

灌冠红梅子挥发性化学成分的 GC/MS 分析

宋京都¹, 杨 婕², 李华民², 文永奇², 裴 强², 何 兰^{2,*}

(1. 甘肃省药检所, 甘肃 兰州 730000; 2. 北京师范大学化学系, 北京 100875)

摘要:将灌冠红梅子根的乙醇提取物用甲醇溶解, 加水, 用石油醚萃取, 采用 GC/MS 法进行分析。以峰面积归一化法计算各化合物在挥发油中的相对含量, 共鉴定出 22 化学成分, 占总体含量的 98.32%。主要成分有 4-甲基-2-乙基己烷(14.79%)、反式-1-甲氧基-1-丁烯(13.41%)、2,3,3-三甲基己烷(10.24%)、(1-甲氧基-1-戊基)环丙烷(10.22%)、*N,N*-二甲基叔丁基胺(9.23%)、环己烷(8.55%)、1,1-二甲氧基-2-丁炔(6.34%)、2-甲基-2-乙基环氧乙烷(6.25%)、庚烷(4.38%)、正十一烷(3.6%)、1-碘正十四烷(2.6%)。

关键词:灌冠红梅子; 化学成分; GC/MS

中图分类号: O657.63; R284.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-2997(2006)02-110-03

Analysis of Essential Constituents from *Rubus xanthocarpus* by GC/MS

SONG Jing-du¹, YANG Jie², LI Hua-min², WEN Yong-qi², PEI Qiang², HE Lan^{2,*}

(1. Gansu Provincial Institute for Drug Control, Lanzhou 730000, China;

2. Deptment of Chemistry, Beijing Normal University, Beijing 100875, China)

Abstract: Root of *Rubus xanthocarpus* was extracted with ethanol, followed by methanol dissolving. Then water was added to the methanol solution, and extracted by petroleic ether. The essential chemical components from *Rubus xanthocarpus* were analyzed by GC/MS. Twenty-two components from *Rubus xanthocarpus* were identified by library search, which accounted for over 98.32% of total volatile components. The main components are 4-methyl-2-ethylhexane (14.79%), *trans*-1-methoxy-1-butene (13.41%), 2,3,3-trimethylhexane (10.24%), (1-methoxy-1-pentyl) cyclopropane (10.22%), *N,N*-dimethyl-*t*-butylamine (9.23%), cyclohexane (8.55%), 1,1-dimethoxy-2-butyne (6.34%), 2-methyl-2-ethyl ethylene oxide (6.25%), heptane (4.38%), *n*-undecane (3.6%), 1-iodoteradecane (2.6%).

Key words: *Rubus xanthocarpus*; composition; GC/MS

灌冠红梅子 *Rubus xanthocarpus* Bur et Franch, 又名黄梅子、地梅子、梅子刺、泡儿刺、黄刺儿根, 为蔷薇科悬钩子属植物, 低矮半灌木, 高 15~50 cm, 分布于陕西、甘肃、安徽、四川、河南、青海等省^[1]。

灌冠红梅子的果实酸甜, 可供食用及酿酒; 全草供药用, 能消炎止痛^[1]。它的鲜品煎水熏洗

可治结膜炎、睑缘炎; 鲜品捣烂外敷可治无名肿痛^[2]。在民间灌冠红梅子的果实、种子、根和叶还是一种传统的抗癌、抗病毒的药^[3]。

有关灌冠红梅子的化学成分的报道目前仅有一篇, 1998 年兰州大学贾忠键教授课题组报道从灌冠红梅子的地上部分分离得到了 8 种五环三萜类化合物, 其中四种为新化合物^[3]。有关

灌冠红梅子根的挥发性成分的报道尚未见到。本文首次报道了应用气相色谱-质谱联用技术对灌冠红梅子根的挥发性成分进行的分析结果,共检出 31 个化学成分,对其中的 22 个化学成分作了结构鉴定,占总体含量的 98.32%,为合理、经济地利用灌冠红梅子植物资源提供依据。

