

学校编码: 10384

分类号\_\_\_\_密级\_\_\_\_

学号:

32320121153099

UDC\_\_\_\_

厦 门 大 学

硕士学位论文

铁皮石斛的质量控制与化学成分研究

Study on quality control and chemical components of  
*Dendrobium candidum*

王东

指导教师姓名: 吴振教授

丘鹰昆副教授

专业名称: 药物化学

论文提交日期: 2015年 5月

论文答辩时间: 2015年 5月

学位授予日期: 2015年 6月

答辩委员会主席: \_\_\_\_\_

评阅人: \_\_\_\_\_

2015年 5月

铁皮石斛的质量控制与化学成分研究

王东

指导老师

吴振  
教授

丘鹰昆

副教授

厦门大学



## 厦门大学学位论文著作权使用声明

本人同意厦门大学根据《中华人民共和国学位条例暂行实施办法》等规定保留和使用此学位论文，并向主管部门或其指定机构送交学位论文(包括纸质版和电子版)，允许学位论文进入厦门大学图书馆及其数据库被查阅、借阅。本人同意厦门大学将学位论文加入全国博士、硕士学位论文共建单位数据库进行检索，将学位论文的标题和摘要汇编出版，采用影印、缩印或者其它方式合理复制学位论文。

本学位论文属于：

(        )1.经厦门大学保密委员会审查核定的保密学位论文，于    年    月    日解密，解密后适用上述授权。

(        )2.不保密，适用上述授权。

(请在以上相应括号内打“√”或填上相应内容。保密学位论文应是已经厦门大学保密委员会审定过的学位论文，未经厦门大学保密委员会审定的学位论文均为公开学位论文。此声明栏不填写的，默认为公开学位论文，均适用上述授权。)

声明人(签名)：

2015 年    月    日

厦门大学博硕士学位论文摘要库

## 摘要

本研究对人工种植的铁皮石斛进行质量控制及化学成分研究。

本论文运用硫酸-苯酚法测定铁皮石斛中的多糖含量,运用高效液相测定铁皮石斛中的甘露糖含量及农药多菌灵的残留量,运用原子吸收和原子荧光法测定铁皮石斛中的重金属元素及微量金属元素含量。

通过对不同批次、不同生长年限的铁皮石斛进行测定,确定了人工种植铁皮石斛的含水量范围在 79.36%~81.79%;多糖含量范围为 25.14~33.75%,甘露糖含量范围为 15.18%~23.67%;多菌灵的残留量范围为 0.0048%~0.0109%;微量金属元素 Cu 在限量标准之内, Zn 的含量超过限量范围; Cd、Cr、Pb、As、Hg 等五种重金属元素含量均在限定范围内。

综合运用制备薄层层析、硅胶柱色谱、ODS 柱色谱以及反相 HPLC 制备色谱等多种分离手段对铁皮石斛叶乙醇提取物的化学成分进行了初步的研究,从中分离得到化合物 10 个。通过现代波普学手段 (MS、 $^1\text{H-NMR}$ 、 $^{13}\text{C-NMR}$ ) 鉴定它们的化学结构,分别为:  $\beta$ -谷甾醇 (1)、环 (L-脯氨酸-L-脯氨酸) 二肽 (2)、1-[2-(furan-2-yl)-2-oxoethyl]pyrrolidin-2-one (3)、柚皮素 (4)、对羟基苯丙酸 (5)、对羟基桂皮酸 (6)、白藜芦醇 (7)、表儿茶素 (8)、槲皮素-3-O- $\beta$ -D-葡萄糖苷 (9)、腺苷 (10)。其中化合物 2、化合物 3、化合物 7 首次从该植物中分离得到。

上述研究为人工种植铁皮石斛的质量控制及综合利用铁皮石斛药材资源提供了依据与指导。

**关键词:** 铁皮石斛; 质量控制; 化学成分

### Abstract

This work focus on the study of the quality control and chemical composition of planted *Dendrobium candidum*.

We determined the polysaccharide content of *Dendrobium candidum* with phenol-sulfuric acid method , detected the mannose content and pesticide residues with HPLC , and detected heavy metal content and content of trace elements using atomic absorption spectrophotometry and atomic fluorescence spectrometry.

We has defined the suitable standard of quality control by researching the effect of batches and growth years on water content, polysaccharide content, pesticide residues, heavy metal content. Finally, we measured that the moisture content obtained from many samples was within the range of 79.36%~81.79% and the average moisture content of 80.64%. We also found the ranges of polysaccharide content and mannose content in different batches of *Dendrobium candidum* were 25.14~33.75% and 15.18%~23.67% respectively. Carbendazim was applied as standard to detect pesticide residues and the range of residues is 0.0048%~0.0109%. Lastly, in order to determine heavy metals and trace elements residues, seven elements (Cd, Zn, Cr, to Pb, Cu, As, Hg) were used as the index. All the content of elements were within restricted range except Zn.

