

应用实例

北细辛不同生长期甲基丁香酚 和黄樟醚的气相色谱法定量分析*

王 栋 王喜军 夏晓晖* *

(黑龙江中医药大学 哈尔滨 150040)

提 要 对北细辛不同生长期所含甲基丁香酚(methyleugenol)和黄樟醚(safrole)用气相色谱法进行了定量分析。结果表明:地下部分甲基丁香酚以萌动期和果后期含量为最高;黄樟醚以萌动期、花期和果后期为最高。地上部分二者均以花期为最高,以后各时期依次减少。

关键词 气相色谱法,北细辛,甲基丁香酚,黄樟醚
分类号 O658/R93

1 前言

北细辛[*Asarum heterotropoides* F. Schm. var. *mandshuricum* (M.) Kitag.]为常用中药,其有效成分为挥发油,挥发油中主要含甲基丁香酚和黄樟醚。我们以栽培的北细辛为材料,分别采收不同生长发育期的地上和地下两部分提取挥发油。以气-质联用法对两种成分定位后以气相色谱法进行含量测定,目的在于探讨两种成分在北细辛全草中的分布、变化和积累规律,以期为其应用提供实验依据。

2 实验部分

2.1 材料

栽培6年生北细辛,按不同生长发育期分别采收地下和地上两部分,阴干备用。

2.2 挥发油提取

以水蒸气蒸馏法提取,得挥发油以无水硫酸钠干燥。

2.3 挥发油中甲基丁香酚和黄樟醚的确认

采用气-质联用法及质谱图与标准图谱^[1]对照,确定两种成分的峰位。仪器及条件:GC-9A型岛津气相色谱仪,固定相OV-101,玻璃毛细管柱50m×0.33mm,柱温60~200℃,程序升温6℃/min,载气N₂,检测器FID,柱前压147kPa,进样量0.15μL。QP1000A型质谱仪,电子能量70eV,离子源温度200℃,加速电压4kV,扫描0.1s。

2.4 含量测定方法

用气相色谱归一化法测定样品中甲基丁香酚和

黄樟醚在挥发油中的相对含量。所含成分的含量(未考虑校正因子)为峰面积归一化的面积百分比。仪器及测定条件:同2.3项的气相色谱部分。二者气相色谱的主要条件如柱、载气、检测器及仪器型号均相同。地下、地上两部分样品中挥发油的气相色谱图见图1。各样品按保留时间确定峰位,含量取3次测定的平均值。

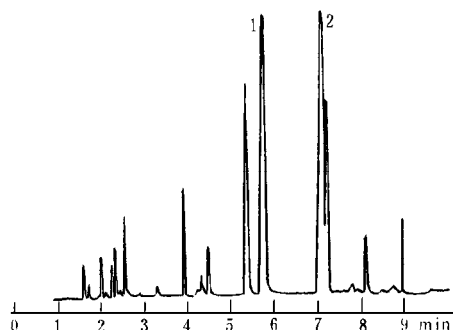


图1 挥发油的气相色谱图

Fig 1 GC chromatogram of the essential oil

1. 黄樟醚(safrole), 2. 甲基丁香酚(methyleugenol)。

3 结果与讨论

3.1 结果

不同生长期的北细辛地下、地上共13个样品挥发油中两种成分相对含量的测定结果见表1,2。

3.2 讨论

本文首次对栽培北细辛不同生长发育期甲基丁香酚和黄樟醚进行了气相色谱法定量分析。结果表

* * 本课题为黑龙江省自然科学基金资助项目
* * 九三级药物化学研究生
本文收稿日期:1995-10-11,修回日期:1996-02-20

表 1 地下部分成分的含量(%)
Table 1 The contents of constituents in the subterranean part (%)

发育期 Development stage	萌 动 Sprouting	花 期 Bloom ing	结 果 Fruiting	果 后 A fter fruiting	果 后	果 后	枯 萎 W ithering	休 眠 Stagnent period of growth
采期(月·日) Time(date)	4.13	5.11	6.24	7.20	8.22	9.23	10.20	11.13
甲基丁香酚含量 Content of the methyleugenol	39.48	37.72	21.95	28.43	32.39	24.43	24.97	22.39
黄樟醚含量 Content of the safrole	29.57	32.93	22.84	21.39	32.28	27.14	17.69	28.77

表 2 地上部分成分的含量(%)
Table 2 The contents of constituents in the upterranean part (%)

发育期 Development stage	花 期 Bloom ing	结 果 Fruiting	果 后 A fter fruiting	果 后	果 后
采期(月·日) Time(date)	5.11	6.24	7.20	8.22	9.23
甲基丁香酚含量 Content of the methyleugenol	9.61	7.44	4.89	5.44	1.42
黄樟醚含量 Content of the safrole	2.13	1.74	1.13	0.91	0.36

明: 地下部分甲基丁香酚占挥发油的 21% ~ 39%, 黄樟醚占 17% ~ 33%。地上部分甲基丁香酚为 1.4% ~ 9.6%, 黄樟醚为 0.36% ~ 2.13%。在北细辛药材中, 由于地下部分挥发油显著高于地上部分, 因此这两种成分主要存在于北细辛地下部分的根系中。从不同生长发育期来看, 地下部分甲基丁香酚以萌动期、花期和果后期含量为最高; 黄樟醚以萌动期、花期和果后期的八九月份为最高。地上部分二者均以花期为最高, 以后各期依次减少。

综上所述, 本文实验结果明确了北细辛中主要有效成分在不同生长阶段的积累动态和年变化规律, 也为确定北细辛的最佳采收期提供了科学依据。

致谢 气-质联用由黑龙江省测试中心代测, 在此表示感谢。

参 考 文 献

1 A tenhagen E *et al.* Registry of mass spectral data. Vol I -II. New York: John Wiley Sons Inc. 1974

Analysis of Season Variation of Methyleugenol and Safrole in *Asarum Heterotropoides* by Gas Chromatography

Wang Dong, Wang Xijun and Xia Xiaohui

(*Heilongjiang University of Traditional Chinese Medicine, Harbin, 150040*)

Abstract We established a method for quantitative analysis of methyleugenol and safrole in *Asarum heterotropoides* by GC to study their season variation. The results showed that the content of methyleugenol in the essential oil of the subterranean part of different seasons was 21% -39%, and that for safrole was 17% -33%. In the upterranean part, methyleugenol was 1.4% -9.6%, and safrole was 0.36% -2.1%. It is clear that methyleugenol and safrole are provided mainly by the subterranean part. The quantity of methyleugenol is the richest in the period of sprouting and after-fruiting, and for the safrole content the richest periods are that of sprouting, blooming and after-fruiting. In the case of upterranean part, the richest time is blooming period both for methyleugenol and safrole, and after blooming they decrease gradually.

Key words gas chromatography, *Asarum heterotropoides*, methyleugenol, safrole