新疆阿魏挥发油成分气相色谱-质谱分析

邓卫萍, 解成喜, 符继红

(新疆大学理化测试中心, 新疆 乌鲁木齐 830046)

摘要: 采用水蒸气蒸馏法从新疆阿魏中提取挥发油成分, 测得新疆阿魏挥发油的含量为 1.0%。用气相色谱-质谱法(GC/MS)对新疆阿魏的挥发性成分进行了分离鉴定, 分离出 38 种成分, 共确认了其中 36 种成分, 占检出量的 92.32%。采用峰面积归一化法确定了各成分的相对含量, 其中主要成分为 2,3-二甲基-3-己醇(18.34%)、2-乙硫基-丁烷(8.00%)、丙基丁基二硫醚(6.95%)、十八烷基三烯(6.64%)、乙酸乙酯(6.21%)、油酸(5.10%)。

关键词: 挥发油; 气相色谱-质谱法; 新疆阿魏

中图分类号: O657.63   **文献标识码:** A   **文章编号:** 1004-2997(2007)02-114-03

Analysis of Volatile Oil from *Ferula Sinkiangensis* by GC/MS

DENG Wei-ping, XIE Cheng-xi, FU Ji-hong

(Physical and Chemical Analysis Center, Xinjiang University, Urumqi 830046, China)

Abstract: The volatile oil was extracted from *Ferula Sinkiangensis* by steam distillation. The content of the volatile oil was 1.0%. The volatile oil was examined by GC/MS. 36 components were identified from 38 chromatographic peaks, the amount of the identified components accounted for 92.32% of all the volatile oil. The relative content of the components was determined with peak area normalization method. The major components of volatile oil are 2,3-dimethyl-3-hexanol(18.34%), 2-ethylthio-butane(8.00%), propyl n-butyl disulfide(6.95%), octadecatriene (6.64%), ethyl ester(6.21%), oleic acid(5.10%).

Key words: volatile oil; gas chromatography-mass spectrometry(GC/MS); *Ferula Sinkiangensis*

新疆阿魏(*Ferula Sinkiangensis*)是伞形科阿魏属的一种草本植物, 全株具有葱蒜样臭味, 是新疆独有的药材资源, 具有重要的药用价值, 是国际药材市场上必不可少的中草药之一^[1]。新疆阿魏植株所分泌的特殊葱蒜样臭味的油胶

树脂, 具有截疟、止痢、解毒、除臭、杀虫、消积、祛痰、疏风等作用^[2], 可用于治疗胃病、风湿病、关节疼痛、消化不良、妇科病、习惯性便秘和气喘等疾病, 被作为药用阿魏的原植物收载于《中华人民共和国药典》^[3], 对其有效成分进行分析是深

入研究开发的基础。国内有文献^[4-5]对新疆阿魏根部挥发油进行了一定的研究,但是对新疆阿魏树脂挥发油成分的研究却只有早期的文献^[6],因此对其进行研究是很有必要的。目前,多采用常规水蒸气蒸馏法提取挥发油。本工作拟采用国家药典规定的标准仪器及方法对新疆阿魏进行挥发油提取,并用气相色谱-质谱法(GC/MS)对新疆阿魏挥发油的组分进行全面分析,为进一步开发利用新疆阿魏提供科学依据。

1 实验部分

1.1 主要仪器与装置

GC/MS-QP2010 气相色谱-质谱联用仪;日本岛津(Shimadzu)公司产品;磨口挥发油提取器;根据国家药典规定制造。

1.2 主要材料与试剂

新疆阿魏;无水硫酸钠;分析纯;蒸馏水。

1.3 新疆阿魏挥发油的提取

称取新疆阿魏风干块状样品 100 g,置于 1 000 mL 圆底烧瓶中,加蒸馏水适量,将挥发油提取器和冷凝管连接好,自冷凝管上端加入蒸馏水至充满挥发油提取器的刻度部分。在电热套中微沸 6 h,待提取器中的油量不再增加为止,读得挥发油量为 1.0 mL。放出挥发油并用无水硫酸钠干燥过夜,待测,计算得挥发油含量约为 1.0%。

1.4 实验条件

1.4.1 色谱条件 色谱柱:HP-5 色谱柱(30 m × 0.32 mm × 0.25 μm);升温程序:起始温度 60

℃保持 2 min,以 2 ℃ · min⁻¹升至 210 ℃;载气:氦气;汽化室温度 270 ℃。

1.4.2 质谱条件 电子轰击(EI)离子源;离子源温度 200 ℃;接口温度 280 ℃;倍增电压 1 300 V;电子能量 70 eV;质量扫描范围 m/z 30 ~ 450。

