

师守国,李善菊.不同萃取头对木香薷挥发性物质成分分析[J].江苏农业科学,2014,42(8):301-303.

不同萃取头对木香薷挥发性物质成分分析

师守国,李善菊

(运城学院生命科学系,山西运城 044000)

摘要:采用顶空固相微萃取(HS-SPME)与气质联用(GC-MS)相结合对药用植物木香薷中的气体成分进行了初步分析,比较了3种不同涂层纤维的萃取头对木香薷气体成分的萃取效果和特点。结果表明,在相同试验条件下75 μm 的CAR/PDMS萃取头萃取效果最佳。

关键词:顶空固相微萃取;气质联用;木香薷;萃取头;挥发性物质

中图分类号: R284.1;O657.63 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)08-0301-03

木香薷(*Elsholtzia stauntonii*)是唇形科香薷属植物,别称柴荆芥、香荆芥,属多年生草本,主要分布于山西、陕西、甘肃等地,性味微温、辛、苦,主治肠炎、风湿性关节炎、感冒、牙疼、肿瘤、头痛发热、恶寒无汗、胸痞腹痛、呕吐腹泻、水肿、脚气等症^[1-3]。该物质化学成分的研究已有报道^[4-8],主要采用质谱分析等方法,由于各地生存环境、研究方法的不同,不同地区木香薷化学成分存在很大的差异。本研究以中条山历山山系木香薷为材料,通过GC-MC技术对叶片中含量进行分析,为木香薷药用植物的开发和利用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料

供试材料木香薷(*Elsholtzia stauntonii*)采自中条山历山山系,海拔1 500 m处,野生。

1.2 仪器设备

固相微萃取手动进样手柄聚二甲基硅氧烷与聚二乙烯基苯复合萃取头(PDM/DVB)65 μm ,聚二甲基硅氧烷与羧乙基的复合萃取头(CAR/PDMS)75 μm ,聚二甲基硅氧烷萃取头(PDMS)100 μm 3种萃取头,GC-MC 2010气质联用仪为日本岛津公司生产。

1.3 试验条件

1.3.1 SPME萃取 在顶空瓶中装入粉碎的2 g样品,插入SPME头,50℃下顶空萃取30 min,再将萃取头放入GC-MC进样口解吸3 min,进行GC-MC分析。

1.3.2 色谱条件 色谱柱 DB-5ms(30 m \times 0.25 μm \times 0.25 mm),气化室温度为230℃,程序升温:45℃保持1 min,以5℃/min速率升温至290℃,保持2 min。

1.3.3 质谱条件 质谱条件EI电源电力能量70 eV,接口温度220℃,离子源温度200℃,质谱扫描范围45~500(m/z)。

1.4 定性定量分析

根据GC-MC检测所得信息经计算机质谱库检索再结

合相关化学经验对木香薷中挥发物质进行鉴定,采用TIC峰面积归一化法求得各成分相对质量百分含量。

2 结果与分析

2.1 成分鉴定

在上述色谱条件下进行分析,木香薷在不同萃取头(PDM/DVB 65 μm 、CAR/PDMS 75 μm 、PDMS 100 μm)挥发性成分的总离子流色谱见图1、图2、图3,结合图谱库及相关文献,分别确定了挥发性物质的主要化学成分(表1),并按照峰面积归一化法计算了各化合物的相对百分含量。

木香薷的挥发性物质主要分属于不同类别的醇、酯、有机酸、醛、萜烯醇、内酯、芳香酮等含量从每升几纳克到几百毫克不等,具有不同的医疗效果,在本试验中3种萃取头共萃取得到了46种木香薷挥发性成分,并利用AMDIS软件在NISTFF谱图中进行了检索定性。检测结果见表1,本试验从木香薷叶片中共鉴定出46种物质,其中有1种酸,4种醇,2种酯,6种醛,2种酮,27种烯,1种呋喃,1种烷,2种酚。PDMS/DVB 65 μm 萃取头共萃取到醇类物质5种,占总量10.9%;酚类物质2种,占总量2.2%;烷类物质为1种,占总量2.2%;烯类物质为27种,占总量58.7%;酮类物质2种,占总量4.3%;酯类物质1种,占总量2.2%;醛类物质5种,占总量10.9%;呋喃类1种,占总量2.2%。CAR/PDMS 75 μm 萃取头共萃取到醇类物质6种,占总量13.0%;酚类物质2种,占总量4.3%;烷类物质为1种,占总量2.2%;烯类物质为28种,占总量60.9%;酮类物质2种,占总量4.3%;酯类物质2种,占总量4.3%;醛类物质6种,占总量13.0%;酸1种,占总量2.2%;呋喃类1种,占总量2.2%。PDMS 100 μm 萃取头共萃取到醇类物质5种,占总量10.9%;酚类物质1种,占总量2.2%;烷类物质1种,占总量2.2%;烯类物质19种,占总量41.3%;酮类物质1种,占总量2.2%;酯类物质2种,占总量4.3%;醛类物质3种,占总量6.5%;酸1种,占总量2.2%;呋喃类1种,占总量2.2%。PDMS萃取到了1种酸,而CAR/PDMS与PDMS/DVB萃取头均未萃取到酸,原因还有待于进一步研究阐明。

