

荆芥与连翘混合挥发油提取工艺优化[△]

李佳佳^{1*}, 郑鹏¹, 顿佳颖¹, 高亚玲², 甄丽娜³, 李春花^{1#} (1. 河北中医学院药学院, 石家庄 050200; 2. 河北化工医药职业技术学院, 石家庄 050026; 3. 河北省人民医院肿瘤科, 石家庄 050057)

中图分类号 R284.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2019)06-0813-05
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2019.06.18

摘要 目的: 建立同时测定荆芥与连翘混合挥发油中 β -蒎烯、胡薄荷酮含量的方法, 并优化其混合挥发油提取工艺。方法: 采用气相色谱法测定 β -蒎烯、胡薄荷酮的含量, 色谱柱为Hp-5毛细管色谱柱, 检测器为氢火焰离子检测器, 程序升温, 进样量为0.5 μ L, 分流比为70:1, 载气为氮气, 进样口温度为250 $^{\circ}$ C, 检测器温度为280 $^{\circ}$ C, 空气流速为390 mL/min, 氢气流速为36 mL/min, 尾吹流速为15 mL/min, 氮气流速为1 mL/min。采用水蒸气蒸馏法提取混合挥发油, 以浸泡时间、提取时间、加水量、连翘粉碎粒度为考察因素, 以挥发油提取量、 β -蒎烯含量、胡薄荷酮含量及其综合评分为指标, 采用正交试验设计法结合信息熵法优化混合挥发油的提取工艺。结果: β -蒎烯、胡薄荷酮检测进样量线性范围分别为1.575~7.875 μ g($r=0.999\ 9$)、1.892~9.46 μ g($r=0.999\ 7$); 定量限分别为0.10、0.25 μ g, 检测限分别为0.03、0.08 μ g; 精密度、稳定性、重复性试验的RSD均小于2% ($n=6$); 加样回收率分别为97.77%~100.01% (RSD=0.93%, $n=9$)、96.47%~99.00% (RSD=0.89%, $n=9$)。优化的提取工艺为浸泡2 h、提取6 h、加入10倍量水(mL/g), 连翘粒度半瓣。在此条件下, 挥发油提取量、 β -蒎烯含量、胡薄荷酮含量分别为3.6 mL、1 450.4 mg、127.6 mg, RSD分别为1.62%、0.20%、1.42%。结论: 所建含量测定方法简单、准确, 重复性好, 优化所得提取工艺稳定、可行。

关键词 荆芥; 连翘; 混合挥发油; 水蒸气蒸馏法; 正交试验; 信息熵法; 气相色谱法; β -蒎烯; 胡薄荷酮

Optimization of the Extraction Technology of Volatile Oil from *Schizonepeta tenuifolia* and *Forsythia suspensa*

LI Jiajia¹, ZHENG Peng¹, DUN Jiaying¹, GAO Yaling², ZHEN Lina³, LI Chunhua¹ (1. College of Pharmacy, Hebei College of TCM, Shijiazhuang 050200, China; 2. Hebei Chemical and Pharmaceutical Vocational and Technical College, Shijiazhuang 050026, China; 3. Dept. of Oncology, Hebei Provincial People's Hospital, Shijiazhuang 050057, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish the method for content determination of volatile oil of *Schizonepeta tenuifolia* and *Forsythia suspensa*, and to optimize the extraction technology of the volatile oil. METHODS: The contents of β -pinene and pulegone were determined by GC method. The determination was performed on Hp-5 capillary column. The detector was hydrogen flame ion detector with programmed temperature. The sample size was 0.5 μ L, the split ratio was 70:1, the carrier gas was nitrogen, the inlet temperature was 250 $^{\circ}$ C, the detector temperature was 280 $^{\circ}$ C, the air flow rate was 390 mL/min, the hydrogen flow rate was 36 mL/min, the tail flow rate was 15 mL/min, and the nitrogen flow rate was 1 mL/min. Based on single factor test, orthogonal test combined with information entropy method were used to optimize the extraction technology of *S. tenuifolia* and *F. suspensa* using soaking time, extraction time, material-liquid ratio and forsythia grain size as factors, with the extraction amount of volatile oil, the content of β -pinene and pulegone and their comprehensive score as indexes. RESULTS: The linear range of β -pinene and pulegone 1.575-7.875 ($r=0.999\ 9$) and 1.892-9.46 μ g ($r=0.999\ 7$), respectively. The limits of quantitation were 0.10 and 0.25 μ g; the limits of detection were 0.03 and 0.08 μ g; RSDs of precision, stability and reproducibility tests were less than 2% ($n=6$); the recoveries were 97.77%-100.01% (RSD=0.93%, $n=9$) and 96.47%-99.00% (RSD=0.89%, $n=9$). The optimal extraction technology was soaking 2 h, extracting for 6 h, 10-fold water (mL/g), half a clove of granularity. Under this condition, the extraction amount of volatile oil, the contents of β -pinene and pulegone were 3.6 mL, 1 450.4 mg, 127.6 mg, respectively. RSD were 1.62%, 0.20%, 1.42%. CONCLUSIONS: Established method is simple, accurate and reproducible, and the optimal extraction technology is stable and feasible.

