

杜成智,王 卉,冯 旭,等. 不同产地仙鹤草挥发油成分的 GC-MS 分析[J]. 江苏农业科学,2014,42(4):253-255.

不同产地仙鹤草挥发油成分的 GC-MS 分析

杜成智¹,王 卉¹,冯 旭¹,门燕飞²,李 银¹

(1. 广西中医药大学,广西南宁 530001; 2. 中国人民解放军第三〇三医院,广西南宁 530021)

摘要:分析不同产地仙鹤草挥发油的化学成分,结果表明,浙江省产仙鹤草挥发油分离出 41 个色谱峰,鉴定出 27 种化学成分;湖南省产仙鹤草挥发油分离出 47 个色谱峰,鉴定出 27 种化学成分;广西壮族自治区产仙鹤草挥发油分离出 22 个色谱峰,鉴定出 13 种化学成分;浙江省产的仙鹤草与湖南省产的仙鹤草挥发油主要种类及含量比较接近,各自又有独特的成分,这 2 个产地的仙鹤草与广西壮族自治区产的仙鹤草挥发油种类及含量差异较大。

关键词:仙鹤草;挥发油;气相色谱

中图分类号: R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)04-0253-03

仙鹤草别称龙牙草、狼牙草、脱力草等,为蔷薇科多年生草本植物龙芽草(*Agrimonia pilosa* Ledeb.)的干燥全草,主产于浙江省、江苏省、湖北省等地,其他地区亦有分布;其主要化学成分包括仙鹤草酚、仙鹤草内酯、挥发油、甾醇、皂苷及鞣质等生物活性物质,味苦、涩,性平,归肺、肝、脾经,具有收敛止血、消炎、止痢、解毒杀虫、益气强心之功效,临床上主要用于止血、抗肿瘤以及泌尿、呼吸、消化系统等疾病及妇科病的治疗等^[1-3]。本研究采用气相色谱-质谱联用方法,对仙鹤草挥发油的化学成分进行分析,旨在为仙鹤草挥发油的开发利用提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料

仙鹤草药材(产地:浙江省,批号:09061888)购自广西壮族自治区南宁市南宁湘君大药房;仙鹤草药材(产地:湖南省,批号:09052817)购自南宁市老百姓大药房;仙鹤草药材(产地:广西壮族自治区,批号:09052315)购自南宁市康全药业有限公司。所有材料均经广西中医药大学药用植物教研室李斌副教授鉴定为蔷薇科植物龙芽草的干燥全草。

1.2 仪器及试剂

6890N-5973N 气相色谱-质谱联用仪(美国 Agilent 公司)、HP-5MS 弹性石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)、G1701DA MSD 化学工作站、挥发油提取器、LG16-W 台式高速离心机(北京医用离心机厂)、农残级正己烷(美国天地有限公司,批号:HA-1721)、无水硫酸钠分析纯(国药集团化学试剂有限公司,批号:HW6586701)。

1.3 挥发油的提取

称取 50 g 捣碎的药材置于 2 000 mL 圆底烧瓶中,加水

1 000 mL,振摇均匀,浸泡 1 h,连接挥发油提取器与回流冷凝管,回流 5 h,冷却 1 h,拔出挥发油提取器下端活塞,将水缓缓放出,至油层上端到达 0 刻度线上 5 mm 处为止,读取挥发油量,得到淡黄色具有特殊香味的挥发油,用正己烷溶解挥发油,置于冰箱中密封保存备用。

1.4 气相色谱-质谱联用分析

气相色谱条件:进样量:1 μL;分流进样,分流比:10:1;载气:氮气,流速 1.0 mL/min。柱温:程序升温:60~280 ℃,初始温度 60 ℃,保留 3 min;以 5 ℃/min 升温至 120 ℃;再以 10 ℃/min 升温至 200 ℃;最后以 10 ℃/min 升温至 280 ℃,保持 3 min。质谱条件:电离方式:EI;电子能量:70 eV;接口温度:250 ℃;离子源温度:230 ℃;四极杆温度:150 ℃;倍增电压:1 482 V;发射电流:34.6 μA;质量扫描范围:50~550 amu。

2 结果与分析

2.1 GC-MS 试验结果

对不同产地的仙鹤草所提取的挥发油进行 GC-MS 分析,测得挥发油的总离子流色谱图(图 1 至图 3),结合质谱数据库(Nist02、Wiley275)进行检索,同时用峰面积归一法确定样品中各组分的相对含量(表 1 至表 3)。

