

文章编号:1008-9926(2006)02-0101-03 中图分类号:R927 文献标识码:A

青芹籽低极性部位化学成分 GC-MS 分析

乔丽名,陈海生,梁爽,金丽

(中国人民解放军第二军医大学药学院 天然药物化学教研室 上海 200433)

摘要:目的 研究青芹籽低极性部位的主要化学成分。方法 采用 GC-MS 法对青芹籽低极性部位进行分析。结果 共检出了 27 个化学成分,主要化学成分与文献报道的芹菜籽挥发油化学成分大致相同,其中主要活性成分正丁基苯酞和瑟丹内酯含量较高。结论 青芹籽低极性部位主要成分为瑟丹内酯(约 70.66%)和正丁基苯酞(13.45%),并含有 4(14),11-桉叶二烯(3.49%)、油酸(2.11%)、棕榈酸(1.49%)等化学成分。

关键词:青芹籽;低极性部位;GC-MS 分析

GC-MS Analysis of the Low Polarity Components from the Seeds of *Apium Graveolens*

QIAO Li-Ming, CHEN Hai-Sheng, LIANG Shuang, JIN Li

(Department of Natural Medicinal Chemistry, College of Pharmacy, Second Military Medical University, Shanghai 200433 China)

ABSTRACT: **Aim** To investigate the low polarity components from seeds of *Apium graveolens*. **Methods** The components were separated and identified by GC-MS and elucidated by the comparison with the standard mass spectral data. The relative contents in percentage were calculated using the area normalization method. **Results** 27 compounds were identified, Sedanolide and 3-n-Butylphthalide are the main components. **Conclusion** The low polarity components in the seeds of *Apium graveolens* includes (70.66%) Sedanolide, (13.45%) 3-n-Butylphthalide, along with (3.49%) Eudesma-4(14), 11-Diene, (2.11%) Oleic Acid, and (1.49%) Hexadecanoic Acid, etc.

KEY WORDS: Seeds of *Apium graveolens*; Low polarity components; GC-MS

芹菜籽为伞形科草本植物芹菜(*Apium graveolens* Linn)的种子,味甘,辛,性凉味苦。具散气,消肿,利尿,开同阻滞,降低血压等功效,青芹为芹菜的一种。已有文献报道芹菜籽挥发油具有明显防治心血管疾病的药理作用^[1],其有效成分为 3-正丁基-4,5-二氢苯并呋喃酮(正丁基苯酞)^[2]。在澳洲,芹菜籽油还是被用作治疗关节疼痛的传统药物。本文利用气相色谱-质谱-计算机联用方法对芹菜中的青芹籽低极性部位化学成分进行分离鉴定。最后从中检出 57 个峰,通过检索 NIST98 谱图库,标样比对,图谱解析鉴定了 27 个,见表 1,同时运用峰面积归一化法通过 GL701DBA 化学工作站数据系统测得各化学成分在挥发油中的质量百分数。以期对青芹菜籽中有药用价值成分的开发利用提供科学依据。

1 仪器与材料

青芹籽(上海蔬菜种子公司提供,经第二军医大

学生药教研室张汉民教授鉴定为伞形科植物青芹种子)。Finnigan Voyager 气相色谱-质谱联用仪(美国惠普公司)。

2 方法与结果

2.1 药材的提取 取青芹菜籽 10kg,75%乙醇浸泡过夜,加热提取 3 次,减压浓缩,得稠浸膏,200~300 目硅胶拌样,装柱,分别用石油醚、醋酸乙酯、95%乙醇洗脱。石油醚洗脱部位,回收溶剂得低极性部位,该部位提取物(330g)为具有特殊香味的淡黄色透明油状液体,取适量置冰箱密封保存待做 GC/MS 分析。

2.2 气相色谱质谱分析 色谱柱为 HP-5ms 石英毛细管柱(30m×0.25mm,0.25μm);载气(流量)为氦气(1.0ml/min);柱温为 60~300 (保持 2min);升温速度为 10 /min;汽化温度为 250 ;分流比为 200:1;进样量为 1.0μl;质谱监测器:EI 源;电子能量 70eV;

源温 200 ;标准库 :NIST98 库。

2.3 分析步骤 气质联用仪检出 57 个峰(其总离子流图见图 1),利用所配 NIST98 质谱库进行自动检索,再对所得图谱用美国 EPA/NIH 质谱图集的标准谱图进行人工核对和补充检索,解析,共鉴定了 27 个化合物。同时运用峰面积归一法,通过 G1701BA 化学工作站数据处理系统,测得各化学成分在挥发油中的质量百分数,见表 1。