KEYWORDS *Schizonepeta tenuifolia*; *Forsythia suspensa*; Volatile oil; Steam distillation; Orthogonal test; Information entropy method; GC; β -pinene; Pulegone

[△] 基金项目: 河北省科技计划项目(No.15272701D); 河北省食品药品监督管理局科技计划项目(No.ZD2015028); 河北省高等学校科学技术研究项目(No.ZD2017245)

* 硕士研究生。研究方向: 中药制剂新技术与新剂型。电话: 0311-89926753。E-mail: 18330100510@163.com

通信作者: 教授, 硕士。研究方向: 中药制剂新技术与新剂型。电话: 0311-89926753。E-mail: 13803369966@163.com

羚羊感冒片是一种包衣片剂, 具有清热解毒之功效, 对流行性感冒的治疗具有显著疗效。该药由羚羊角、牛蒡子、淡豆豉、金银花、荆芥、连翘、淡竹叶、桔梗、薄荷素油、甘草等10味中药材组成, 其中荆芥与连翘的混合挥发油是其的主要药效成分。现代药理研究证实, 荆芥挥发油为“辛”味成分, 能行能散, 上达皮肤表层, 增

强皮肤血液循环,增加汗腺分泌,有解热作用^[1-2];连翘挥发油具有较强的抗炎、止痛作用^[3]。胡薄荷酮为荆芥挥发油的主要成分, β -蒎烯为连翘挥发油的主要成分,因此两者的含量可作为荆芥与连翘的混合挥发油质量控制的主要指标^[4-5]。

目前,对荆芥、连翘单味药挥发油提取的研究已有报道^[6-9],常用连翘挥发油的提取方法为水蒸气蒸馏法和超临界CO₂萃取法,荆芥挥发油的提取方法为水蒸气蒸馏法和微波辅助提取法,但尚未有荆芥与连翘混合挥发油提取工艺的文献报道。为此,本研究参考上述文献采用水蒸气蒸馏法提取荆芥与连翘的混合挥发油,并对其提取工艺进行优化;同时建立了采用气相色谱法测定荆芥与连翘混合挥发油的含量,旨在为其质量控制提供参考。

1 材料

1.1 仪器

7890B型气相色谱仪,包括SPH-300型氢气发生器、SPB-3型全自动空气源(美国Agilent公司);TD5A-WS台式低速离心机(湖南湘仪实验室仪器开发有限公司);BSM1204型分析天平(上海卓精仪器有限公司);LQ-A10002型电子天平(上海乐祺医疗器械有限公司)。

1.2 试剂

β -蒎烯对照品(批号:YN0418SA14,纯度:99%)、胡薄荷酮对照品(批号:Z18D6H7858,纯度:98%)均购自上海源叶生物科技有限公司;甲醇(色谱纯,天津市大茂化学试剂厂),无水硫酸钠(分析纯,深圳市中发源生物科技有限公司),无水乙醇(分析纯,天津市永大化学试剂有限公司),水为超纯水。