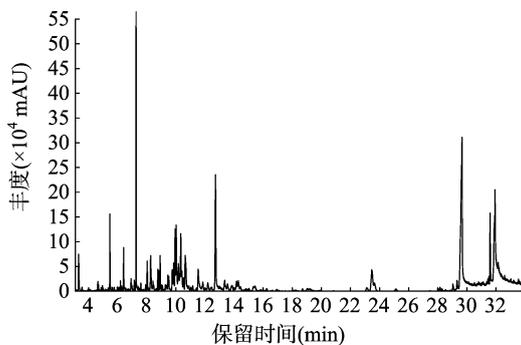


图1 浙江省产仙鹤草挥发油总离子流图

2.2 不同产地仙鹤草挥发油的共有成分

在 3 个产地仙鹤草挥发油化学成分中,有 3 种成分是你们的共有成分,分别占各自挥发油总量的 29.52%、18.23%、49.99%。在这些仙鹤草的特征成分中,棕榈酸含量最高(表 4)。

收稿日期:2013-08-03

基金项目:广西自然科学基金(编号:2011GXNSFF018006);广西科技创新与条件建设项目(编号:桂科能 090070609)。

作者简介:杜成智(1980—),男,壮族,广西宾阳人,硕士,讲师,从事药物分析研究。E-mail:276561774@qq.com。

通信作者:冯 旭,副教授,从事中药、天然药物成分研究。Tel:(0771)2219877;E-mail:gxnnfx@gmail.com。

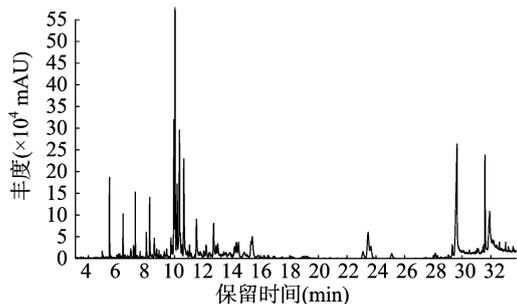


图2 湖南省产仙鹤草挥发油总离子流图

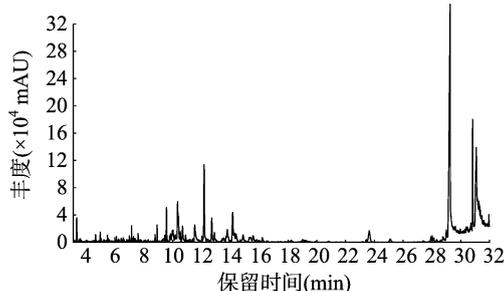


图3 广西壮族自治区产仙鹤草挥发油总离子流图

表1 浙江省产仙鹤草挥发油化学成分

序号	保留时间 (min)	化合物		分子式	相对含量 (%)
		英文名	中文名		
1	3.32	1 <i>R</i> - α -pinene	蒎烯	C ₁₀ H ₁₆	1.97
2	4.64	limonene	双戊烯	C ₁₀ H ₁₆	0.55
3	5.47	linalool	芳樟醇	C ₁₀ H ₁₈ O	2.36
4	6.19	borneol	2-蒎烯	C ₁₀ H ₁₈ O	0.22
5	6.41	(-)- α -terpineol	α -松油醇	C ₁₀ H ₁₈ O	1.39
6	7.26	<i>L</i> -bornyl acetate	左旋乙酸冰片酯	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	7.15
7	8.27	geranyl acetate	乙酸香叶酯	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	2.06
8	8.77	1 <i>H</i> -cycloprop[<i>E</i>] azulene, 1 <i>a</i> , 2, 3, 4, 4 <i>a</i> , 5, 6, 7 <i>b</i> -octahydro-1, 1, 4, 7-tetramethyl-, [1 <i>aR</i> -(1 <i>A</i> α , 4 <i>a</i> , 4 <i>A</i> β , 7 <i>B</i> α)]-	[1 <i>aR</i> -(1 <i>A</i> α , 4 <i>a</i> , 4 <i>A</i> β , 7 <i>B</i> α)]-1 <i>A</i> , 2, 3, 4, 4 <i>A</i> , 5, 6, 7 <i>B</i> -八氢化-1, 1, 4, 7-四甲基-1 <i>H</i> -环丙烯并[<i>E</i>]奥	C ₁₅ H ₂₄	0.87
