

中药二妙丸中有效成分分析

颜晓林, 郑成贵

(北京军医学院, 北京 100071)

摘要: 用 GC/MS 方法, 对单味药材饮片和二妙丸的石油醚提取液进行比较, 用内标法考察饮片制成水丸剂后化学成分的变化, 结果表明: 由黄柏和苍术组成的二妙丸其化学成分并非黄柏、苍术化学成分的简单加合, 单味药制成丸剂后, 其石油醚提取液中有的成分消失, 但有些成分含量却增加。

关键词: 质谱学; 二妙丸分析; GC/MS; 黄柏和苍术

中图分类号: O 657. 63; R 286. 0 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-2997(2003)02-446-03

二妙丸系元代《丹溪心法》中方^[1], 由苍术和黄柏两味药组成, 原为散剂, 《世医得效方》中又名苍术散, 后将散剂改制成水丸剂。功能燥湿清热^[2], 主治湿热下注, 足膝红肿热痛, 下肢丹毒等。我国自 20 世纪 80 年代以来历版药典均将其收载。为了了解其产生药理作用的物质基础, 本工作拟应用 GC/MS 方法, 对单味药材的石油醚提取液和二妙丸的石油醚提取液进行比较, 用内标法考察饮片制成水丸剂后石油醚提取液中化学成分的变化。

1 实验部分

1.1 主要仪器

AUTOSYSTEM GC-Q MASS 气相色谱-质谱联用仪: PE 公司产品; RtX-5 石英毛细管柱 (Crossbond 95% dimethyl-5% diphenyl polysiloxane), 规格: 30 m × 0.25 mm, NIST/EPA/NIH 质谱数据库。

1.2 主要试剂

回香醛: 化学纯; 石油醚 (30~60 °C): 分析纯; 二妙丸: 北京同仁堂产品, 批号 2080078; 炒苍术: 北京同仁堂产品; 炒黄柏: 北京同仁堂产品。

1.3 实验方法和条件

(1) 气相色谱条件

进样口温度 250 °C, 升温程序: 80 °C 起, 以 3 °C/min 升至 125 °C, 恒温 10 min, 然后以 2 °C/min 升至 201 °C, 再以 10 °C/min 升至 251 °C, 恒温 2 min。载气: He (99.999%), 柱前压: 48.23 kPa, 分流进样, 分流比为 30:1。

(2) 质谱条件

接口温度 250 °C, 离子源温度 200 °C, EI 电离方式, 电子能量 70 eV, 质量扫描范围 m/z 40~600。

1.4 供试液的制备

(1) 取炒黄柏, 粉碎后, 称取粉 6.0 g, 加石油醚 50 mL, 60 °C 水浴回流提取 1 h 后, 将回流提取液浓缩, 并定容至 1.0 mL, 既得黄柏石油醚提取液。取炒苍术, 同黄柏的操作得苍术石油醚提取液。另取二妙丸, 粉碎后, 称取粉 12.0 g, 同黄柏的操作得二妙丸石油醚提取液。