1.3 药材

荆芥饮片(批号:18031801)、连翘饮片(批号:18022302)均购于河北省保定市安国市场,经河北中医学院药学院侯芳洁副教授鉴定分别为唇形科植物荆芥(*Schizonepeta tenuifolia* Briq.)的干燥地上部分、木犀科(*Oleaceae*)植物连翘(*Forsythia suspensa* (Thunb.) Vahl)的干燥果实。

2 方法与结果

2.1 含量测定

2.1.1 气谱条件 色谱柱:Hp-5毛细管色谱柱(30 m×0.25 mm,0.25 μ m);检测器:氢火焰离子检测器;程序升温(升温程序见表1);进样量:0.5 μ L;分流比:70:1;载气:氮气;进样口温度:250 $^{\circ}$ C;检测器温度:280 $^{\circ}$ C;空气流速:390 mL/min;氢气流速:36 mL/min;尾吹流速:15 mL/min;氮气流速:1 mL/min。

表1 升温程序

Tab 1 Temperature programming

温度/ $^{\circ}$ C	升温速率/ $^{\circ}$ C/min	保持时间/min
80	0	2
100	2	0
200	4	0
250	10	0

2.1.2 混合对照品溶液的制备 精密称取 β -蒎烯对照品15.75 mg、胡薄荷酮对照品18.92 mg,分别置于5 mL量瓶中,加甲醇溶解并定容,制得 β -蒎烯、胡薄荷酮质量浓度分别为3.15、3.784 mg/mL的单一对照品溶液。精密吸取上述各单一对照品溶液1 mL,置于同一5 mL量瓶中,加甲醇定容,即得。

2.1.3 供试品溶液的制备 采用2015年版《中国药典》(四部)通则2204“水蒸气蒸馏法甲法”提取挥发油^[10]:精密称取荆芥82 g、连翘164 g,置于3 000 mL圆底烧瓶中,加水1 968 mL,浸泡2 h,使用电热套加热4 h,提取荆芥与连翘的混合挥发油。收集混合挥发油,加无水硫酸钠干燥,以3 000 r/min离心6 min,即得混合挥发油。取上述混合挥发油1.5 mL,置于5 mL量瓶中,加甲醇定容,即得。

2.1.4 阴性样品溶液 按“2.1.3”项下方法分别制备缺荆芥、连翘的单一阴性样品溶液。

2.1.5 系统适用性试验 精密吸取“2.1.2”项下混合对照品溶液、“2.1.3”项下供试品溶液、“2.1.4”项下阴性样品溶液各适量,按“2.1.1”项下气谱条件进样测定,记录色谱图,详见图1。由图1可知,理论板数以 β -蒎烯峰计均大于3 000,分离度均大于1.5,拖尾因子(T)=0.98(0.95< T <1.05)。

