

· 简 报 ·

GC/MS 法研究淡竹沥的主要化学成分

李 红*, 金晓飞, 蒋孟良

(湖南中医药大学药学院, 长沙 410208)

摘 要 用 GC/MS 法研究淡竹沥的化学成分, 初步鉴定了 95 个峰的 34 种成分。**关键词** 竹沥; GC/MS; 化学成分**中图分类号** R284.1 **文献标志码** A **文章编号** 1000-5048(2013)02-0179-03

Analysis on chemical constituents of bamboo juice by GC-MS

LI Hong*, JIN Xiaofei, JIANG Mengliang

School of Pharmacy, Hunan University of Traditional Chinese Medicine, Changsha 410208, China

Abstract The chemical constituents of bamboo juice were investigated by GC/MS. 34 compounds were primary identified from 95 peaks.**Key words** bamboo juice; GC/MS; chemical constituents

This study was supported by the Program of Science & Technology Department of Hunan Province (No. 2010SK3017)

竹沥是禾本科植物粉绿竹等刚竹属竹子的新鲜秆茎经烤炙或干馏制得的汁液, 具有清热化痰的功效^[1]。宋《本草衍义》称其为“痰家之圣剂”。主要用于肺热痰壅, 咳逆胸闷, 亦可用于痰热蒙蔽清窍诸证, 脑卒中痰迷, 惊痫癫狂等^[2]。世界上竹子的种类有 500 余种^[3]。梁代陶弘景曰: “凡取竹沥, 惟用淡、苦、董竹者”。竹沥中主要成分为酚类, 其中愈创木酚是其化痰、抗感染的有效成分^[4]。但对竹沥中主要化学成分分析, 还未见报道。本研究以淡竹沥为研究对象, 采用 GC/MS 法, 对其成分进行分析。

1 材 料

1.1 药 物

淡竹经湖南中医药大学药学院周日宝教授鉴定为禾本科刚竹属植物 *Phyllostachys heteroclada* Oliver 的新鲜秆茎, 产于湖南省长沙市含浦镇。

1.2 试 剂

甲醇(色谱纯, 国药集团化学试剂有限公司, 批号: 20120102); 其他试剂均为市售分析纯。

1.3 仪 器

AE100S 型电子分析天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司]; Tw1100 型高速万能粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司); GCMS-QP2010 型气质联用仪(EI 源, 检测电压 1 kV, 柱压 57.5 kPa, 日本岛津公司); DB-23 毛细管色谱柱(30 m × 0.25 mm, 涂膜厚 0.25 μm, 美国安捷伦公司)。

2 方 法

2.1 竹沥的炮制

取淡竹, 锯成约 10 cm 长的段, 再用刀劈开成宽约 0.5 cm 的片, 洗净, 晾干, 称取 495.52 g, 将其置于坛中, 挤紧, 倒扣于具孔的盆中卡紧, 周围放点燃的木炭加热, 坛口下端放一搪瓷碗, 接收流出的竹沥, 加热 10 min, 停止加热, 收集竹沥, 得黄色澄明且具轻微的烟熏焦香气的液汁 32 mL, 即竹沥。

2.2 供试品溶液的制备

精密量取竹沥 20 mL, 用乙醚萃取 3 次(20 mL, 20 mL, 10 mL), 将乙醚层中的乙醚自然挥干, 用甲醇少量多次溶解, 转移至 5 mL 量瓶中; 同

时,将水层减压浓缩(水浴温度 60 ℃),自然挥干,用甲醇少量多次溶解,转移至同一个 5 mL 量瓶中。用甲醇定容至刻度,摇匀,置 4 ℃ 冰箱中,次日取出,过 0.45 μm 微孔滤膜,得供试品溶液,备测。

2.3 色谱条件

使用气质联用仪和 DB-23 毛细管色谱柱,起始柱温为 60 ℃,保持 2 min,然后以每分钟 3 ℃ 的升温速率升至 180 ℃,保持 10 min;再以 6 ℃ 升至 230 ℃;进样口温度 250 ℃,载气为氦气,流速:1 mL/min;分流进样,分流比 5:1;进样量:1 μL。