2 结果与讨论

在气相色谱分析中,选择合适的色谱条件和采用非极性的 HP-5 柱,对新疆阿魏挥发油中的弱极性和非极性成分的分离有较好的效果。

按前述实验步骤进行实验,由化学工作站给出新疆阿魏挥发油的总离子流图示于图 1。利用上述方法得到各成分的质谱碎片由该仪器所配的 Wiley 质谱库进行检索,再对所得的谱图进行人工核对和补充检索,然后用数据处理机峰面积归一法测定总油中各组分的百分含量。经计算机质谱数据库检索,确定了新疆阿魏挥发油的基本化学成分,分析鉴定结果列于表 1。

新疆阿魏所特有的蒜臭味是挥发油中有含硫的化合物,所获得的多硫化合物主要有二硫化合物和三硫化合物,其中又有烯烃和烷烃之分。烯丙基硫化物具有抗突变、抗癌以及保护免疫系统和心血管系统的特性,同时也表现出抗肿瘤、真菌和寄生虫等增长活性,且能激活肝脏解毒的酶系统及抑制细菌和病毒产生毒素的活性^[7]。实验结果表明,新疆阿魏中含有多种硫类化合物,因此对新疆阿魏药效和应用价值有进一步研究的必要。

图 1 新疆阿魏挥发油的总离子流图

Fig. 1 TIC of volatile oil from *Ferula Sinkiangensis* by GC/MS

表 1 新疆阿魏挥发油化学成分的分析结果

Table 1 Analytical results of components of volatile oil from *Ferula Sinkiangensis*

序号 No.	化合物 Compound	保留时间 t_R /min	相对含量 Relative content/%	相似度 Similarity/%
1	乙醇 Ethanol	1.84	3.95	86
2	乙酸乙酯 Ethyl ester	1.98	6.21	93
3	3-甲基丁醛 3-Methyl-butanal	2.14	2.00	91
4	2-丁基硫醇 2-Butanethiol	2.10	1.94	92
5	2,5-二甲基呋喃 2,5-Dimethyl-furan	2.41	1.17	91
6	糠醛 Furfural	3.68	0.45	94
7	甲基 1-丙烯基二硫醚 Methyl 1-propenyl disulfide	5.37	0.43	78
8	α -蒎烯 α -Pinene	5.42	0.78	96
9	甲基烯丙基二硫醚 Methyl allyl disulfide	5.56	0.71	81
10	二甲基三硫醚 Dimethyl trisulfide	6.28	0.57	88
11	β -蒎烯 β -Pinene	6.41	0.53	92
12	丙基异丁基二硫醚 <i>n</i> -Propyl <i>sec</i> -butyl disulfide	10.15	0.30	89
13	丙基丁基二硫醚 Propyl <i>n</i> -butyl disulfide	11.52	6.95	93
14	1,2-二硫杂环戊烷 1,2-Dithiacyclopentane	11.71	4.27	82
15	2-乙基-己硫醇 2-Ethyl-hexanethiol	12.89	0.36	71
16	二(1-甲基丙基)二硫醚 <i>bis</i> (1-Methylpropyl)-disulfide	13.01	2.92	92
17	3-叔丁氧基-2-甲氧甲基丙烯 3- <i>tert</i> -Butoxy-2-methoxymethyl-propene	14.17	0.36	73
18	2,2-双环氧乙烷 2,2'-Bioxirane	14.27	1.92	80
19	3-甲基-4-庚醇 3-Methyl-4-heptanol	14.62	2.49	74
20	1,1-二甲硫基乙烷 1,1- <i>bis</i> (Methylthio)-ethane	17.25	0.33	81
21	1,1-二甲氧基-丙烷 1,1-Dimethoxy-propane	18.44	0.68	75
22	十七烷 Heptadecane	18.59	0.91	95
23	2-乙硫基-丁烷 2-Ethylthio-butane	19.34	8.00	78
24	蛇麻烯 α -Humulene	20.29	0.44	89
25	芹子烯 β -Selinene	21.23	0.28	83
26	十六烷 Hexadecane	21.47	0.52	92
27	长叶松 Isolongifol-8-ol	21.64	1.78	80
28	2-甲硫基丁酸甲酯 2-Methylthio butyrate methyl ester	22.22	0.87	79
29	2,3-二甲基-3-己醇 2,3-Dimethyl-3-hexanol	24.17	18.34	85
30	1,2,3,4,5,6,7,8-八氢- α , α ,3,8-四甲基-5-甲醇 1,2,3,4,5,6,7,8-Octahydro- α , α ,3,8-tetramethyl-5-azulenemethanol	24.92	4.06	90
31	四甲基环癸二烯甲醇 Hedycaryol	25.34	1.20	85
32	愈创木醇 Guaiol	25.78	1.18	84
33	2,2-二甲硫基-丙烷 2,2- <i>bis</i> (Methylthio)-propane	27.69	0.36	83
34	十八烷基三烯 Octadecatriene	33.07	6.64	91
35	棕榈酸 Palmitic acid	33.20	3.33	93
36	油酸 Oleic acid	33.31	5.10	89

