molecular mass	相似度 Similarity(%)	分子式 Formular	相对含量 Relative content(%)
1	9.07	十四烷酸 Tetradecanoic acid	228	96	C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub>	0.37
2	10.76	蒽 Anthracene	178	83	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub>	0.26
3	11.98	6,10,14-三甲基-十五烷-2-酮 6,10,14-Trimethylpentadecan-2-one	268	78	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O	0.25
4	14.08	十六烷酸 Hexadecanoic acid	256	99	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	6.92
5	18.67	十八碳二烯酸 9,12-Octadecadienoic	280	99	C <sub>18</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	0.91
6	18.85	十八碳烯酸 9-Octadecenoic acid	282	99	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	7.39
7	19.57	十八烷酸 Octadecanoic acid	284	98	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	1.24
8	25.02	二十烷酸 Eicosanoic acid	312	91	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub>	0.16
9	30.22	二十二烷酸 Docosanoic acid	340	91	C <sub>22</sub> H <sub>44</sub> O <sub>2</sub>	0.16
10	34.34	二十七烷 n-Heptacosane	380	78	C <sub>27</sub> H <sub>56</sub>	0.41
11	35.11	二十四烷酸 Tetracosanoic acid	368	87	C <sub>24</sub> H <sub>48</sub> O <sub>2</sub>	0.28
12	36.59	二十七烷醇 n-Heptacosanol	396	91	C <sub>27</sub> H <sub>56</sub> O	2.71
13	37.34	角鲨烯 Squalene	408	90	C <sub>30</sub> H <sub>48</sub>	0.55
14	39.23	二十九烷 Nonacosane	408	98	C <sub>29</sub> H <sub>60</sub>	8.43
15	42.16	二十九烷醇 Nonacosanol	424	87	C <sub>29</sub> H <sub>60</sub> O	0.62
16	46.13	三十二烷 Dotriacontane	450	78	C <sub>32</sub> H <sub>66</sub>	0.76

续表 1

Continue table 1

编号 No.	时间 (min)	化合物 Compounds	分子量 Molecular mass	相似度 Similarity(%)	分子式 Formular	相对含量 Relative content(%)
17	53.40	三十二烷醛 Dotriacontanal	464	91	C <sub>32</sub> H <sub>64</sub> O	0.87
18	55.88	4,4,6a,6b,8a,11,11,14b-Octamethyl-1,4,4a,5,6,6a,6b,7,8,8a,9,10,11,12,12a,14,14a,14b-octadecahydro-2H-picen-3-one	424	90	C <sub>30</sub> H <sub>48</sub> O	4.65
19	57.66	$\beta$ -香树素 $\beta$ -Amyrin	426	83	C <sub>30</sub> H <sub>50</sub> O	1.27
20	58.50	4,4,6a,6b,8a,11,12,14b-Octamethyl-1,4,4a,5,6,6a,6b,7,8,8a,9,10,11,12,12a,14,14a,14b-octadecahydro-2H-picen-3-one	424	94	C <sub>30</sub> H <sub>48</sub> O	3.38
21	58.94	羽扇烯酮 Lupenone	424	93	C <sub>30</sub> H <sub>48</sub> O	10.27
22	60.78	$\alpha$ -香树素 $\alpha$ -Amyrin	426	90	C <sub>30</sub> H <sub>50</sub> O	2.10
23	65.01	$\beta$ -香树素乙酸酯 $\beta$ -Amyrin acetate	468	93	C <sub>32</sub> H <sub>52</sub> O <sub>2</sub>	18.80
24	68.29	3-氧代-乌苏-12-烯-24-酸 3-oxo-urs-12-en-24-oic acid	454	94	C <sub>30</sub> H <sub>46</sub> O <sub>3</sub>	11.43
25	68.85	蒲公英甾醇乙酸酯 psi. -Taraxasterol acetate	468	87	C <sub>32</sub> H <sub>52</sub> O <sub>2</sub>	8.24

### 3 结论

通过毛细管气相色谱和气相色谱-质谱-计算机分析,从杉寄生醇提物石油醚部位及乙酸乙酯部位检出的 27 个组分中首次鉴定出 25 个组分,在检出的 27 个组分中的  $\alpha$ -香树素、 $\beta$ -香树素具有抗炎、镇静、防肿瘤的药理作用,目前除了用作医药化工中间体外,也用于制备植物杀螨剂<sup>[5,6]</sup>,可见杉寄生中的脂溶性成分具有一定的开发利用价值。本研究为进一步开发和利用杉寄生的药用价值提供了科学依据。

#### 参考文献:

[1] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草: 第 2

册[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1999: 600-601.

[2] 陆国寿, 谭晓, 陈家源, 等. 小槐花中的脂溶性成分分析[J]. 广西科学, 2012, 19(4): 355-357.

[3] 陈家源, 谭晓, 卢文杰, 等. 田皂角中的脂溶性成分分析[J]. 广西科学, 2011, 18(3): 226-227, 232.

[4] 曾春兰, 卢文杰, 牙启康, 等. 大叶千斤拔脂溶性成分分析[J]. 广西科学, 2011, 18(2): 151-152, 157.

[5] 北京农学院.  $\alpha$ -香树素杀螨剂及其制备方法: 中国, CN101743961A[P]. 2010-06-23.

[6] 北京农学院.  $\beta$ -香树素杀螨剂及其制备方法: 中国, CN101731212A[P]. 2010-06-16.

(责任编辑: 尹 闯)



### 《广西科学》2014 年出版计划

2014 年,《广西科学》根据广西乃至全国科技发展趋势和学科发展动态,以及广西社会经济发展的需要,设立特色栏目,邀请国内外知名专家担任编委和栏目主编,集中地、大幅度地、广泛地报道具有原创性,能反映广西特色资源和特色学科的学术论文,适量基础学科方面的学术论文。其任务是介绍上述诸领域中的新发现、新理论、新方法、新技术、新产品及有关科技信息,为推动广西各学科的发展,加强国内国际间的学术交流,加速人才培养和现代化建设服务。

为了实现上述目标,2014 年本刊的栏目设置有:生物技术、生物物理、林产化学、近海与滨海湿地、海洋环境、藻类、化学化工、材料物理、基础数学、民族中药、中药资源开发、生物环保、食用菌等。每期刊登 2~3 个栏目,每个栏目刊登 5~9 篇的论文。欢迎国内外科技工作者根据《广西科学》2014 年的出版计划惠稿本刊,共同促进期刊的发展。

此外,《广西科学》还将建立期刊网站,通过网站为作者、读者、审稿者和编委提供全方位的服务:为作者提供网上投稿、作者简介、优先发表论文等服务;为读者提供所有过刊的论文免费下载服务;为审稿者提供网上专栏简介、过刊论文免费下载服务、专业情报查询等服务;为编委提供专门网页发布简介和成果介绍等服务。