

舞草挥发性成分的气相色谱/质谱分析

赵莉^{1,2},王刚³,刘稳²,姚舜²,宋航^{2,*}

(1.绵阳师范学院,四川绵阳 621000;2.四川大学,四川成都 610000;
3.遵义医学院,四川遵义 563000)

摘要:目的:分析舞草挥发油的化学成分。方法:采用微波萃取法从舞草中提取挥发油;用气相色谱-质谱法对其化学成分进行分离鉴定;用归一化法测定其相对含量。结果:分离出 70 个峰,其中鉴定了 42 种成分,占挥发油色谱峰面积的 89.03%。结论:舞草挥发油的主要成分为 1,3-二(3-苯氧基苯氧基)苯、植酮、棕榈酸、二十烷等,百分含量依次为:37.70%、6.60%、21.61%、6.73%。

关键词:舞草,挥发油,气相色谱-质谱

Analysis of *Codariocalyx motorius* by gas chromatography-mass spectroscopy

ZHAO LI^{1,2}, WANG Gang³, LIU Wen², YAO Shun², SONG Hang^{2,*}

(1.Mianyang Normal University, Mianyang 621000, China;
2.Sichuan University, Chengdu 610000, China;
3.Zunyi Medical University, Zunyi 563000, China)

Abstract: Objective: To analyze the main chemical constituents of the essential oil from *Codariocalyx motorius*. Methods: The essential oil was extracted from *Codariocalyx motorius* by microwave extraction. The components of the essential oil were separated and identified by GC-MS. The relative content of each component was determined by area normalization. Results: 70 peaks were separated and 42 of them were identified, representing about 89.03% of the total content. Conclusions: The main chemical constituents of the essential oil from *Codariocalyx motorius* were m-bis(m-phenoxyphenoxy)benzene (37.70%), fitone (6.60%), Palmitic acid (21.61%) and n-docosane (6.73%).

Key words: *Codariocalyx motorius*; essential oil; GC-MS

中图分类号:TS207.3

文献标识码:A

文章编号:1002-0306(2014)07-0276-03

舞草为豆科舞草属植物舞草(*Codariocalyx motorius* (Houtt.) Ohashi)的枝条及叶^[1],别名情人草、接骨草、红母鸡药、风流草等^[2]。主要分布于福建、江西、广东、广西、贵州、云南及台湾等地区。除观赏价值之外,舞草还具有药用保健价值,全株均可入药。据《本草纲目》记载,该草具有去瘀生新、舒筋活络之功效。在民间用于治疗神经衰弱、胎动不安、小儿疳积、跌打肿痛、骨折、风湿腰痛、精神病、狂犬咬伤等症^[3]。舞草全草化学成分已有研究,舞草乙醇提取物中分离得到 10 个化合物,鉴别结构分别为(-)-表儿茶素(1,(-)-epi-catechin)、木栓酮(2,friedelin)、 β -谷甾醇(3, β -sitosterol)、槲皮素(4,quercetin)、水杨酸(5,salicylic acid)、桑黄素(6,mor-in)、芹菜素(7,apigenin)、木犀草素(8,luteolin)、芹菜素 7-O- β -D-葡萄糖苷(9,apigenin 7-O-D-glu-coside)和胡

萝卜苷(10,daucosterol)^[4],也有 HPLC 测定舞草中成分的报道^[5],挥发油的化学成分尚未见报道。中药及食品中的挥发性成分可以通过 GC/MS 分析其中的挥发油^[6-8],本文通过微波萃取法提取挥发油^[9],用气相色谱-质谱仪对其进行分离鉴定,以面积归一化法计算各峰的相对含量,以期为其进一步研究和全面开发提供基础。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

舞草样品于 2012 年 4 月采购自广西靖西地区,经遵义医学院药学院杨建文老师鉴定为锦葵科植物 *Hibiscus manihot* L. 干燥的种子。正己烷、无水硫酸钠均为分析纯。