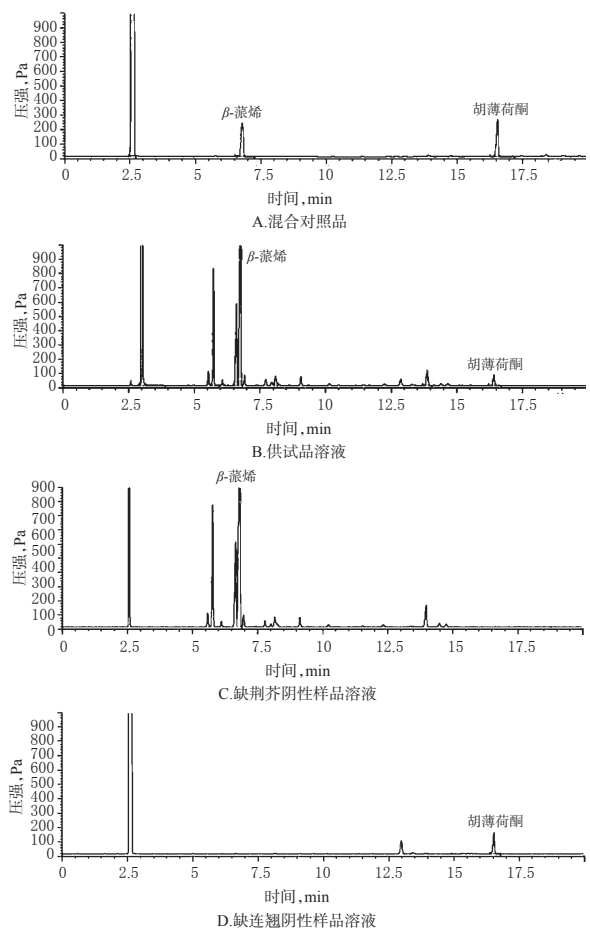


图1 气相色谱图

Fig 1 GC chromatograms

2.1.6 线性关系考察 取“2.1.2”项下各单一对照品溶液0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 μL ,按“2.1.1”项下气谱条件进样测定,记录峰面积。以进样量($x, \mu\text{g}$)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标进行线性回归,得 β -蒎烯回归方程为 $y=165\ 527.994\ 8x+70.969\ 0$ ($r=0.999\ 9$)、胡薄荷酮回归方程为 $y=125\ 366.832\ 6x+37.119\ 5$ ($r=0.999\ 7$)。结果表明, β -蒎烯、胡薄荷酮进样量线性范围分别为1.575~7.875、1.892~9.46 μg 。

2.1.7 定量限与检测限考察 取“2.1.2”项下各单一对照品溶液适量,倍比稀释,按“2.1.1”项下气谱条件进样测定,以信噪比10:1、3:1分别计算定量限、检测限。结果, β -蒎烯、胡薄荷酮的定量限分别为0.10、0.25 μg ,检测限分别为0.03、0.08 μg 。

2.1.8 精密度试验 取“2.1.2”项下混合对照品溶液适量,按“2.1.1”项下气谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果, β -蒎烯、胡薄荷酮峰面积的RSD分别为0.51%、1.19%($n=6$),表明仪器精密度良好。

2.1.9 稳定性试验 取“2.1.3”项下供试品溶液适量,分别于室温下放置0、2、4、6、8、10 h时按“2.1.1”项下气谱条件进样测定,记录峰面积。结果, β -蒎烯、胡薄荷酮峰面积的RSD分别为1.93%、1.55%($n=6$),表明供试品溶液于室温下放置10 h内基本稳定。

2.1.10 重复性试验 取药材样品适量,共6份,按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1.1”项下气谱条件进样测定,记录峰面积。结果, β -蒎烯、胡薄荷酮的平均含量分别为542.15、40.08 mg,RSD分别为1.84%、1.79%($n=6$),表明本方法重复性较好。

2.1.11 加样回收率试验 按处方组成取已知含量的药材样品,共9份,分别加入一定量的单一对照品溶液,按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1.1”项下气谱条件进样测定,记录峰面积并计算加样回收率,结果见表2。

表2 加样回收率试验结果($n=9$)

Tab 2 Results of recovery tests($n=9$)

待测成分	取样量, g	样品含量, mg	加入量, mg	测得量, mg	加样回收 率,%	平均加样 回收率,%	RSD, %
β -蒎烯	荆芥2 g、连翘4 g	14.810 0	11.848 0	26.248 2	98.46	98.83	0.93
	荆芥2 g、连翘4 g	14.810 0	11.848 0	26.351 4	98.85		
	荆芥2 g、连翘4 g	14.810 0	11.848 0	26.649 8	99.97		
	荆芥2 g、连翘4 g	14.810 0	14.810 0	29.618 3	99.99		
	荆芥2 g、连翘4 g	14.810 0	14.810 0	29.624 4	100.01		
	荆芥2 g、连翘4 g	14.810 0	14.810 0	29.021 2	97.98		
	荆芥2 g、连翘4 g	14.810 0	17.772 0	31.983 7	98.16		
	荆芥2 g、连翘4 g	14.810 0	17.772 0	31.855 6	97.77		
	荆芥2 g、连翘4 g	14.810 0	17.772 0	32.028 7	98.30		
胡薄荷酮	荆芥4 g、连翘8 g	3.900 0	3.120 0	6.772 4	96.47	97.89	0.89
	荆芥4 g、连翘8 g	3.900 0	3.120 0	6.897 6	98.26		
	荆芥4 g、连翘8 g	3.900 0	3.120 0	6.801 3	96.88		
	荆芥4 g、连翘8 g	3.900 0	3.900 0	7.604 5	97.49		
	荆芥4 g、连翘8 g	3.900 0	3.900 0	7.706 8	98.81		
	荆芥4 g、连翘8 g	3.900 0	3.900 0	7.693 5	98.63		
	荆芥4 g、连翘8 g	3.900 0	4.680 0	8.401 3	97.92		
	荆芥4 g、连翘8 g	3.900 0	4.680 0	8.494 1	99.00		
	荆芥4 g、连翘8 g	3.900 0	4.680 0	8.368 9	97.54		