2.4 质谱条件

质谱检测器离子源温度 200 ℃;接口温度 250 ℃;质量范围 35 ~ 800,扫描间隔 0.2 s,溶剂切除时间 2.5 min。

3 结 果

3.1 竹沥供试品溶液总离子流图

对竹沥供试品溶液进行 GC/MS 定性分析,得到其总离子流图(图 1)。

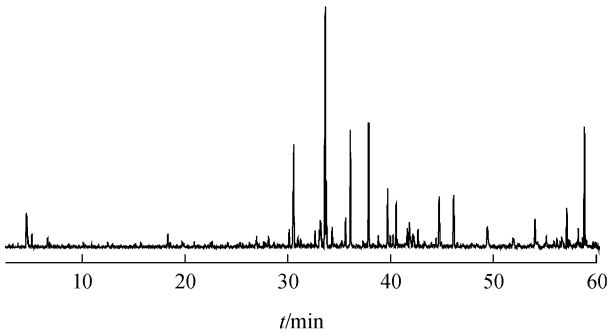


Figure 1 Total ion stream of methanol solution of bamboo juice

3.2 竹沥供试品溶液成分分析

经过 GC-MS 分析,所得质谱利用数据处理系统对其内存谱库进行自动搜索,并结合人工谱图解析,按各色谱峰的质谱裂片图或与相关文献核对,分别对各色谱峰加以确定。各成分的相对面积用面积归一化法来计算。在竹沥供试品溶液中,初步鉴定出 34 种成分(表 1),其中包括酚类、酸类、醇类、酯类、醛类、酮类等。

Table 1 Main ingredients of bamboo juice analyzed by GC-MS

No.	Compd.	Formula	CAS	t _R /min	Match degree/%	Relative content/%
1	Acetic acid	C ₂ H ₄ O ₂	64-19-7	4.560	95	2.65
2	2-Propanone,1-hydroxy-	C ₃ H ₆ O ₂	116-09-6	5.072	90	0.45
3	Propionic acid	C ₃ H ₆ O ₂	1979-9-4	6.641	86	0.31
4	Ethylene glycol ethyl ether	C ₄ H ₁₀ O ₂	110-80-5	8.646	75	0.07
5	Pyruvic acid methyl ester	C ₄ H ₆ O ₃	600-22-6	10.098	84	0.15
6	2-Furylmethanol	C ₅ H ₆ O ₂	98-00-0	12.474	84	0.16
7	2-Furanmethanol,tetrahydro-	C ₅ H ₁₁ NO	4795-29-3	12.955	82	0.48
8	2-Cyclopenten-1-one,2-hydroxy-3-methyl-	C ₆ H ₈ O ₂	80-71-7	18.33	90	0.68
9	Butanoic acid,4-hydroxy-	C ₄ H ₈ O ₃	591-81-1	18.561	83	0.23
10	Phenol,2-methoxy-	C ₇ H ₈ O ₂	90-05-1	19.728	78	0.15
11	2-Cyclopenten-1-one,3-ethyl-2-hydroxy-	C ₇ H ₁₀ O ₂	21835-01-8	20.896	86	0.27
12	Maltol	C ₆ H ₆ O ₃	118-71-8	21.930	78	0.13
13	Phenol	C ₆ H ₆ O	108-95-2	22.611	86	0.21
14	delta-Valerolactone	C ₅ H ₈ O ₂	542-28-9	25.356	81	0.17
15	Phenol,4-ethyl-2-methoxy-	C ₉ H ₁₂ O ₂	2785-89-9	25.616	81	0.15
16	+ / - .-trans-Nerolidol	C ₁₅ H ₂₆ O	40716-66-3	26.953	92	0.40
17	2-Pyrrolidinone	C ₄ H ₇ NO	616-45-5	27.844	77	0.27
18	Phenol,3-ethyl-	C ₈ H ₁₀ O	620-17-7	28.126	90	0.56
19	Phenol,4-ethenyl-2-methoxy-	C ₉ H ₁₀ O ₂	7786-61-0	30.123	79	0.95
20	Cyclopropyl carbinol	C ₄ H ₈ O	2516-33-8	30.573	87	8.1
21	2-hydroxy-gamma-butyrolactone	C ₄ H ₆ O ₃	19444-84-9	31.242	82	0.53
22	alpha-Eudesmol	C ₁₅ H ₂₆ O	473-16-5	32.643	81	0.71
23	beta-Eudesmol	C ₁₅ H ₂₆ O	473-15-4	33.059	79	0.78
24	Phenol,2,6-dimethoxy-	C ₈ H ₁₀ O ₃	91-10-1	33.642	95	13.83
25	Benzofuran,2,3-dihydro-	C ₈ H ₈ O	496-16-2	33.731	89	3.57
26	Phenol,2-methoxy-4-(1-propenyl)-,(E)-	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	5932-68-3	34.298	82	1.04
27	1,2,4-Trimethoxybenzene	C ₉ H ₁₂ O ₃	135-77-3	36.078	83	5.55

(Continued)