HP 6890/HP 5973NGC-MS 联用仪 美国惠普公司;XH-100A 微波萃取器 北京祥鹤科技公司;R-210型旋转薄膜蒸发仪 瑞士 Buchi 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 样品制备 称取舞草干品 100g,粉碎置于挥发油提取器中,加水适量,浸泡过夜,微波辐射时间 4h,微波功率 700W,微波萃取 2 次,舞草挥发油得油

收稿日期:2013-11-13 *通讯联系人

作者简介:赵莉(1965-),女,硕士研究生,讲师,研究方向:微生物与生化药物。

基金项目:国家自然科学基金(81102344)。

率为 0.76% (V/W), 提取的挥发油用适量正己烷溶解, 经无水硫酸钠干燥后得无色油状物, 具有芳香气味。

1.2.2 GC-MS 分析条件 气相色谱条件: HP-5MS (30m × 0.25mm × 0.25μm) 弹性石英毛细管柱; 采用程序升温: 50℃ 保持 5min, 以 7℃·min⁻¹ 升至 200℃, 恒温 10min, 又以 3℃·min⁻¹ 升至 250℃, 恒温 20min; 气化室温度 260℃; 载气为高纯氦气 (99.999%); 载气流量 1.0mL·min⁻¹; 进样量 1μL(正己烷溶液); 分流比 20:1。

质谱条件: 离子源为 EI 源; 离子源温度 230℃; 四极杆温度 150℃; 电子能量 70eV; 发射电流 34.6μA; 倍增器电压 1994kV; 接口温度 250℃; 溶剂延迟 4 min; 质量范围 10 ~ 550amu。

按照上述实验条件进样 1μL。

2 结果与讨论

按 1.2.2 条件进样, 分离出 70 种成分, 结果见图 1, 通过 HPMDS 化学工作站检索 Nist05 标准质谱图库和 WILLEY 质谱图库, 并结合有关文献进行人工

图谱解析^[10-12], 分离鉴定出 42 个化合物, 参比相似度都能达到 90% 以上, 占总峰面积的 89.03%。通过 HPMDS 化学工作站数据处理系统, 按照峰面积归一化法进行计算, 求得各化学成分的相对含量。图 1 为舞草挥发油的总离子流图, 通过化学成分分析结果见表 1。

