

罗布麻叶挥发油的气相色谱-质谱分析

范维刚, 解成喜*, 李 锋, 李新龙

(新疆大学理化测试中心, 新疆 乌鲁木齐 830046)

摘要: 用挥发油提取器提取了罗布麻叶中挥发油, 测得含量为 $w = 0.02\%$ 。并采用气相色谱-质谱联用技术对罗布麻的挥发性成分进行了分离鉴定。分离出 52 种成分, 共确认了其中 25 种成分, 占挥发油总含量的 85.38%。采用峰面积归一化法确定了各成分的相对含量, 其中主要成分为氧化石竹烯(10.57%)、1- α -萜品醇(10.38%), 苯甲酸-3-己烯酯(6.45%)、3, 7, 11, 15-四甲基-2-十六碳烯-1-醇(5.99%)、大马酮(5.85%)、反式-金合欢醇(5.27%)、2-甲基-5-异丙基苯酚(4.77%)、长叶薄荷酮(4.25%)。

关键词: 挥发油; 气相色谱-质谱(GC/MS); 罗布麻叶

中图分类号: O 657.63; Q 949.776.5 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-2997(2005)02-93-03

Analysis of Volatile Oil From *Apocynum venetum* L. by Gas Chromatography-Mass Spectrometry

FAN Weigang, XIE Cheng-xi*, LI Feng, LI Xin-long

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

Abstract: The volatile oil was extracted from *Apocynum venetum* L. by using extracted device of volatile oil. The content of the volatile oil was 0.02%. The chemical components of the volatile oil were examined by gas chromatography-mass spectrometry (GC/MS), 52 constituents were separated and 25 compounds were identified. The identified compounds constitute more than 85.38% of the total ion current. The relative content of the components were determined with peak area normalization method, the major constituents of the volatile oil are caryophyllene-oxide (10.57%), 1- α -terpineol (10.38%), 3-hexen-1-ol benzoate (6.45%), 3, 7, 11, 15-tetramethyl-2-hexadecen-1-ol (5.99%), β -damascenone (5.85%), *trans*-farnesol (5.27%), 2-methyl-5-(1-methylethyl)phenol (4.77%), pulegone (4.25%).

Key words: volatile oil; gas chromatography-mass spectrometry; *Apocynum venetum* L.

收稿日期: 2004-07-12; 修回日期: 2004-11-10

作者简介: 范维刚(1975~), 男(汉族), 新疆米泉人, 在读硕士研究生, 主要从事天然药物方面的研究。

E-mail: fan-weigang2000@yahoo.com.cn

* 通讯作者: 解成喜(1953~), 男(汉族), 副教授, 主要从事分析化学工作。E-mail: xiecx@xju.edu.cn

罗布麻又叫野麻、茶叶花,分为红麻、白麻两种,属夹竹桃科(*Apocynum*)多年生半灌木。耐旱、耐盐碱、耐严寒和酷暑,广泛生长在盐碱、沙荒地,集中在新疆、内蒙、甘肃、青海等省区,因最早发现于新疆罗布泊,故命名为罗布麻^[1,2]。罗布麻内含黄酮类化合物、强心苷、生物碱、氨基酸和多种微量元素(如K、Ca、Fe、Zn等),对预防和治疗高血压、高血脂、冠心病、哮喘病、气管炎等疾病有较好的效果^[3,4]。罗布麻的根、叶还有抗过敏、抗癌、抗辐射及抗衰老等作用。中医入药,用作清热降火,平肝熄风,主治头痛、脑晕、失眠等症^[5,6]。罗布麻挥发油的化学成分及质量受产地、品种、生长环境、栽培变异等因素影响较大。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库尔勒产罗布麻进行挥发油提取,并用气相色谱-质谱法(GC/MS)测定其化学成分。

1 实验部分

1.1 主要仪器与装置

5988A 气相色谱-质谱联用仪:美国惠普(Hewlett-Packard)公司产品;磨口挥发油提取器:根据国家药典规定制造。

1.2 主要样品与试剂

罗布麻叶:产于新疆库尔勒;无水硫酸钠:分析纯;蒸馏水。

1.2 挥发油的提取

罗布麻叶粉末 500 g 置于烧瓶中,加水适量(浸透样品并高出样品 1~2 cm),将挥发油提取器和冷凝管严密连接好,自冷凝管上端加水使充满挥发油提取器的刻度部分。在电热套中微沸

10 h,待提取器中的油量不再增加为止。冷却后,开启提取器下端的活塞,将水放至油层上端到达刻度“0”线上面 5 mm 为止。放置 1 h,再开启活塞使油层下降至其上端恰与刻度 0 线齐平,读得挥发油量为 0.1 mL。最后放出挥发油并用无水硫酸钠干燥,待测。根据计算挥发油含量约为 $w = 0.02\%$ 。

1.3 实验条件

1.3.1 色谱条件 HP-5 色谱柱(30 m × 0.32 mm × 0.25 μm);氢焰离子化(FID)检测器。升温程序:60 °C 保持 2 min,以 4 °C/min 升至 150 °C 并恒温 2 min,再以 4 °C/min 升至 250 °C,恒温 10 min;载气:氦气;汽化室温度 260 °C。