2.1.12 样品含量测定 取药材样品适量,共9份,按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1.1”项下气谱条件进样测定,记录峰面积并计算样品含量。结果, β -蒎烯含量范围为762.7~1 430.3 mg,胡薄荷酮含量范围为51.3~123.7 mg。

2.2 混合挥发油提取工艺优化

2.2.1 试验设计与结果 通过查阅相关文献^[10-12],确定以浸泡时间(A)、提取时间(B)、加水量(C)、连翘粉碎粒度(D)为考察因素,以挥发油提取量、 β -蒎烯含量、胡薄荷酮含量为指标,优化提取工艺;每个因素取3个不同水平,采用 $L_9(3^4)$ 正交试验设计进行试验,并结合信息熵法确定各指标的权重系数。因素与水平见表3,试验设计与结果见表4。

表3 因素与水平

Tab 3 Factors and levels

水平	因素			
	A,h	B,h	C,mL/g	D
1	4	4	8	全粒
2	3	6	12	过10目筛
3	2	2	10	半瓣

表4 试验设计与结果

Tab 4 Test plan and results

试验号	因素				挥发油提取量, mL	β -蒎烯含量, mg	胡薄荷酮含量, mg	综合评分
	A	B	C	D				
1	1	1	1	1	2.9	1 165.8	73.5	0.709 8
2	1	2	2	2	2.6	1 069.5	65.9	0.641 3
3	1	3	3	3	2.5	1 056.7	63.3	0.622 2
4	2	1	2	3	3.2	1 378.1	85.3	0.818 5
5	2	2	3	1	3.5	1 404.7	123.7	0.994 9
6	2	3	1	2	2.5	1 013.3	86.7	0.706 1
7	3	1	3	2	3.5	1 430.3	86.3	0.851 8
8	3	2	1	3	3.4	1 353.2	90.7	0.847 3
9	3	3	2	1	2.2	762.7	51.3	0.496 0
K_1	1.97	2.38	2.26	2.20				
K_2	2.52	2.48	1.96	2.20				
K_3	2.26	1.82	2.47	0.17				
R	2.20	2.20	2.29	0.03				

2.2.2 信息熵法对数据的分析 参考相关文献^[13-14]方法对数据进行分析,建立原始评价指标矩阵(X_{ij})_{nm}和概率矩阵(P_{ij})_{nm}(i 指表4中的3个指标, j 指表4中的试验号, m 指下列序列中的行数, n 指下列序列中的列数)。

$$X = \begin{bmatrix} 2.9 & 2.6 & 2.5 & 3.2 & 3.5 & 2.5 & 3.5 & 3.4 & 2.2 \\ 1\ 165.8 & 1\ 069.5 & 1\ 056.7 & 1\ 378.1 & 1\ 404.7 & 1\ 013.3 & 1\ 430.3 & 1\ 353.2 & 762.7 \\ 73.5 & 65.9 & 63.3 & 85.3 & 123.7 & 86.7 & 86.3 & 90.7 & 51.3 \end{bmatrix}$$

$$P = \begin{bmatrix} 0.110\ 3 & 0.098\ 9 & 0.095\ 1 & 0.121\ 7 & 0.133\ 1 & 0.095\ 1 & 0.133\ 1 & 0.129\ 3 & 0.083\ 7 \\ 0.109\ 6 & 0.100\ 6 & 0.099\ 4 & 0.129\ 6 & 0.132\ 1 & 0.095\ 3 & 0.134\ 5 & 0.127\ 2 & 0.071\ 7 \\ 0.101\ 1 & 0.090\ 7 & 0.087\ 1 & 0.117\ 4 & 0.170\ 2 & 0.119\ 3 & 0.118\ 8 & 0.124\ 8 & 0.070\ 6 \end{bmatrix}$$