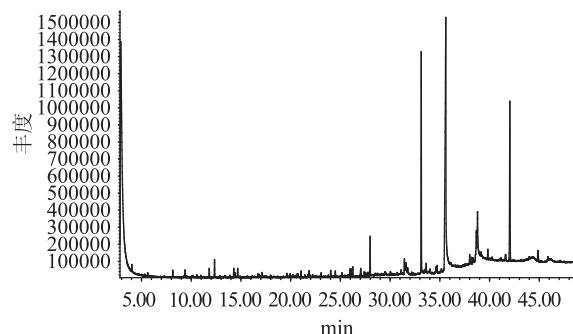


图 1 舞草挥发油的总离子流图

Fig.1 Chromatogram of essential oils constituents
from *Codariocalyx motorius*

表 1 舞草挥发油的化学成分分析结果

Table 1 Components and relative content of *Codariocalyx motorius* essential oil

编号	化合物	相对保留时间	分子式	相对含量(%)
1	1,3-二(3-苯氧基苯氧基)苯	2.928	C ₃₀ H ₂₂ O ₄	37.70
2	苯甲醛	9.390	C ₇ H ₆ O	0.22
3	双戊烯	11.816	C ₁₀ H ₁₆	0.25
4	苯乙醛	12.346	C ₈ H ₈ O	0.5
5	芳樟醇	14.283	C ₁₀ H ₁₈ O	0.24
6	1,2,3-三硫环戊烷	14.680	C ₂ H ₄ S ₃	0.24
7	4-萜烯醇	16.708	C ₁₀ H ₁₈ O	0.09
8	辛酸	16.851	C ₈ H ₁₆ O ₂	0.12
9	α-松油醇	17.126	C ₁₀ H ₁₈ O	0.15
10	壬酸	19.623	C ₉ H ₁₈ O ₂	0.08
11	黄樟素	19.96	C ₁₀ H ₁₀ O ₂	0.10
12	百里酚	20.225	C ₁₀ H ₁₄ O	0.07
13	4-乙烯基-2-甲氧基苯酚	20.673	C ₉ H ₁₀ O ₂	0.12
14	1,1,6-三甲基-1,2-二氢萘	21.744	C ₁₃ H ₁₆	0.09
15	丁香酚	21.856	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	0.21
16	正癸酸	22.212	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	0.08
17	甲基丁香酚	23.079	C ₁₁ H ₁₄ O ₂	0.12
18	丹皮酚	24.027	C ₉ H ₁₀ O ₃	0.21
19	β-紫罗酮	25.158	C ₁₃ H ₂₀ O	0.15
20	二氢猕猴桃内酯	26.249	C ₁₁ H ₁₆ O ₂	0.34
21	月桂酸	27.054	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	0.43
22	石竹素	27.543	C ₁₅ H ₂₄ O	0.13
23	酞酸二乙酯	27.747	C ₁₂ H ₁₄ O ₄	0.12
24	正十六烷	27.798	C ₁₆ H ₃₄	0.12
25	柏木脑	27.991	C ₁₅ H ₂₆ O	1.25
26	正十八烷	30.040	C ₁₈ H ₃₈	0.11
27	肉豆蔻酸	31.447	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	0.58
28	1,4,4a,5,6,7,8,8a-八氢-2,5,5,8a-四甲基-1-萘甲醇	31.600	C ₁₅ H ₂₃ O	0.97
29	蕙	31.773	C ₁₄ H ₁₀	0.28
30	植酮	33.128	C ₁₈ H ₃₆ O	6.60

续表

编号	化合物	相对保留时间	分子式	相对含量(%)
31	棕榈酸	35.605	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	21.61
32	硬脂酸	36.145	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	0.49
33	正二十一烷	38.000	C ₂₁ H ₄₄	0.46
34	1-(乙烯基氨基)十六烷	38.102	C ₁₈ H ₃₆ O	0.24
35	19,21-环氧-15,16-二甲氧基-1-乙酰基-17-羟基它勃宁	38.337	C ₂₃ H ₃₀ N ₂ O ₅	0.82
36	亚油酸	38.673	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	2.54
37	2,6,10,14-四甲基十八烷	39.835	C ₂₂ H ₄₆	0.81
38	14-β-别孕烷	41.15	C ₂₁ H ₃₆	0.17
39	二十二烷	42.047	C ₂₂ H ₄₆	6.73
40	Z-14-正二十九烷	44.024	C ₂₉ H ₆₀	0.4
41	正十八烷	44.88	C ₁₈ H ₃₈	0.64
42	二十五烷	48.621	C ₂₅ H ₅₂	2.45

从舞草中分离出 70 个色谱峰, 鉴定了 42 种化合物的结构, 占挥发油总量的 89.03%。挥发油中酚类、酸类、烃类、酮类含量较高, 分别为 38.17%、25.93%、12.99%、6.75%。其他含量相对较低的成分有醛类(0.72%)、醇类(2.70%)、酚类(0.73%)、酯类(1.28%)。

3 结论

结合微波提取加热均匀效率高的特点^[13], 本实验研究运用微波辅助提取舞草中的有效成分, 首次通过 GC-MS 检测其中的挥发油成分, 而其中峰面积较高的物质有 1,3-二(3-苯氧基苯氧基)苯(37.70%)、植酮(6.6%)、棕榈酸(21.61%)、二十二烷(6.73%)。舞草挥发油含有多种具有生物活性的化学成分, 其不饱和脂肪酸棕榈酸、亚油酸具有多种生理功能, 能降低血中胆固醇和甘油三酯, 调节心脏功能, 降低血液黏稠度, 防止动脉硬化, 改善血液循环, 提高脑细胞的活性, 增强记忆力和思维能力, 增强人体防御系统的功能等^[14]。本实验对扩大其资源开发与利用具有一定的科学意义。

参考文献

- [1] 中国科学院植物研究所. 中国高等植物图鉴 [M]. 第二册. 北京: 科学出版社, 1972.454.
- [2] 国家中医药管理局中华本草编委会. 中华本草. 第四册. 第 11 卷 [M]. 上海: 科学出版社, 1999.447.