No.	Compd.	Formula	CAS	<i>t_R</i> /min	Match degree/%	Relative content/%
28	5-tert-Butylpyrogallol	C ₁₀ H ₁₄ O ₃	20481-17-8	37. 863	80	6. 13
29	2-Pentanone	C ₅ H ₁₀ O	107-87-9	40. 657	74	0. 41
30	Acetovanillone	C ₉ H ₁₀ O ₃	498-02-2	42. 160	80	0. 85
31	Benzoic acid, 4-hydroxy-3, 5-dimethoxy-, hydrazide	C ₉ H ₁₂ N ₂ O ₄	1443-76-1	54. 046	90	1. 93
32	Syringic aldehyde	C ₉ H ₁₀ O ₄	134-96-3	55. 145	75	0. 58
33	Acetosyringone	C ₁₀ H ₁₂ O ₄	2478-38-8	57. 141	90	2. 44
34	Desaspidinol	C ₁₁ H ₁₄ O ₄	437-72-9	58. 861	77	6. 81

4 讨 论

有报道称,氨基酸亦是竹沥的主要成分之一^[5],氨基酸及愈创木酚都被认为是清热化痰作用的有效成分^[6-7]。但在本项研究中未发现氨基酸,可能是由于氨基酸难以气化,在 GC/MS 中难以检测到。

在供试品溶液的制备过程中发现,温度高于 70 ℃ 时有些成分被破坏,因此制备过程的温度应控制在 60 ℃ 以下。

参 考 文 献

[1] Chinese Pharmacopoeia Commission. *Chinese Pharmacopoeia*: part 1 (中华人民共和国药典:一部)[S]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1977: 635.

[2] Gong QF. *Science of Chinese Drug Processing* (中药炮制学)[M]. Beijing: Chinese Medicine Press, 2007: 349.

[3] Xiong Y, Wu XW, Jiang ML. The comparative study on four different preparation process of bamboo juice[J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2006, **28**(12): 1 825 - 1 826.

[4] Ke MQ. *Physicochemical and Pharmacological Properties of the Effective Components of Chinese Herbal Medicine*(中草药有效成分理化与药理特性)[M]. Changsha: Hunan Science and Technology Press, 1982: 83.

[5] Ou MR, Li ZQ, Zhou XS, et al. Analysis on bamboo vinegar in Fujian[J]. *J Fuzhou Univ(Nat Sci)* (福州大学学报:自然科学版), 2003, **31**(3): 360 - 363.

[6] Ding QL, Yin YS. The study on the antitussive component of bamboo juice and it's clinical effect[J]. *Chin J Hosp Pharm* (中国医院药学杂志), 1988, **8**(11): 519.

[7] Yin YS, Ding QL. Simple discussion on bamboo juice[J]. *Jiangxi J Tradit Chin Med*(江西中医药), 1987(4): 47.

· 征订启事 ·

欢迎订阅 2013 年《中国药科大学学报》

《中国药科大学学报》是由国家教育部主管、中国药科大学主办的药学中文核心期刊,主要刊登合成药物化学、天然药物化学、生药学、中药学、药剂学、药物分析、药物生物技术、药理学、药代动力学等学科的原创新研究论著。

《中国药科大学学报》在药学界享有较高的学术声誉,目前已被国际上多家著名权威数据库(CA, IPA, SCOPUS, JST, IC, EMBASE/Excerpta Medica, CAS)等所收录,被国内权威数据库:《中文核心期刊要目总览》、中国科技论文统计源数据库、中国科学引文数据库等列为药学类核心期刊,屡获国家新闻出版总署、教育部、科技部等各种优秀期刊奖。

2008 年,《中国药科大学学报》被评为**中国精品科技期刊**,2006、2008、2010 年连续 3 次被教育部评为**中国高校精品科技期刊**。据中国知网,中国学术期刊(光盘版)电子杂志社《中国学术期刊影响因子年报(2010 版)》公布的最新数据,《中国药科大学学报》复合影响因子为 1. 171,位居中国药学历学学术期刊第 4 位。学术影响力极高,在高等院校、科研机构、制药企业、医院等单位拥有众多读者。

本刊为双月刊,96 页。国际标准开本,国内外公开发行。欢迎到当地邮局订阅,漏订者可直接与编辑部联系。

国内刊号:CN 32-1157/R

国内邮发代号:28-115

地 址:南京童家巷 24 号

电 话:025-83271566/562

E-mail:cpuxuebao@sohu.com

ISSN:1000-5048

定 价:20 元/期,全年 120 元

邮政编码:210009

传 真:025-83271279

xuebao@cpu.edu.cn

http://www.zgykdxxb.cn