1.3.2 质谱条件 电子轰击(EI)离子源温度 200 °C;接口温度 280 °C;电子能量 70 eV;质量扫描范围 m/z 30~450;进样量 0.2 μL。

1.4 分析方法

用 HP-5 色谱柱对色谱分离条件进行优化,确定了最佳的分离条件,然后进行 GC/MS 分析。利用该仪器所配的 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。然后用面积归一法测得各组分的百分含量。

1.5 成分分析

用气相色谱对罗布麻叶子中的挥发油化学成分进行分析。经气相色谱数据处理机用峰面积归一法测的各组分的百分含量,并用 GC/MS 联用仪获得挥发油的总离子流色谱图(TIC)。经计算机质谱数据库检索,共鉴定出 25 种组分,占总峰面积的 85.38%,从而确定了罗布麻叶子中挥发油的基本化学成分。分析鉴定结果列于表 1。

表 1 罗布麻叶挥发油化学成分的分析结果

Table 1 Analysis results of main components of volatile oil from <i>Apocynum venetum</i> L.									
No	Compound	t_R /min	Relative intensity/%	Similarity/%	No	Compound	t_R /min	Relative intensity/%	Similarity/%
1	1,2-dioxolane	11.73	1.01	91	14	calarene	28.61	3.73	83
2	1-methyl-4-(1-methylethenyl)-cyclohexene	13.62	1.19	79	15	α-humulene	28.10	0.67	93
3	3-penten-2-one	15.77	1.84	81	16	β-bisabolene	30.38	1.54	80
4	nonanal	16.46	0.85	90	17	3-hexen-1-ol benzoate	30.79	6.45	90

续表

No	Compound	tr/m in	Relative intensity/%	Sim ilarity/%	No	Compound	tr/m in	Relative intensity/%	Sim ilarity/%
5	5-methyl-2-(1-methylethyl)-cyclohexanol	17.50	2.09	96	18	hexadecane	34.25	2.58	81
6	1- α -terpineol	20.87	10.38	78	19	caryophyllene oxide	38.56	10.57	76
7	1-carboxaldehyde-2, 6, 6-trimethyl-1, 3-cyclohexadiene	24.86	1.46	92	20	2-dodecanone	39.63	0.90	93
8	pulegone	25.88	4.24	90	21	tetradecanal	40.56	1.19	85
9	1-(2-furanyl)-2-ethanone	26.18	1.02	87	22	6, 10-dimethyl-2-undecanone	41.04	0.85	77
10	2-methyl-5-(1-methylethyl)-phenol	26.38	4.77	86	23	(E, E)-farnesylacetone	41.81	1.68	88
11	β -damascenone	26.70	5.85	87	24	3, 7, 11, 15-tetramethyl-2-hexadecen-1-ol	45.44	5.99	79
12	tetradecane	27.07	2.53	75	25	dotriacontane	51.77	1.28	92
13	trans-farnesol	28.07	5.27	84					

2 结果与讨论

经分析, 罗布麻挥发油主要成分为 1- α -萜品醇(10.38%)、长叶薄荷酮(4.25%)、2-甲基-5-异丙基苯酚(4.77%)、大马酮(5.85%)、反式-金合欢醇(5.27%)、氧化石竹烯(10.57%)、3, 7, 11, 15-四甲基-2-十六碳烯-1-醇 (5.99%)、苯甲酸-3-己烯酯(6.45%)等。占挥发油总量的 85.38%, 其中主要以烯、酮、醇类化合物为主。经文献查证 1- α -萜品醇有显著平喘功效, 也可作为空气消毒剂。反式金合欢醇具有消炎健胃作用, 民间用于治疗风湿扭伤等病。此外, 它在日用香精中还起协调剂作用^[9]。氧化石竹烯具有平喘、抗肿瘤、抗菌和镇咳作用。本工作为以后罗布麻的深入研究和资源利用奠定了基础。

参考文献

[1] 中国科学院植物志编委会. 中国志(第 63 卷)[M]. 北京: 北京科学出版社, 1977. 87.

[2] 方学良. 塔里木盆地大叶白麻土壤生长环境类型[J]. 植物生态学与地植物学学报, 1986, 10(1): 52~48.

[3] 张振杰. 药用罗布麻(红麻)叶的化学成分研究[J]. 中草药通讯, 1974, (1): 21~24.

[4] 邢声远. 天然医疗保健纤维—罗布麻[J]. 北京纺织, 2000, 22(2): 15.

[5] 国家医药管理局中草药情报中心站. 植物药有效成分手册[M]. 北京: 北京人民卫生出版社, 1986. 832~1032.

[6] 钱增年. 大花罗布麻叶的药理研究[J]. 中成药, 1990, 12(3): 98~99.

[7] 秦波, 鲁润华, 汪汉卿, 等. 地涌金莲挥发油化学成分 GC-MS 分析[J]. 中兽医医药杂志, 1996, 22(6): 3~7.

[8] 何方奕, 洪晓明, 孙玉芳, 等. 药用皖鄂鼠尾草精油成分的初步分析[J]. 北京大学学报(自版), 1997, 33(2): 142~146.

[9] 吴寿金, 赵泰, 秦永琪. 现代中草药成分化学[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2002. 674.