The combined use of thin-layer silica gel plates, silica gel column chromatography, ODS column chromatography and reversed-phase HPLC preparation chromatography were applied to separation of ethanol extract of the leaves of *Dendrobium candidum*, and 10 compounds were isolated from it. With the help of modern pop (MS, <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR) technologies, their chemical structures were identified, they are respectively:  $\beta$ -sitosterol (1), cyclo (L) - Pro- (L) -Pro (2), 1-[2-(furan-2-yl) -2-oxoethyl]pyrrolidin-2-one (3), naringenin (4), p-hydroxybenzoic acid (C 5), p-hydroxycinnamic acid (6), resveratrol (7), epicatechin, quercetin (8) -3-O-beta -D- glucoside (9), adenosine (10).Compound 2, compound 3, compound 7 were isolated for the first time.

Our research provides basis and guidance for the quality control and comprehensive utilization of *Dendrobium candidum*.

**Keywords:** *Dendrobium candidum*; quality control; chemical composition.

厦门大学博硕士学位论文摘要库



缩略语

缩略语

Abbreviation	Full Name
ODS	Octadecylsilyl
HPLC	High Performance Liquid Chromatography
RP-HPLC	Reversed phase high performance liquid
TLC	Thin layer chromatography
ESI-MS	Electrospray ionization-mass spectrum
<i>m/z</i>	Mass-to-charge ratio
NMR	Nuclear Magnetic Resonance
<sup>1</sup> H-NMR	H nuclear magnetic resonance
<sup>13</sup> C-NMR	<sup>13</sup> C nuclear magnetic resonance
DMSO	Dimethyl sulfoxide
$\delta$	Chemical shift
<i>J</i>	Coupling Constant
d	Doublet
dd	Doublet of doublet
s	Singlet
t	Triplet
m	Multiple

厦门大学博硕士论文摘要库

目录

中文摘要 .....	I
英文摘要 .....	II
缩略语.....	IV
<b>第一章前言 .....</b>	<b>1</b>
1.1 引言 .....	1
1.2 铁皮石斛概述 .....	2
1.2.1 石斛的分类 .....	2
1.2.2 铁皮石斛主要药理作用 .....	3
1.2.2.1 抗衰老抗疲劳作用 .....	3
1.2.2.2 抗肿瘤作用 .....	4
1.2.2.3 降血糖作用 .....	4
1.2.2.4 降血压作用 .....	5
1.2.2.5 免疫增强作用 .....	5
1.2.3 铁皮石斛主要化学成分 .....	6
1.2.3.1 多糖 .....	6
1.2.3.2 联苜类化合物 .....	7
1.2.3.3 苯丙素类 .....	8
1.2.3.4 生物碱类 .....	8
1.2.3.5 氨基酸类 .....	8
1.2.3.6 挥发油类 .....	9

1.2.3.7 微量元素类	9
<b>1.3 立题依据</b>	<b>10</b>
1.3.1 铁皮石斛质量控制研究	10
1.3.2 铁皮石斛叶化学成分研究	11
<b>1.4 主要研究内容</b>	<b>11</b>
<b>第二章铁皮石斛的质量控制研究</b>	<b>13</b>
<b>2.1 引言</b>	<b>13</b>
<b>2.2 耗材、试剂及仪器</b>	<b>14</b>
2.2.1 实验耗材与试剂	14
2.2.2 实验仪器	14
<b>2.3 鲜铁皮石斛的水分含量测定</b>	<b>15</b>
2.3.1 测定用鲜铁皮石斛样品	15
2.3.2 测定方法	15
2.3.3 测定结果	15
2.3.4 结论	15
<b>2.4 铁皮石斛的多糖含量测定</b>	<b>16</b>
2.4.1 测定样品的准备	16
2.4.2 对照溶液的制备	16
2.4.3 标准曲线的制备	16
2.4.4 供试品溶液的制备	16
2.4.5 测定方法	16
2.4.6 测定结果	17
2.4.6.1 标准曲线结果	17

