栀子花香气成分的研究

陈 彤1,李祖光2.*,曹 慧2,沈德隆2

(1.台州出入境检验检疫局,浙江台州 318000;2.浙江工业大学化学工程与材料学院,浙江杭州 310014)

Study on the Chemical Constituents of the Frahrance Released from Fresh Flowers of Gardenia

CHEN Tong¹, LI Zu-guang^{2,*}, CAO Hui², SHEN De-Long²

- (1. Taizhou Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Taizhou 318000, China;
- 2. College of Chemical Engineering, Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310014, China)

Abstract: The headspace constituents released from fresh flowers of Gardenia were sampled by solid-phase microextraction (SPME). The chemical constituents were separated and identified by gas chromatography-mass spectrometry. *cis*-Ocimene (37. 68%), linalool (26. 09%), (Z,E)-α-farnesene (12. 54%), cyclohexane, chloro-(7. 38%), benzoic acid, methyl ester (3. 92%), cyclobutane carboxylic acid, isopropyl ester (2. 77%), spiro [4,5] decan-1-one, 6-hydroxy-(1. 54%) were the most abundant volatiles released from fresh flowers of Gardenia, and a total of 70 volatile compounds were identified in this study.

Key words: solid-phase microextraction(SPME); gas chromatography-mass spectrometry (GC/MS); Gardenia

中图分类号:0657.63 文献标识码:A 文章编号:1004-2997(2006)增刊-99-02

栀子花为茜草科植物栀子(Gardenia)的花朵,分布于世界许多地区,我国许多省份均有栽培。栀子鲜花主要用来加工栀子花浸膏或净油,属名贵的花香香料之一,多用于高级香水、香皂和化妆品香精中[1]。本实验在室温下采用固相微萃取纤维头吸附富集栀子花香气成分,然后用气相色谱-质谱联用技术分析,共检测出70种化合物,为全面了解浙江产栀子花香气成分提供了科学依据。

1 试验部分

1.1 主要仪器与装置

手动固相微萃取进样器, $65 \mu m$ 聚二甲基硅氧烷/二乙烯苯(PDMS/DVB)萃取纤维头,美国 Supelco 公司产品;GC3800/MS Saturn 2000气相色谱-质谱联用仪,美国 Varian 公司产品,配有液体化学源。

1.2 主要材料与试剂 新鲜的栀子花:采自浙江工业大学校园。

^{*}通讯作者:李祖光(1971~),男,江西上饶人,博士,副教授,主要从事分析化学和天然产物化学的教学和科研工作。

1.3 试验条件

1.3.1 色谱条件 色谱柱: CP-SIL 24 石英毛细柱(30 m×0.25 mm×0.25 μ m); 升温程序: 初始温度 40 ℃, 保持 5 min, 以 3 ℃/min 升至250 ℃, 保持 5 min; 载气(He)流速 0.8 mL/min; 不分流进样。

1.3.2 质谱条件 电子轰击(EI)离子源或以液体乙腈为化学源反应试剂的化学电离源(CI);电子能量 70 eV;传输线温度 250 °C;离子源温度 150 °C;质量扫描范围 m/z $40 \sim 450$ 。

1.4 定性和定量分析

首先以 EI 为电离源,进行色谱-质谱联用分析,采集所得到的质谱图利用 NIST 及 WILEY 两个谱库串联检索进行定性;然后用液体乙腈为化学源反应试剂进行色谱/质谱联用分析,根据产生的准分子离子峰(M+1)进一步确定待测化合物的分子量。以面积归一化法进行定量分析。