1 实验部分

1.1 仪器与材料

TRACE-MS 2000 系列气相色谱-质谱联用仪; Finnigan 公司产品。灌冠红梅子 *Rubus xanthocarpus*; 2004 年 7 月采自甘肃省漳县菜子川,由第一军医大学中药室马骥教授鉴定。

1.2 挥发性成分的提取

将灌冠红梅子地下部分的乙醇提取物用甲醇溶解,加水,用石油醚萃取,浓缩减压回收溶剂,得石油醚提取物。

1.3 GC/MS 条件

1.3.1 气相色谱条件 色谱柱为 DB-5 石英毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm);程序升温:初始温度 50 ℃,5 ℃/min 升至 280 ℃;载气

为氦气,柱流量为 1.0 mL/min;进样量为 1 μL,分流比为 60:1。

1.3.2 质谱条件 EI 离子源,电子能量 70 eV,离子源温度 200 ℃,传输线温度 250 ℃,检测电压 350 V,扫描质量范围 m/z 40~500。

2 结果与讨论

在气相色谱图保留时间 0.00~38.20 min 内共检出 31 个峰,通过 Xcalibur 工作站 NIST 标准质谱图库进行检索,并结合有关文献人工谱图进行解析,认定了其中的 22 个峰。通过 Xcalibur 工作站数据处理系统,按峰面积归一化法计算各化合物在挥发油中的相对含量,结果见表 1。已鉴定的 22 个化合物的含量占总色谱流出峰面积的 98.96%。

从分析结果可以看出灌冠红梅子挥发性的化学成分结构类型比较简单,主要为烃类化合物,占总含量的 83%。其中环烷烃占 25.02%,含卤素的烷烃有 6.7%。*N,N*-二甲基叔丁基胺的含量达 9.23%,它是生物保护膜的活性成分,可用于阻止人造心脏组织过度增长^[4]。

表 1 灌冠红梅子挥发油成分及其相对百分含量
Table 1 Components of volatile oil from *Rubus xanthocarpus*

序号 No.	t_R /min	化合物 Compound	含量 Content/%
1	2.10	2-甲基-2-乙基-环氧乙烷 2-methyl-2-ethyl ethylene oxide	6.25
2	2.17	<i>N,N</i> -二甲基叔丁基胺 <i>N,N</i> -dimethyl- <i>t</i> -butylamine	9.23
3	2.21	反式-1-甲氧基-1-丁烯 <i>trans</i> -1-methoxy-1-butene	13.41
4	2.27	(1-甲氧基-1-戊基)环丙烷 (1-methoxy-1-pentyl)cyclopropane	10.22
5	2.31	氯代甲酸丁酯 butyl chloroformate	1.11
6	2.45	1,1-二甲氧基-2-丁炔 1,1-dimethoxy-2-butyne	6.34
7	2.59	1-氯丁烷 1-chlorobutane	0.16
8	2.617	1,2-二氯-2-甲基丁烷 1,2-dichloro-2-methylbutane	0.89
9	2.70	环己烷 cyclohexane	8.55
10	2.79	庚烷 heptane	4.38
11	3.25	3-氯戊烷 3-chloropentane	0.48
12	3.95	2-氯-2-甲基戊烷 2-chloro-2-methylpentane	0.65
13	4.16	4-甲基-2-乙基己烷 4-methyl-2-ethylhexane	14.79
14	4.33	2,3,3-三甲基己烷 2,3,3-trimethylhexane	10.24
15	4.57	3-氯-3-甲基戊烷 3-chloro-3-methylpentane	0.62
16	5.22	3-氯己烷 3-chlorohexane	1.0
17	6.067	1-碘正十四烷 1-iodotetradecane	2.6
18	6.94	3-氯-3-甲基己烷 3-chloro-3-methylhexane	0.27
19	10.08	癸烷 decane	2.03
20	12.00	正十一烷 <i>n</i> -undecane	3.6
21	14.00	2-甲基-4,6-二(1,1-二甲基乙基)苯酚 2-methyl-4,6-di-(1,1-dimethylethyl)phenol	0.68
22	19.568	2-甲基十六酸甲酯 methyl 2-methylpalmitate	0.82

参考文献：

[1] 国家自然科学基金委和国家科技部. 中国植物志 (31 卷) [M]. 北京:科学出版社, 1979; 91.