(上接第 275 页)

- [10] E·邦巴德里, B·盖贝塔花椒的提取物, 含有它们的药物和化妆品制剂: 中国, CN1308541A[P]. 2001-8.
- [11] Chen I S, Chen T L, Chang Y L, et al. Chemical constituents and biological activities of Zanthoxylum integrifoliolum [J]. J Nat Prod, 1999, 62(6):833-837.
- [12] 曹继全, 徐伟昌, 李春荣. 高温高压水煮制取花椒麻味素的方法: 中国, CN1305742A[P]. 2001-8.
- [13] 刘雄. 花椒风味物质的提取与分离技术的研究 [D]. 重庆: 西南农业大学, 2003.
- [14] Quanbo Xio, Dawen Shi, Hirofumi, et al. Alkyl amides from PericarpPs of Zanthoxylum [J]. Phytochemistry, 1997, 46(6):1123

[3] 中国科学院《中国植物志》编辑委员会. 中国植物志. 第 4 卷 [M]. 北京: 科学出版社, 1995:59.

[4] 王勇, 王英, 王国才. 舞草的化学成分 [J]. 中国天然药物, 2007, 5(5):357-359.

[5] 潘力, 廖厚知. HPLC 测定舞草中木犀草素的含量 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(17):145-147.

[6] 盛龙生, 许宏琪, 彭建. 质谱法及联用技术在药物分析中的初步应用 [J]. 西北药学杂志, 1992, 7(1):1-4.

[7] 刘志彬, 杨超. 榆英仁提取物中挥发油的提取及其化学成分的 GC-MS 分析 [J]. 食品工业科技, 2013, 34(2):227-282.

[8] 甘秀海, 赵超, 赵阳. 桃子花精油化学成分及抗氧化作用的研究 [J]. 食品工业科技, 2013, 34(1):77-84.

[9] 刘川生, 王平, 王立飞. 微波萃取技术在天然药物提取中的研究进展 [J]. 中国天然药物, 2003, 1(3):187-192.

[10] 陈耀祖, 涂亚平著. 有机质谱原理及应用 [M]. 北京: 科学出版社, 2001:55.

[11] 孟令芝, 何永炳编著. 有机波谱分析 [M]. 武汉: 武汉大学出版社, 1997:78.

[12] 任淑清, 孙长海, 方洪壮. 紫苏梗挥发油的 GC-MS 定性分析 [J]. 中国药房, 2008, 9(3):683-688.

[13] 陈小婕, 阴文娅. 植物中花青素提取方法探讨 [J]. 食品工业科技, 2013, 34(2):395-399.

[14] 王萍, 张银波, 江木兰. 多不饱和脂肪酸的研究进展 [J]. 中国油脂, 2008, 33(5):42-44.

-1126.

[15] 孙晓明, 金敬宏, 张卫明, 等. 利用超临界流体技术分离花椒麻味成分的工艺: 中国, CN1488289A[P]. 2004-4.

[16] 刘雄, 阎建全, 付陈梅, 等. 花椒麻味成分的提取与分离技术 [J]. 食品与发酵工业, 2004, 30(9):113-115.

[17] 毕君, 赵京献, 王春荣, 等. 国内外花椒研究概况 [J]. 经济林研究, 2002, 20(1):46-48.

[18] 路纯明, 张小麟, 赵英杰, 等. 花椒乙醚萃取物的成分分析 [J]. 郑州粮食学院学报, 1996, 17(4):70-73.

[19] 赵兴红, 李兆琳, 陈宁, 等. 花椒挥发油化学成分研究 [J]. 兰州大学学报: 自然科学版, 1992, 28(4):74-77.