9	8.84	α -cedrene	α -柏木烯	C ₁₅ H ₂₄	0.79
10	8.92	caryophyllene	反式石竹烯	C ₁₅ H ₂₄	1.54
11	9.45	α -caryophyllene	α -石竹烯	C ₁₅ H ₂₄	0.48
12	9.75	ζ -gurjunene	ζ -古芸烯	C ₁₅ H ₂₄	1.00
13	9.85	α -curcumene	α -姜黄烯	C ₁₅ H ₂₂	1.39
14	10.03	(-)- α -selinene	(-)- α -芹子烯	C ₁₅ H ₂₄	4.34
15	10.18	ζ -selinene	ζ -芹子烯	C ₁₅ H ₂₄	2.21
16	10.34	β -bisabolene	β -甜没药烯	C ₁₅ H ₂₄	4.08
17	10.53	ζ -muurolene	ζ -依兰油烯	C ₁₅ H ₂₄	0.76
18	10.65	(-)- α -panasinsen	(-)- α -人参烯	C ₁₅ H ₂₄	3.51
19	11.53	<i>cis</i> -nerolidol	<i>S</i> -(<i>Z</i>)-3, 7, 11-三甲基-1, 6, 10-十二烷三烯-3-醇	C ₁₅ H ₂₆ O	2.52
20	12.73	cedrol	柏木脑	C ₁₅ H ₂₆ O	9.31
21	14.17	β -eudesmol	β -桉叶醇	C ₁₅ H ₂₆ O	0.94
22	23.47	nerolidol	橙花叔醇	C ₁₅ H ₂₆ O	2.61
23	29.33	dibutyl phthalate	邻苯二甲酸二丁酯	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	0.55
24	29.67	palmitic acid	棕榈酸	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	22.23
25	31.59	phytol	植物醇	C ₂₀ H ₄₀ O	3.21
26	31.89	linoleic acid	亚油酸	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	3.67
27	31.93	octadecatrienol	亚麻仁醇	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	6.23

3 小结

本研究表明,浙江省产仙鹤草挥发油分离出 41 个色谱峰,鉴定出 27 种化学成分,已鉴定成分占挥发油总量的 87.92%,其主要成分有棕榈酸、柏木脑、左旋乙酸冰片酯等。湖南省产仙鹤草挥发油分离出 47 个色谱峰,鉴定出 27 种化学成分,已鉴定成分占挥发油总量的 84.14%,其主要成分有

棕榈酸、(-)- α -芹子烯、 β -甜没药烯等。广西壮族自治区产仙鹤草挥发油分离出 22 个色谱峰,鉴定出 13 种化学成分,已鉴定成分占挥发油总量的 84.69%,其主要成分有棕榈酸、亚油酸、石竹素等。浙江省产的仙鹤草与湖南省产的仙鹤草挥发油主要种类及含量比较接近,各自又有独特的成分,这 2 个产地的仙鹤草与广西壮族自治区产的仙鹤草挥发油种类及含量差异较大。