按以下公式计算各评价指标信息熵(H_i),得到各评价指标的 H_i :

$$H_i = - \frac{\sum_{j=1}^n P_{ij} \ln P_{ij}}{\ln n} \quad H_i = [0.994\ 2 \quad 0.992\ 2 \quad 0.986\ 9]$$

再计算各指标的权重系数(W_i): $W_i = \frac{1-H_i}{\sum_{i=1}^m (1-H_i)}$

$W_i = [0.218\ 6\ 0.291\ 1\ 0.490\ 4]$, 得挥发油提取量、 β -蒎烯含量、胡薄荷酮含量的权重系数分别为0.218 6、0.291 1、0.490 4。

对概率矩阵的数据进行加权处理,得到综合评分(综合评分= X_i 挥发油提取量/ X_{\max} 挥发油提取量 $\times 0.218\ 6 + X_i$ β -蒎烯含量/ X_{\max} β -蒎烯含量 $\times 0.291\ 1 + X_i$ 胡薄荷酮含量/ X_{\max} 胡薄荷酮含量 $\times 0.490\ 4$),再进行方差分析,综合评分结果见表4,方差分析结果见表5。

表5 方差分析结果

Tab 5 Variance analysis results

误差来源	A	B	C	D
离均差平方和	0.05	0.08	0.04	0.00
自由度	2.00	2.00	2.00	2.00
均方差	0.03	0.04	0.02	0.00
F	29.20	48.65	25.80	1.00
P	<0.05	<0.05	<0.05	

注: $F_{0.01}(1,2)=99$; $F_{0.05}(1,2)=19$

Note: $F_{0.01}(1,2)=99$; $F_{0.05}(1,2)=19$

由方差分析结果可知,各因素对挥发油提取量、 β -蒎烯含量、胡薄荷酮含量影响大小顺序为B>A>C>D,即提取时间>浸泡时间>加水量>连翘粉碎度;A、B、C对提取工艺均有显著性差异,其中提取时间为最主要影响因素,得到最优提取工艺为A₂B₂C₃D₃,即浸泡2 h、提取6 h、加入10倍量水(mL/g)、连翘粒度半瓣。

2.3 验证试验

按上述优化后的提取工艺,平行操作3次,得挥发油提取量、 β -蒎烯含量和胡薄荷酮含量分别为3.6 mL、1 450.4 mg、127.6 mg, RSD 分别为1.62%、0.20%、1.42%,提示优化所得提取工艺稳定、可行。

3 讨论

笔者查阅相关文献^[15-16],将进样口温度确定为250℃,检测器温度确定为280℃,又根据 β -蒎烯与胡薄荷酮的性质,将升温范围确定为80~250℃。分流比可直接影响样品的检测情况,由于气相色谱柱较细,样品汽化后不可能瞬间全部进入色谱柱,需要时间太长,此外色谱带中色谱峰较宽,需要及时分流部分样品,若分流比过小,进入色谱柱的样品量多,组分间不易分离,峰形不好;分流比过大,进入色谱柱的样品量太少,灵敏度较差,故选择分流比为70:1。

羚羊感冒片组方中荆芥、连翘的挥发油成分具有较强的解表作用,为主要药效成分。经预试验发现,荆芥与连翘的挥发油均为轻油,通过混合提取挥发油,不仅可以节省大量的时间与人力劳动,还可以使二者的挥发油很好地融合,有利于下一步的制剂操作,因此本研究按处方比例以荆芥:连翘=1:2提取混合挥发油,以满足实际生产的要求。