2 结果与讨论

按上述实验条件对栀子花香气成分进行测 定,共鉴定出70种化合物。其香气成分依次为: 顺式罗勒烯(37.68%)、芳樟醇(26.09%)、(Z, E)- α -金 合 欢 烯 (12. 54%)、氯 代 环 己 烷 (7.38%)、苯甲酸甲酯(3.92%)、环丁烷羧酸异 丙酯(2.77%)、6-羟基螺[4.5]-1-癸酮(1.54%)、 苯甲酸叶醇酯(0.90%)、顺式-3-异戊酸己烯酯 (0.74%)、水杨酸甲酯(0.59%)、丁子香酚 (0.54%)、吲哚(0.42%)、苯甲酸己酯(0.38%)、 石竹烯(0.35%)、惕各酸苄酯(0.34%)、2-甲基 丁酸己酯(0.30%)、丙酸-4-己烯基-1-酯 (0.29%)、叶醇(0.24%)、丁酸顺式叶醇酯 (0.22%)、丁酸反式叶醇酯(0.21%)、反式罗勒 烯(0.20%)、2-甲基丁酸顺式叶醇酯(0.16%)、 乙酸苯甲酯 (0.16%)、E-2-惕各酸辛酯 (0.16%)、异丁酸己酯(0.12%)、惕各酸异戊酯 (0. 12%)、愈创醇(0.12%)、惕各酸甲酯 (0.11%)、倍半萜烯 a (0.11%)、苯甲酸异戊酯 (0.11%)、E, E-2, 6-二甲基-1, 3, 5, 7-辛四烯 (0.10%)、环丁烷羧酸庚酯(0.09%)、正戊酸己 酯(0.08%)、橙花叔醇(0.08%)、异戊酸苄酯 (0.08%)、β-蒎烯(0.06%)、4-丙酮基环庚酮

(0.06%)、倍半萜烯 b (0.06%)、布藜醇(0. 05%)、己酸顺式叶醇酯(0.04%)、环丁烷羧酸辛 酯(0,04%)、τ-荜澄茄烯(0,04%)、3-甲基苄酸-2-丁烯-1-酯(0.04%)、苯甲酸乙酯(0.03%)、倍 半萜烯 c (0.03%)、3-癸炔-1-醇(0.03%)、2,6, 6-三甲基-2-环己烯-1-甲醇(0.03%)、6-甲基-5-庚烯-2-醇(0.02%)、β-荜澄茄烯(0.02%)、己酸 庚酯(0,02%)、环己烷丙醇(0,02%)、δ-十碳内 酯(0.02%)、2-甲基丁酸庚酯(0.02%)、(Z)-β-金合欢烯(0.02%)、苯甲醇(0.02%)、5-己基-2-(3-氢)-呋喃酮(0.02%)、倍半萜烯 d (0.02%)、 倍半萜烯 f(0.02%)、苯甲酸异丁酯(0.01%)、 芳樟醇氧化物(0,01%)、α-衣兰油烯(0,01%)、 6-十一醇(0.01%)、杜松萜烯醇(0.01%)、惕各 酸丁酯(0.01%)、桃金娘烯醛(0.01%)、丁酸苄 酯(0.01%)、3-环己基-1-丙醇(0.01%)、惕各酸 乙酯(<0.01%)、1.6.6-三甲基双环[2.1.1]己 烷-5-羧酸 (< 0.01%)、环 丁 烷 羧 酸 己 酯(<0.01%)。其中 29 种化合物与文献[2]报道 的栀子花头香成分相同,其含量最高的成分是金 合欢烯(64.86%),但本文测得栀子花中含量最 高的成分是顺式罗勒烯(37.68%),这可能是由 于不同产地的栀子花等原因而导致其主要成分 的含量有一定的差异。另外,本实验有 10 种成 分与文献[1]报道的栀子花挥发油成分是相同 的,由于固相微萃取技术是一种富集天然植物痕 量头香成分的简单可行的采样方法,因而本实验 更能代表栀子花头香成分的真实性。

3 结论

固相微萃取技术(SPME)是一种富集鲜花 痕量头香成分的简单可行的采样方法,更能代表 鲜花香气成分的真实性。该研究为全面了解栀 子花香气成分,更好地开发利用栀子花资源提供 了一定的科学依据。

参考文献:

[1] 刘百战,高 芸. 固相微萃取-气相色谱/质谱分析 栀子花的头香成分[J]. 色谱,2000,18(5);452-455.