3 讨论

3.1 本研究从青芹籽的低极性部位共鉴定化合物 27 个,占出峰物质总量的 96.88 %,其主要为具有芹菜籽特征香气的苯并呋喃酮类物质组成,其中瑟丹

内酯是该芹菜籽挥发油中检出的含量最高的组分,约占挥发油总量 70.66 %,其质谱图见图 2。其次为正丁基苯酞(13.47 %),其质谱图见图 3。

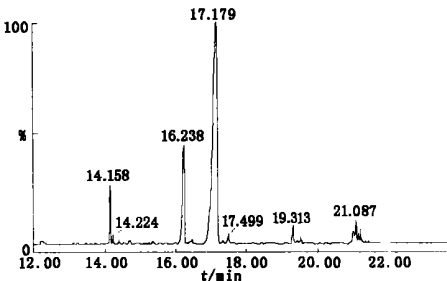


图 1 青芹籽低极性部位 GC/MS 总离子流图
Fig 1 The total ionic currents of the low polarity component from seeds of Apium graveolens identified by GC-MS

表 1 芹菜籽低极性部位化学成分及相对含量(%)

Tab 1 The low polarity components of the seeds of A. graveolens and their volatile contents(%)

序号	保留时间(min)	化合物名称	分子式	相对分子量	相对含量(%)
1	2.466	α-蒎烯	C ₁₀ H ₁₆	136	0.27
2	5.352	β-月桂烯	C ₁₀ H ₁₆	136	0.86
3	6.341	1-甲基-5-(甲基乙基)-环己烯	C ₁₀ H ₁₆	136	0.21
4	7.189	柠檬烯	C ₁₀ H ₁₆	136	0.05
5	9.289	正戊苯	C ₁₁ H ₁₆	148	0.02
6	9.827	2-甲基-5-(1-甲基乙基)-环己醇	C ₁₀ H ₁₆ O	152	0.07
7	10.316	反-2-甲基-5-(1-甲基乙基)-2-环己烯-1-醇	C ₁₀ H ₁₆ O	152	0.03
8	11.223	3,7-二甲基-1,6-辛二烯-3-醇	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.12
9	12.304	苯戊酮	C ₁₁ H ₁₄ O	162	0.11
10	12.204	1-甲基-4-(1-甲基亚乙基)-1,2-环己二烯	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170	0.18
11	14.158	4(14),11-桉叶二烯	C ₁₅ H ₂₄	204	3.49
12	16.238	正丁基苯酞	C ₁₂ H ₁₄ O ₂	190	13.45
13	17.179	瑟丹内酯	C ₁₂ H ₁₆ O ₂	192	70.66
14	17.368	1-乙基-1-甲基-2,4-二(1-甲基乙基)-环己烷	C ₁₅ H ₂₄	204	0.31
15	18.117	α-檀香烯	C ₁₅ H ₂₄	204	0.02
16	18.217	石竹烯	C ₁₅ H ₂₄	204	0.03
17	19.256	十氢-1,1,1,3,3-三甲基-7-1H-丙烷[α]萘	C ₁₅ H ₂₄	204	0.26
18	19.381	榄香烯	C ₁₅ H ₂₄	204	0.15
19	19.526	棕榈酸乙酯	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284	0.34
20	19.798	石竹烯氧化物	C ₁₅ H ₂₄ O	220	0.19
21	20.313	棕榈酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	1.49
22	20.533	甲氧苄呋素	C ₁₂ H ₈ O ₄	216	0.08
23	21.007	(Z,Z)-9,12-十八碳二烯酸	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	280	1.21
24	21.087	油酸	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	282	2.11
25	21.147	9,12-十八碳二烯酸甲酯	C ₂₀ H ₃₆ O ₂	308	0.36
26	21.200	9-十八碳烯酯乙酯	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	310	0.66
27	24.410	二(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯	C ₂₄ H ₃₈ O	390	0.15

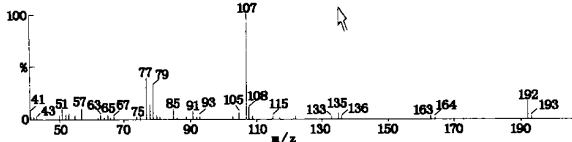


图 2 瑟丹内酯质谱图
Fig 2 The mass spectrum of Sedanolide

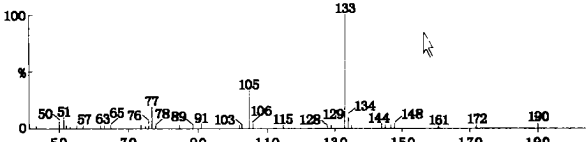


图 3 丁基苯酞质谱图
Fig 3 The mass spectrum of 3-n-Butylphthalide

3.2 在青芹菜籽低极性部位检出的含量较高的成分正丁基苯酞(芹菜甲素),具有良好的药理活性。据文献报道,其具有广谱的抗惊厥作用^[3],是一类新型不含N原子的抗惊厥剂。更重要的是其对实验性脑缺血有很好的治疗作用,是一个研发前景可观的抗急性缺血性脑卒中药物,同时对血栓性脑缺血疾病也有很好的治疗和预防作用^[4],已研制成国家一类新药。但目前关于芹菜籽低极性部位中含量最高的瑟丹内酯的药理活性研究甚少,有待进一步深入研究。

