

β -环糊精包合野菊花精油前后化学成分的气相色谱-质谱分析

回瑞华, 侯冬岩, 李铁纯, 刘晓媛

(鞍山师范学院化学系, 辽宁 鞍山 114007)

Analysis of Chemical Components of Essential Oil from *Chrysanthemum Indicum* L. before and after β -cyclodextrin Inclusion

HUI Rui-hua, HOU Dong-yan, LI Tie-chun, LIU Xiao-yuan

(Department of Chemistry, Anshan Normal University, Anshan 114007, China)

Abstract: Distillation extraction method was used for extracting the essential oil of *Chrysanthemum indicum* L.. The chemical components were separated and identified by gas chromatography-mass spectrometry (GC/MS). The essential oil of *Chrysanthemum indicum* L. was included with β -cyclodextrin and the chemical components of essential oil from *chrysanthemum indicum* L. before and after β -cyclodextrin inclusion were analyzed.

Key words: *Chrysanthemum indicum* L.; essential oil; β -cyclodextrin

中图分类号: O 657.63 文献标识码: A 文章编号: 1004-2997 (2008) 增刊-145-02

野菊花 (*Flos Chrysanthemi Indici*) 为菊科 (*Compositae*) 植物野菊 *Chrysanthemum indium* L. 的干燥头状花序, 在我国大部分地区均有分布, 是一种常用中药, 具有清热解毒、平肝明目、降低血压等功效, 能治疗痈肿、疮毒等^[1]。野菊花精油主要化学成分是萜类化合物, 如蒎烯、茨烯、桉叶油素、冰片、乙酸冰片酯、罗汉柏烯、石竹烯、氧化石竹烯等活性成分, 具有镇痛、平喘、止咳、抗菌、抗病毒、抗癌、驱虫等广泛的药理作用^[2]。萜类化合物易氧化、挥发和逸散不稳定, 采用 β -环糊精对野菊花精油进行包合可提高野菊花精油的稳定性^[3], 为进一步开发利用野菊花精油提供科学依据。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

HP 6890-5973 型气相色谱-质谱联用仪: 美国 Hewlett Packard 公司产品; R2-201 型旋转蒸发器: 上海中科机械研究所产品; β -环糊精: (药用级); 其他试剂均为分析纯; 野菊花样品: 采自中国千山, 鲜花经 25 °C 自然干燥, 备用。

1.2 野菊花精油的提取

水蒸馏-萃取法: 取 100 g 干燥的野菊花置于 1 000 mL 圆底烧瓶中, 加入 200 mL 去离子水浸泡, 用水蒸气蒸馏 6 h, 馏出液用乙醚连续萃取 3 次, 野菊花精油的乙醚萃取液用旋转蒸发器除去乙醚, 得到具有浓郁香味的淡黄色透明液体, 然后用活化过的无水硫酸钠脱水, 测定挥发油的含量, 收率为 6.1%。

1.3 β -环糊精包合物的制备

通过条件试验, 确定最优包合试验条件, 即精密称取 5 g β -环糊精, 加入 35 mL 水, 在 55~60 °C 温度下搅匀, 缓慢滴加野菊花精油, 搅拌 1 h, 取出置冰箱冷藏 24 h, 抽滤, 用乙醚洗涤 3 次, 40 °C 干燥, 即得白色粉状包合物。

1.4 包合物野菊花精油溶液的制备

精密称取 0.2 g 包合物, 加入 2 mL 水、10 mL 乙醚, 超声处理 1 h, 取乙醚层, 用旋转蒸发仪浓缩至约 2 mL, 再置入 5 mL 容量瓶中, 加乙醚溶解并稀释至刻度, 摇匀。再取上述包合物野菊花精油 10 μL , 加乙醚稀释为 1 mL, 摇匀, 即得。