表2 湖南省产仙鹤草挥发油化学成分

序号	保留时间 (min)	化合物		分子式	相对含量 (%)
		英文名	中文名		
1	5.47	linalool	芳樟醇	C ₁₀ H ₁₈ O	2.02
2	6.41	α -terpineol	α -松油醇	C ₁₀ H ₁₈ O	1.14
3	7.26	L-bornyl acetate	L-乙酸冰片酯	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	1.55
4	8.03	neryl acetate	乙酸橙花酯	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	1.04
5	8.26	geranyl acetate	乙酸香叶酯	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	2.08
6	8.59	methyl eugenol	甲基丁香酚	C ₁₁ H ₁₄ O ₂	1.06
7	8.76	guaiene	愈创木烯	C ₁₅ H ₂₄	0.42
8	9.44	α -caryophyllene	α -石竹烯	C ₁₅ H ₂₄	0.40
9	9.74	1H-cycloprop[e]azulene, 1a, 2, 3, 4, 4a, 5, 6, 7b-octahydro-1, 1, 4, 7-tetramethyl-, [1aR-(1A α , 4 α , 4A β , 7B α)]-	[1AR-(1A α , 4 α , 4A β , 7B α)]-1A, 2, 3, 4, 4A, 5, 6, 7B-八氢化-1, 1, 4, 7-四甲基-1H-环丙烯并[E]奥	C ₁₅ H ₂₄	0.73
10	9.79	ζ -muurolene	ζ -依兰油烯	C ₁₅ H ₂₄	0.40
11	9.85	α -curcumene	α -姜黄烯	C ₁₅ H ₂₂	0.52
12	9.95	triisopropylbenzene	三异丙苯	C ₁₅ H ₂₄	6.43
13	10.03	(-)- α -selinene	(-)- α -芹子烯	C ₁₅ H ₂₄	11.28
14	10.18	ζ -selinene	ζ -芹子烯	C ₁₅ H ₂₄	4.08
15	10.33	β -bisabolene	β -甜没药烯	C ₁₅ H ₂₄	8.39
16	10.52	germacrene D	大牛儿烯D	C ₁₅ H ₂₄	0.83
17	10.64	α -panasinsene	α -人参烯	C ₁₅ H ₂₄	6.55
18	11.52	cis-nerolidol	S-(Z)-3, 7, 11-三甲基-1, 6, 10-十二烷三烯-3-醇	C ₁₅ H ₂₆ O	2.60
19	12.19	caryophyllene oxide	石竹素	C ₁₅ H ₂₄ O	1.06
20	12.71	cedrol	柏木脑	C ₁₅ H ₂₆ O	2.46
21	14.29	ζ -gurjunene	ζ -古云烯	C ₁₅ H ₂₄	1.41
22	15.31	α -bisabolol	α -甜没药醇	C ₁₅ H ₂₆ O	1.18
23	15.39	α -bisabolol	α -红没药醇	C ₁₅ H ₂₆ O	2.44
24	23.46	acetic acid farnesylester	反,反-西基乙酸	C ₁₇ H ₂₈ O ₂	3.95
25	29.32	butyl cyclohexyl phthalate	邻苯二甲酸丁基环己酯	C ₁₈ H ₂₄ O ₂	0.62
26	29.64	palmitic acid	棕榈酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	13.53
27	31.59	phytol	植物醇	C ₂₀ H ₄₀ O	0.62

表3 广西壮族自治区产仙鹤草挥发油化学成分

序号	保留时间 (min)	化合物		分子式	相对含量 (%)
		英文名	中文名		
1	3.33	pinene	蒎烯	C ₁₀ H ₁₆	1.32
2	7.13	1-iodododecane	1-碘十二烷	C ₁₂ H ₂₅ I	0.42
3	9.51	bornyl butyrate	丁酸龙脑酯	C ₁₄ H ₂₄ O ₂	1.90
4	9.95	(-)-alloaromadendrene	香树烯	C ₁₅ H ₂₄	1.08
5	10.25	β -bisabolene	β -甜没药烯	C ₁₅ H ₂₄	3.31
6	10.30	2,4-di-tert-butylphenol	2,4-二叔丁基苯酚	C ₁₄ H ₂₂ O	2.26
7	10.57	d-cadinene	d-杜松萜烯	C ₁₅ H ₂₄	1.82
8	11.97	caryophyllene oxide	石竹素	C ₁₅ H ₂₄ O	7.03
9	12.45	cedrol	柏木脑	C ₁₅ H ₂₆ O	2.03
10	20.50	diisobutyl phthalate	邻苯二甲酸二异丁酯	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	1.19
11	22.74	palmitic acid	棕榈酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	41.25
12	25.12	phytol	植物醇	C ₂₀ H ₄₀ O	5.43
13	25.55	linoleic acid	亚油酸	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	15.65

表4 不同产地仙鹤草挥发油共有成分相对含量

化合物	相对含量(%)		
	浙江	湖南	广西
棕榈酸	22.23	13.53	41.25
β -甜没药烯	4.08	8.39	3.31
植物醇	3.21	0.62	5.43

参考文献:

- [1] 雷载权. 中药学[M]. 上海:上海科学技术出版社, 1995:192.
- [2] 聂绍荃. 黑龙江植物资源志[M]. 哈尔滨:东北林业大学出版社, 2003:343.
- [3] 洪 阁, 戴永红, 刘培勋, 等. 仙鹤草化学成分和药理作用研究进展[J]. 药学服务与研究, 2008, 8(5):362-366.