关于连翘挥发油的提取,已有较多文献报道^[2,9-10],但均未对连翘的粒度进行筛选。为提高挥发油提取量,

本研究将连翘粒度分为过10目筛、半瓣及全粒3个等级,结果,连翘粒度为半瓣时提取的挥发油提取量最高,且出油速度较快。分析其原因可能为:药材有效成分的溶出分为渗透和扩散两个阶段;当药材粒度较小时,溶剂更容易渗入药材颗粒内部而加快有效成分的溶出;药物粒度的大小会影响其有效成分扩散的快慢,药材粒度较小,扩散面积增大、扩散距离缩短,有利于有效成分的扩散^[17]。因此,粉碎后的连翘较未粉碎时,出油速度有所提升。但药材粉碎过细,大量细胞破裂,细胞内一些高分子物质溶于浸出液内,导致浸出杂质增多,溶液黏度增大,加之粉碎时间的增加,使粉碎机内温度升高,而致挥发油在粉碎过程中损失,故连翘粒度为过10目筛时挥发油提取量较低。

综上所述,所建含量测定方法简单、准确,重复性好,优化所得提取工艺稳定、可行。

参考文献

- [1] 权美平.荆芥挥发油药理作用的研究进展[J].现代食品科技,2013,29(6):1459-1462.
- [2] 解宇环,沈映君.荆芥挥发油抗炎作用的实验研究[J].中国民族民间医药,2009,18(11):1-2.
- [3] 肖会敏,王四旺,王剑波,等.连翘挥发油的成分分析及其药理作用的研究进展[J].时珍国医国药,2008,19(8):2047-2048.
- [4] 杨文婧.连翘:荆芥挥发油不同活性部位的抗炎作用及其纳米乳的制备[D].西安:西北大学,2010.
- [5] 何婷,汤奇,曾南,等.荆芥挥发油及其主要成分抗流感病毒作用与机制研究[J].中国中药杂志,2013,38(11):1772-1777.
- [6] 单鸣秋,于生,孙文君,等.GC-MS联用技术测定荆芥挥发油中6种单萜类化合物的含量[J].中国药房,2013,24(15):1377-1379.
- [7] 王燕,高洁,崔建强,等.陕产贯叶连翘挥发油的提取工艺优化及GC-MS分析[J].化学与生物工程,2016,33(3):28-32.
- [8] 张超,韩丽,杨秀梅,等.BP神经网络结合正交试验优化苦参方中荆芥挥发油的提取工艺[J].中成药,2015,37(1):70-74.
- [9] 张淑蓉,裴晓丽,王华阳.不同采收期连翘挥发油中 α -蒎烯和 β -蒎烯含量的比较[J].中国药房,2013,24(47):4469-4471.
- [10] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:四部[S].2015年版.北京:中国医药科技出版社,2015:203-204.
- [11] 刘艳,田吉,付秀娟,等.连翘挥发油提取工艺及包合工艺研究[J].泸州医学院学报,2010,33(4):382-384.
- [12] 杨春静,倪健,曹飒丽,等.荆芥挥发油的提取及胶体磨包合工艺研究[J].中国中医药信息杂志,2015,22(12):72-74.
- [13] 谢凡,施崇精,杨秀清,等.基于信息熵理论的正交设计结合指纹图谱优选加味四妙颗粒的提取工艺[J].中草药,2018,49(6):1331-1337.

蜈蚣草全草石油醚部位的化学成分研究[△]

侯远鑫^{1*}, 侯淑芬², 高荣敏¹, 陈家艺¹, 幸问月¹, 涂星^{3#}(1.湖北民族大学附属民大医院药学部,湖北恩施445000;2.重庆三峡中心医院重症医学科,重庆404000;3.湖北民族大学医学院,湖北恩施445000)

中图分类号 R284.1;R284.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2019)06-0817-04
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2019.06.19

摘要 目的:研究蜈蚣草全草石油醚部位的化学成分。方法:采用硅胶柱色谱、凝胶柱色谱、重结晶和薄层色谱法对蜈蚣草全草石油醚部位的化学成分进行分离纯化,根据理化性质、氢谱和碳谱数据鉴定化合物结构。结果:从蜈蚣草全草石油醚部位分离、鉴定得到11个化合物,分别为(2*R*)-acetyl pterisin B(I)、十六烷酸(II)、何帕-22(29)-烯(III)、表木栓醇(IV)、羽扇豆酮(V)、齐墩果-18-烯-3-酮(VI)、甾甾醇(VII)、 β -谷甾醇(VIII)、22-羟基何帕烷(IX)、麦角甾醇(X)、 β -谷甾醇乙酸酯(XI)。结论:化合物I~VII和IX~XI为首次从该植物中分离得到,可为深入研究蜈蚣草的生物活性药效物质基础、丰富其化学成分研究资料提供理论依据。