(2) 取回香醛 200 μ L, 以石油醚稀释至 4.0 mL 既得回香醛内标溶液。

(3) 分别取黄柏石油醚提取液、苍术石油醚提取液和二妙丸石油醚提取液各 400 μ L, 各加入回香醛内标溶液 200 μ L 得黄柏供试液, 苍术

收稿日期: 2002-12-25

作者简介: 颜晓林 (1948~), 女 (汉族), 湖南茶陵人, 副教授, 药物分析专业

E-mail: yxlin@chinanews.com.cn



供试液及二妙丸供试液。各供试液分别进样 0.6 μL ，对所得到的图谱进行比对和分析。

和苍术石油醚提取液基本相同，仅在 4.18 min 出现由共存组分黄柏中的己酸峰。

2 结果和讨论

由完全相同实验条件下得到的三张图中可以看出：二妙丸石油醚提取液中的主要化学成分和苍术石油醚提取液进行比对，结果列于表 1。

表 1 二妙丸石油醚提取液的化学成分
Table 1 Chemical composition of ErMiao pills

组 分 (Component)		t/min	与内标峰面积比值		η (二妙丸/苍术)
			苍术	二妙丸	
			(Cortex Phellodendr)	(ErMiao pills)	
β 木兰烯	(β M aaliene)	15.63	0.043 2	0.062 1	1.437 5
牻牛儿醇酯	(Geraniol ester)	15.82	0.042 4	0.057 2	1.349 0
雅橐蓝烯	(Eremophilene)	15.96	0.068 6	0.086 2	1.256 6
β 榄香烯	(β Elemene)	16.15	0.180 1	0.414 8	2.303 2
δ 愈创木烯	(δ Guaiene)	16.82	0.044 4	0.055 6	1.252 2
石竹烯	(Caryophyllene)	17.39	0.057 8	0.060 8	1.051 9
大牻牛儿烯 B	(Gemacrene B)	18.12	0.186 6	0.405 2	2.171 5
α 律草烯	(α Humulene)	19.17	0.028 7	0.038 7	1.348 4
γ 芹子烯	(γ Selinene)	20.73	0.308 0	0.268 6	0.872 1
β 芹子烯	(β Selinene)	21.90	1.757 1	1.810 1	1.030 2
α 芹子烯	(α Selinene)	22.21	0.181 6	0.195 6	1.070 1
	(Butylade Hydroxytoluene)	23.36	0.091 9	0.131 6	1.432 0
β 雪松烯	(β Cedrene)	24.00	0.208 7	0.414 1	1.984 2
瓦伦烯	(Valencene)	24.92	0.310 4	0.081 2	0.261 6
化合物 1	(Component 1)	25.48	0.060 3	0.014 5	0.240 5
化合物 2	(Component 2)	25.65	0.056 9	0.012 8	0.225 0
榄香醇	(β Elemol)	27.96	0.094 6	0.462 4	4.887 9
石竹烯氧化物	(Caryophyllene)	28.59	0.056 6	0.073 7	1.302 1
β 桉叶醇	(β Eudesmol)	35.16	1.342 8	7.355 5	5.477 7
化合物 3	(Component 3)	36.63	0.193 7	0.377 8	1.950 4
α 甜没药萜醇	(α Bisabolol)	37.11	1.062 0	1.579 2	1.487 0
化合物 4	(Component 4)	42.89	3.679 3	7.705 7	2.094 3
化合物 5	(Component 5)	44.48	0.086 3	0.089 6	1.038 2
化合物 6	(Component 6)	46.77	0.081 9	0.092 1	1.124 5
化合物 7	(Component 7)	49.95	0.147 2	0.153 9	1.045 5
化合物 8	(Component 8)	57.36	0.248 6	0.194 6	0.790 0
化合物 9	(Component 9)	57.90	0.131 5	0.618 3	4.701 9
化合物 10	(Component 10)	58.79	0.164 0	0.536 8	3.273 2
化合物 11	(Component 11)	60.46	0.397 4	0.414 6	1.047 8
化合物 12	(Component 12)	68.55	0.405 1	0.0	0.0

3 结 论

比对结果表明二妙丸是由黄柏和苍术组成,但其化学成分并非黄柏、苍术化学成分的简单加合,单味药制成丸剂后,其石油醚提取液中有的成分消失,如化合物 12(结构未定);有的成分含量降低,如 γ -芹子烯、化合物 8 等。但有些含量却增加,如 β -桉叶醇、榄香醇和化合物 9 等。这些变化对药理作用有何影响?其中真正的药效成分

是什么?有待进一步研究。

参考文献

- [1] 简明中医辞典[M] 北京:人民卫生出版社, 1979, 12
- [2] 中华人民共和国药典一部[M] 北京:中国医药出版社, 2000, 326

Study on Chemical Constituents of Er Miao Pills

YAN Xiao-lin, ZHEN G Cheng-gui

(Beijing Military Medical College, Beijing 100071, China)

Abstract: Comparing of the chemical constituents in the petroleum solution of Rhizoma Atractylodis and in the petroleum solution of Cortex Phellodendri with the chemical constituents in the petroleum solution of Er Miao Pills are obtained by GC/MS. The results show that the chemical constituents of pills made of Rhizoma Atractylodis and Cortex Phellodendri are not simply combined together with chemical constituents of Rhizoma Atractylodis and Cortex Phellodendri. The quantitative of some chemical constituents such as γ -Selinene and Compound No. 8 are reduced, another chemical constituents such as β -Eudesmol, β -Elemol and Compound No. 9 are reduced.

Key words: mass spectrometry; analysis of Er Miao Pills; GC/MS; Rhizoma Atractylodis and Cortex Phellodendri

专利简讯

多肽测序的方法和试剂盒

【公开日】 2002 03 13 【公开号】 1340162 【主分类号】 G01N 33/68

【申请日】 2000 01 12 【申请号】 00802949 0

【申请人】 宝洁公司 【地址】 美国俄亥俄州

【发明人】 T·W·基奥; R·S·杨古斯特

【摘要】 本专利公开提供了用于多肽测序的方法和试剂盒。该方法涉及多肽或其产生的肽的N-末端的衍生化。对一种或多种产生的衍生分析物进行质谱分析,以提供一种片段化模式,优选该片段化模式基本上没有a-离子和b-离子,提供了本领域普通技术人员能够应用熟知的技术进行翻译的质谱,同时描述了能提高该增强方法便于实施的试剂盒。