[2] 中国科学院西北植物所. 秦岭植物志 (第 1 卷) [M]. 北京:科学出版社, 1974; 529.

[3] Li B Z, Wang B G, Jia Z J. Pentacyclic riterpenoids from *Rubus xanthocarpus* [J]. *Phytochemistry*, 1998, 49(8) : 2 477-2 481.

[4] Cuppoletti J. Chemical and Genetic Modification of Chloride Channels as a Treatment for Cystic Fibrosis and other Disease[P]. U. S. (2000), 29pp. CODEN: USXXAM US 6015828 A 20000118 CAN 132; 102842 AN 2000; 47039.

[5] Caldwell J C, Woodruff T J, Morello-Frosch R, et al. Application of Health Information to Hazardous Air Pollutants Modeled in EPA's Cumulative Exposure Project[J]. *Toxicol Ind Health*, 1998, 14(3) : 429-454.

《质谱学报》网上投稿、审稿系统试运行通知

在承办单位中国原子能科学研究院的大力支持下,《质谱学报》网上投稿系统已经开通。即日起实行网上投稿、网上回执和网上送审。请登陆我刊网站 <http://www.jcmss.com.cn>,在左侧“作者区”进行投稿,第一次投稿的作者需注册,然后完成投稿流程。如 3 日后未收到投稿回执的,请及时查问(E-mail:jcmss401@163.com),以免遗漏。

网上投稿系统开通后,编辑部将采取一系列重要的改革举措以方便作者投稿,竭诚为大家服务。在您投稿之前,请务必了解下列事项:

1. 投稿前,务请认真阅读本刊的“投稿须知”和“版权转让书”。声明未一稿两投,无署名争议及保密问题。
2. 投稿必须由通讯联系人(即知识产权人)在网站注册后登录。所有与稿件相关的信息(如:修改意见、录用通知、清样校对、版面费发票、稿酬等),将只发给通讯联系人。学生投稿须经导师同意。
3. 上传稿件时,如果文题中有特殊字符,可以点击网页上的"选择特殊字符"进行选择。
4. 所投稿件如果由多位作者合写,必须点击“增加作者”,填入所有合写作者的信息(* 为必填项)。
5. 请在下拉框中选择“学科类型”及“专业类型”。
6. 请输入对应的中英文关键词,并点击“添加”添至关键词框内,如稿件有多个关键词,请依次逐个添加。
7. 您可以提供您想回避的审稿专家和建议的审稿专家,供我们参考。
8. 本网站只支持 Word 格式文件及 PDF 文件(PDF 文件为备选上传文件),上传文件成功后,请继续点击“下一步”进行提交。
9. 提交成功以后,将在“待处理稿件”中显示您的稿件。
10. 在网站注册的作者可凭用户名和密码登陆“作者区”,随时在网上查询稿件的审理情况。
11. 同时需邮寄:(1)作者亲笔签名的《论文著作权专有使用许可和独家代理授权书》;(2)注册表格和介绍信(或推荐信)。
12. 审稿流程:收到稿件后由编辑部严格初审,对于学术水平和写作格式未达到我刊要求的稿件及时退稿。初审合格的稿件安排送审、主编终审,编辑加工后退给作者修改定稿,重要论文优先发表。排版打印后给作者寄清样,请作者在清样上签名。
13. 稿件费用:投稿时不收取审稿费,录用的稿件审稿费和版面费一并收取。发表后寄给作者样刊 2 本,稿酬每页 50 元左右。

以上措施自 2006 年 3 月 15 日起实行,未尽事宜将在我刊网站另行通知。

《质谱学报》编辑部
2006 年 3 月 15 日