2.4.6.2 不同批次铁皮石斛、齿瓣石斛（紫皮石斛）多糖测定结果 .....	17
2.4.6.3 不同生长年限铁皮石斛多糖测定结果 .....	18
2.4.7 结论 .....	18
<b>2.5 铁皮石斛的甘露糖含量测定 .....</b>	<b>19</b>
2.5.1 测定样品的准备 .....	19
2.5.2 色谱条件与系统适用性实验 .....	19
2.5.3 校正因子测定 .....	19
2.5.4 测定方法 .....	19
2.5.5 测定结果 .....	21
2.5.6 结论 .....	22
<b>2.6 铁皮石斛的农药残留量测定 .....</b>	<b>22</b>
2.6.1 测定样品的准备 .....	22
2.6.2 对照溶液的制备 .....	22
2.6.3 色谱条件选择 .....	22
2.6.4 测定方法 .....	22
2.6.5 测定结果 .....	23
2.6.6 结论 .....	24
<b>2.7 铁皮石斛的微量金属元素、重金属元素含量测定 .....</b>	<b>24</b>
2.7.1 微量金属元素铜、锌及重金属元素铅、铬、镉的测定 .....	24
2.7.1.1 测定样品的准备 .....	24
2.7.1.2 原子吸收测定元素标准工作曲线溶液的配制 .....	24
2.7.1.3 标准工作曲线 .....	25
2.7.1.4 样品的测定 .....	30
2.7.2 重金属元素砷的测定 .....	30

2.7.2.1 原子荧光光度计的工作条件 .....	30
2.7.2.2 试剂及其溶液配制 .....	30
2.7.2.3 As 标准曲线的绘制 .....	30
2.7.2.4 样品的测定 .....	31
2.7.3 重金属元素汞的测定 .....	31
2.7.3.1 原子荧光光度计的工作条件 .....	31
2.7.3.2 试剂及其溶液配制 .....	32
2.7.3.3 Hg 标准曲线的绘制 .....	32
2.7.3.4 样品的测定 .....	33
2.7.4 测定结果 .....	33
2.7.5 结论 .....	35
<b>2.8 本章小结 .....</b>	<b>35</b>
<b>第三章铁皮石斛化学成分分离 .....</b>	<b>36</b>
3.1 引言 .....	36
3.2 耗材、试剂及仪器 .....	36
3.2.1 耗材 .....	36
3.2.2 试剂 .....	36
3.2.3 仪器 .....	36
3.3 供试样品的制备 .....	37
3.4 铁皮石斛叶乙醇提取物的分离流程 .....	39
<b>第四章化合物的结构解析 .....</b>	<b>40</b>
<b>第五章总结 .....</b>	<b>45</b>
<b>参考文献 .....</b>	<b>46</b>

硕士期间发表的文章 .....	51
致谢.....	52
附录.....	53

厦门大学博硕士论文摘要库

## Contents

<b>Abstract in Chinese</b> .....	I
<b>Abstract in English</b> .....	II
<b>Acronym</b> .....	IV
<b>Chapter 1 Preface</b> .....	1
<b>1.1 Introduction</b> .....	1
<b>1.2 The overview of <i>Dendrobium candidum</i></b> .....	2
1.2.1 Categories of <i>Dendrobium candidum</i> .....	2
1.2.2 Main pharmacological effect of <i>Dendrobium candidum</i> .....	3
1.2.2.1 Antiaging and antifatigue effect.....	3
1.2.2.2 Antitumor effect.....	4
1.2.2.3 Hypoglycemic effect.....	4
1.2.2.4 Decrease blood pressure effect.....	5
1.2.2.5 Immune enhancement effect.....	5
1.2.3 Mmain chemical components of <i>Dendrobium candidum</i> .....	6
1.2.3.1 Polysaccharide.....	6
1.2.3.2 Bibenzyl compound.....	7
1.2.3.3 Phenylpropanoid.....	8
1.2.3.4 Alkaloid.....	8
1.2.3.5 Amino acid.....	8
1.2.3.6 Volatile oil.....	9
1.2.3.7 Trace elements.....	9
<b>1.3 Foundation</b> .....	10
1.3.1 Study on quality control of <i>Dendrobium candidum</i> .....	10
1.3.2 Study on the chemical constituents of the leaves of <i>Dendrobium officinale</i> .....	11
<b>1.4 The main research contents</b> .....	11



Degree papers are in the “[Xiamen University Electronic Theses and Dissertations Database](#)”.

Fulltexts are available in the following ways:

1. If your library is a CALIS member libraries, please log on <http://etd.calis.edu.cn/> and submit requests online, or consult the interlibrary loan department in your library.
2. For users of non-CALIS member libraries, please mail to [etd@xmu.edu.cn](mailto:etd@xmu.edu.cn) for delivery details.