1.5 气相色谱-质谱测定条件

1.5.1 GC 条件 色谱柱: HP-1 弹性石英毛细管 (25 m \times 0.2 mm \times 0.33 μm); 升温程序: 初始温度 60 $^{\circ}\text{C}$, 以 5 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 升至 150 $^{\circ}\text{C}$, 再以 1 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 升至 170 $^{\circ}\text{C}$, 最后以 5 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 升至 200 $^{\circ}\text{C}$; 汽化室温度 230 $^{\circ}\text{C}$; 传输线温度 230 $^{\circ}\text{C}$; 进样量 0.2 μL ; 载气 (He) 流量 2 mL $\cdot\text{min}^{-1}$; 分流比 40:1。

1.5.2 MS 条件 离子源: EI 源; 离子源温度 230 $^{\circ}\text{C}$; 电子能量 70 eV; 发射电流 34.6 μA ; 电子倍增器电压 1 200 V; 质量扫描范围 m/z 20~500。

2 结果与讨论

2.1 实验结果

分别取 β -环糊精包合前后野菊花精油 0.2 μL , 按 1.5 测定条件进行实验, 总离子流图示于图 1。

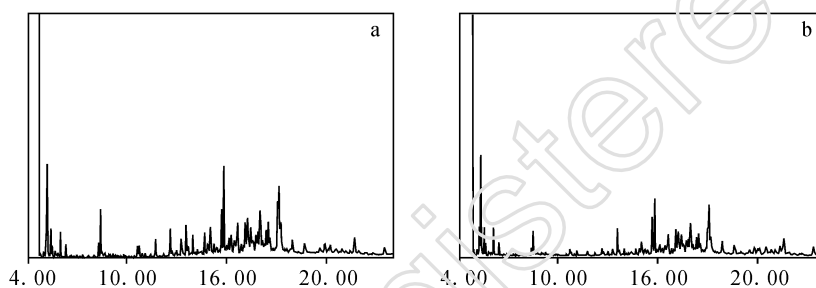


图 1 a. 包合前野菊花精油的总离子图; b. 包合后野菊花精油的总离子图
Fig.1 a. Total ion chromatogram of the essential oil before β -cyclodextrin inclusion;
B. Total ion chromatogram of the essential oil after β -cyclodextrin inclusion

2.2 结果讨论

用气相色谱-质谱联用仪进行分析鉴定, 通过 G1701BA 化学工作站数据处理系统, 检索 Nist 98 谱图库, 并分别与 8 峰索引及 EPA/NIH 质谱图集的标准谱图进行对照, 再结合有关文献进行人工谱图解析^[4-5], 确认野菊花挥发油的各个化学成分及相对百分含量, 包合前野菊花精油的主要成分为: 萜类化合物 13 个、醇类化合物 8 个、酮类化合物 3 个、酸类化合物 2 个、酯类化合物 1 个、苯衍生物 3 个、烷烃类化合物 1 个、萜类氧化物 1 个、烯炔类化合物 1 个, 分别占挥发油总量的 17.29%、29.26%、26.97%、7.36%、2.9%、2.27%、1.6%、1.25%、0.39%。包合后野菊花精油的主要成分为: 萜类化合物 13 个、醇类化合物 8 个、酮类化合物 3 个、酸类化合物 2 个、酯类化合物 1 个、苯衍生物 3 个、烷烃类化合物 1 个、萜类氧化物 1 个、烯炔类化合物 1 个, 分别占挥发油总量的 22.54%、29.73%、22.19%、7.36%、2.9%、2.27%、1.6%、1.25%、0.39%。

结果表明: 包合前后精油的成分基本相同, 但精油中各组分的组成比例在包合前后产生了变化。

参考文献:

- [1] 朱亮锋, 陆碧瑶, 李宝灵, 等. 芳香植物及其化学成分[M]. 海口: 海南出版社, 1993: 328-329.
- [2] 回瑞华, 侯冬岩, 李铁纯. 理化检验: 化学分册, 2006, 42(8): 640-643.
- [3] 马文瑾. 理化检验: 化学分册, 2002, 38(6): 319-322.
- [4] HELLER S R. MILNE G W A. EPA/NIH Mass Spectral Database. Washington: US Government Print Office, 1978: 1-4.
- [5] 施钧慧, 汪聪慧. 香料质谱图集[M]. 北京: 中国质谱学会, 1992: 39.