参考文献:

- [1] 方洪钜,杨峻山,胡 秋,等.芹菜籽挥发油的化学成分研究[J]. 药物分析杂志,1984,4(4):205
- [2] Leonard F Bjeldanes, Ir-Suk Kin. Phthalide Components of celery Essential oil[J]. *J Org Chem*, 1977, 42:2333
- [3] 于淑仁,尤胜权.芹菜甲素和乙素的抗惊厥作用[J]. 药理学, 1984, 19(8):568
- [4] 徐皓亮,冯亦璞.丁基苯酞对大鼠血栓形成及血小板功能的影响[J]. 药理学, 2001, 36(5):329

(收稿日期:2005-07-18;修回日期:2005-12-21)

(本文编辑 魏 萍)

文章编号:1008-9926(2006)02-0103-03 中图分类号:R969.1 文献标识码:A

苦参素分散片的生物等效性研究

王 荣,王晓娟,顾 宜,白涓涓,高迎春

(中国人民解放军第四军医大学口腔医院 药剂科 陕西 西安 710032)

摘要:目的 考察苦参素分散片生物等效性。方法 应用高效液相色谱法,对受试制剂(苦参素分散片)和参比制剂(苦参素胶囊)进行人体生物利用度比较研究。结果 口服苦参素分散片和苦参素胶囊后氧化苦参碱的主要药动学参数:达峰时间 T_{max} 分别为(1.9 ± 0.5)、(1.9 ± 0.5) h,峰值血浆浓度 C_{max} 分别为(946.7 ± 388.3)、(1 052.3 ± 517.8) ng·ml⁻¹,药时曲线下面积 AUC_{0-10h} 分别为(3 499.9 ± 999.1)、(3 583.1 ± 335.5) ng·ml⁻¹·h, $AUC_{0-∞}$ 分别为(3 824.6 ± 173.6)、(3 798.1 ± 402.9) ng·ml⁻¹·h。 $T_{1/2}$ 分别为(2.4 ± 0.9)、(2.2 ± 1.0) h。结论 苦参素分散片与苦参素胶囊两种制剂在健康人体内具有生物等效性。

关键词:苦参素分散片;生物等效性

Bioequivalent Study On Oxymatrine Dispersible Tablets

WANG Rong, WANG Xiao-Juan, GUI Yi, BAI Juan-Juan, GAO Ying-Chun

(Department of Pharmacy, Stomatological College, The Fourth Military Medical University, Xi'an 710032, Shaanxi China)

ABSTRACT: **Aim** To study the bioequivalence of oxymatrine dispersible tablets. **Methods** The bioavailability of the test preparation (Oxymatrine dispersible tablets) and reference preparation (Oxymatrine capsule) in healthy volunteers were determined and assessed by HPLC. **Results** The main pharmacokinetic parameters for Oxymatrine dispersible tablets and Oxymatrine capsule: T_{max} were (1.9 ± 0.5) (1.9 ± 0.5) h and C_{max} were (946.7 ± 388.3) and (1 052.3 ± 517.8) ng·ml⁻¹; AUC_{0-10h} were (3 499.9 ± 999.1) and (3 583.1 ± 335.5) ng·ml⁻¹·h; $AUC_{0-∞}$ were (3 824.6 ± 173.6) and (3 798.1 ± 402.9) ng·ml⁻¹·h; $T_{1/2}$ were (2.4 ± 0.9) and (2.2 ± 1.0) h, respectively. **Conclusion** The oxymatrine dispersible tablets showed no distinct difference in healthy volunteers from the oxymatrine capsule.

KEY WORDS: Oxymatrine dispersible tablets; Bioequivalent

苦参素分散片是用于治疗慢性肝炎的生物碱类药物,它通过抑制肝纤维化达到治疗慢性乙肝的作用,阻断或延缓慢性乙肝向肝硬化发展。主要成分为氧化苦参碱。长期使用氧化苦参碱既无成瘾性,又无耐受性;其主要药理机制实验表明:氧化苦参碱

对 HBV 基因表达有直接抑制作用或诱导细胞内物质,加强乙肝病毒基因产物的降解^[1],能抑制贮脂细胞增值和胶原的表达^[2]。临床研究也表明氧化苦参碱针剂有较好的抗病毒^[1]作用。分散片具有崩解时间短,可迅速被机体吸收的优点。本文通过比较苦