关键词 蜈蚣草;石油醚部位;化学成分;何帕-22(29)-烯;齐墩果-18-烯-3-酮;22-羟基何帕烷

Study on Chemical Constituents of Petroleum Ether Part from Whole Herbs of *Pteris vittata*

HOU Yuanxin¹, HOU Shufen², GAO Rongmin¹, CHEN Jiayi¹, XING Wenyue¹, TU Xing³(1. Dept. of Pharmacy, the Affiliated Minda Hospital of Hubei Minzu University, Hubei Enshi 445000, China; 2. Dept. of Critical Care Medicine, Chongqing Three Gorges Central Hospital, Chongqing 404000, China; 3. College of Medical Science, Hubei Minzu University, Hubei Enshi 445000, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To study the chemical constituents from the petroleum ether part from whole herbs of *Pteris vittata*. METHODS: The petroleum ether part from whole herbs of *P. vittata* was separated and isolated by silica gel column, gel column, recrystallization and TLC. The structures of the compounds were identified according to physicochemical properties and spectrum data (¹H-NMR and ¹³C-NMR). RESULTS: A total of 11 compounds were isolated and identified from the petroleum ether part from whole herbs of *P. vittata*, as (2*R*)-acetyl pterisin B (I), palmitic acid (II), hop-22(29)-ene (III), epifriedelanol (IV), lupenone (V), olean-18-en-3-one (VI), stigmasterol (VII), β -sitosterol (VIII), 22-hydroxyhopane (IX), ergosterol (X), β -sitosterol acetate (XI). CONCLUSIONS: Compounds I-VII and IX-XI are isolated from this plant for the first time, and can provide theoretic reference for further studying bioactive pharmacodynamic substances in *P. vittata* and enriching chemical component data.

KEYWORDS *Pteris vittata*; Petroleum ether part; Chemical constituents; Hop-22(29)-ene; Olean-18-en-3-one; 22-hydroxyhopane

蜈蚣草(*Pteris vittata* L.)系凤尾蕨科(*Pteridaceae*)凤尾蕨属(*Pteris* L.)植物,别名百足草、蜈蚣蕨、舒筋草等,广泛分布于我国热带和亚热带地区,尤其是广东和广西地区,常以全草入药^[1]。蜈蚣草具有清热解毒、消肿止痛、舒筋活络的功效,临床上主要用来治疗蜈蚣咬伤、

痢疾、风湿疼痛、跌打损伤、疥疮等症^[1-2]。蜈蚣草中主要含有黄酮类和有机酸类成分,其中黄酮类成分为芹菜素、木犀草素、芹菜素-7-*O*- β -D-吡喃葡萄糖苷、山柰素-3-*O*- β -D-吡喃葡萄糖苷、木犀草素-7,3',4'-三甲醚、3'-甲氧基木犀草素、7-羟基-8-甲氧基香豆素、柯伊利

[14] 李森,王星星,康小东,等.基于信息熵理论的哮喘方水提取工艺优选研究[J].中草药,2016,47(12):2113-2117.

[△] 基金项目:湖北省科技计划项目(No.2017CFB323);湖北省教育厅科学技术研究项目(No.Q20161904)

* 主管药师,硕士。研究方向:临床药理学。电话:0718-8301085。E-mail:717868720@qq.com

通信作者:副教授,硕士生导师,博士。研究方向:民族医药的开发利用与保护研究。电话:0718-8437479。E-mail:125001066@qq.com

[15] 赵立子,金钺,韩晓敏,等.北京、河北地区荆芥挥发油的GC特征图谱[J].中成药,2015,37(8):1762-1766.

[16] 董梅娟,李媛媛,王瑞明,等.山西连翘挥发油气相色谱-质谱特征图谱研究[J].中国医院药学杂志,2011,31(5):355-357.

[17] 陈甫明.浅析中药前处理与药物粉碎的应用[J].轻工科技,2014,30(2):95-96.

(收稿日期:2018-05-14 修回日期:2018-12-26)

(编辑:陈宏)