基-1,3-环己二烯基-甲醛、香子兰醛、 α 紫罗兰酮、 β 紫罗兰酮、6,10,14-三甲基-2-十五烷酮和棕榈酸,而其余 30 种未检出。由此可见,不同种的箬竹叶挥发油组成差异较大,同一个种,产地不同,挥发油组成也存在较大差异。除了种、产地等因素外,提取和检测方法的不同也是产生差异的原因。

参考文献:

- [1] 耿伯介,王正平. 中国植物志:第九卷第一分册[M]. 北京:科学技术出版社,1996:676-678.
- [2] 中国药物大全编委会. 中国药物大全:中药卷[M]. 北京:人民卫生出版社,1991:32.
- [3] 陈春英,丁玉强,ELMAHADI E A,等. 箬叶多糖对小鼠实验性四氯化碳致肝损伤的作用[J]. 中国药理学与毒理学杂志,1996,10(3):237-238.

- [4] 陈春英,黄雪华,周井炎,等. 硫酸脂化箬叶多糖的合成及其抗艾滋病病毒作用[J]. 药化学报,1998,33(4):264-268.
- [5] 赖椿根,马聿桓,张斌,等. 箬竹叶水提物化学成分研究[J]. 浙江林学院学报,1995,12(2):161-165.
- [6] 罗金岳,陈小燕. 从箬竹叶中提取茶多酚的研究[J]. 林产化工通讯,2003,37(6):15-19.
- [7] 陈春英,丁玉强,ELMAHADI E A,等. 箬叶多糖的分离纯化及其理化性质的研究[J]. 中国生物化学与分子生物学报,1998,14(4):422-426.
- [8] 邹耀洪. 箬竹叶中黄酮类化合物的高效液相色谱分析[J]. 分析化学,1996,24(2):216-219.
- [9] 余爱农,王发松,杨春海,等. 箬叶香气成分的研究[J]. 精细化工,2002,19(4):201-203.
- [10] 王学利,毛燕. 箬竹叶挥发油的 GC/MS 分析[J]. 竹子研究汇刊,2001,20(2):36-38.

(上接第 116 页)

由新疆阿魏挥发油中鉴定出 36 种化合物,占总检出量的 92.32%,其中萜类化合物为 10.25%,硫类化合物为 28.01%,醇类化合物为 24.78%。这 36 种化合物中与文献[4-6]基本一致,有些成分在新疆阿魏挥发油中首次检出。文献[4-5]对新疆阿魏根部挥发油成分进行的分析研究,本工作对新疆阿魏树脂挥发油的研究,都分析出了含硫化合物,但其主要成分不相同,这种差别主要是产地因素、研究对象不同所致。文献[6]是对新疆阿魏树脂的研究,但此文献未检出含硫物,其中愈创木醇从新疆阿魏根部和树脂挥发油中都可得到。愈创木醇具有促发汗、抗风湿的功效。通过对新疆阿魏挥发油含量和有效成分的分析,为开发利用维药资源提供了依据。

参考文献:

- [1] 谭秀芳,李晓瑾,杜翠玲,等. 药用植物阿魏概况及研究进展[J]. 中国民族民间医药杂志,2006,78:12-15.
- [2] 宋东伟,赵文军,吴雪萍,等. 阿魏属植物化学成分及药理活性研究进展[J]. 中成药,2005,27(3):329-332.
- [3] 何爽. 新疆阿魏生物学特性研究[D]. 乌鲁木齐:新疆农业大学,2004.
- [4] 堵年生,曲淑慧,支玲. 新疆托里阿魏根中精油成分的研究[J]. 中国药科大学学报,1989,20(3):164-166.
- [5] 倪慧,姜传义,陈茂齐. 新疆多伞阿魏根中挥发油成分研究[J]. 中成药,2001,23(1):54-57.
- [6] 倪慧,姜传义,刘淑兰,等. 新疆多伞阿魏中挥发油成分报道[J]. 中药材,1997,20(1):34-35.
- [7] 付银龙,钱和. 天然植物化学成分及其功效[J]. 粮食与油脂,2002,(12):42-43.