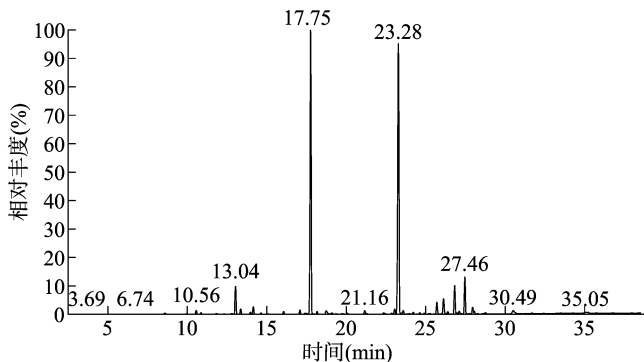
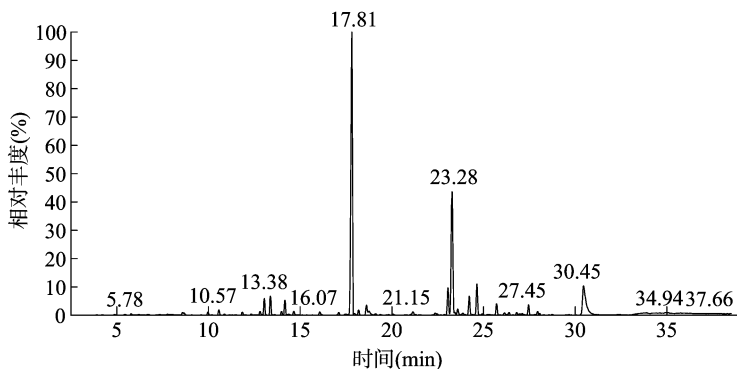
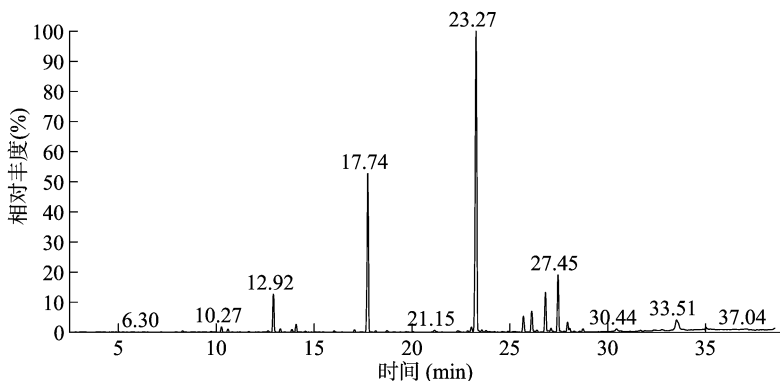
2.2 不同波长检测效果

60、75、100 μm 、分别萃取物质分别为42类、44类、32类,65 μm 下有4类物质未检测到,75 μm 下有2类物质未检测

收稿日期:2013-11-27

基金项目:运城学院博士启动经费(编号:YQ2012016);运城学院产学研资助项目(编号:CY-2012008)。

作者简介:师守国(1973—),男,山西运城人,博士,讲师,从事园林植物遗传育种与分子生物学研究。E-mail:shishouguo@163.com。

图1 木香薷挥发性成分的总离子流色谱 (65 μm 萃取头)图2 木香薷挥发性成分的总离子流色谱 (75 μm 萃取头)图3 木香薷挥发性成分的总离子流色谱 (100 μm 萃取头)

到,100 μm 下有 14 类物质未检测到,75 μm 较 65、100 μm 分别多检测 2 类和 12 类物质。在挥发性物质分析的研究中,3 种萃取头萃取样经 GC-MS 分析后,表现出较明显的差异,无论是在化合物的种类、数量,还是相对分子质量及化合物的含量,以及对主要气体成分的萃取,CAR/PDMS 75 μm 萃取头都表现出了较好的萃取效果。从本试验结果来看,选用 CAR/PDMS 75 μm 萃取头作为木香薷药用成分分析的样品预处理为最佳选择。

3 结论

本试验采用顶空固相微萃取-气质联用方法检测药用植物木香薷,共计检测出 46 种挥发性化合物,主要成分为 2,6,6-三甲基-1-环己烯基乙醛、2,3,5,6-四甲基苯酚、反式-2-己烯醛、2,10-二甲基-9-十一烯醛、2,5-二甲基

呋喃、 γ -榄香烯、右旋大根香叶烯、 γ -杜松烯、蛇麻烯、2,10-二甲基-9-十一烯醛等。该方法操作简单,能够很好地应用于木香薷挥发成分的检测。

参考文献:

- [1] 都恒青,方洪钜,赵 曦. 木香薷挥发油的研究[J]. 药物分析杂志,1989,9(1):18-21.
- [2] 郑旭东,胡浩斌. 香薷化学成分的研究[J]. 化学研究,2006,17(3):85-87.
- [3] Zheng S Z, Kang S H, Shen Y W, et al. Three new c-methylated flavones from *Elsholtzia stauntonii* [J]. Planta Medica, 1999, 65(2): 173-175.
- [4] 郑旭东,胡浩斌. 庆阳香薷挥发油化学成分的研究[J]. 光谱实验室,2005,22(1):179-182.

表 1 不同萃取头下木香蒿挥发性物质

序号	保留时间	成分	分子式	相对含量(%)		
				65 μm PDMS/DVB	75 μm PDMS/CAR	100 μm PDMS
1	8'58"	三环烯	C ₁₀ H ₁₆	0.15	0.34	0.15
2	8'67"	α-水芹烯	C ₁₀ H ₁₆	0.04	0.27	
3	9'97"	己醛	C ₆ H ₁₂ O	0.08	0.41	
4	10'56"	α-蒎烯	C ₁₀ H ₁₆	0.49	0.69	0.72
5	10'86"	茨烯	C ₁₀ H ₁₆	0.19	0.12	0.41
6	11'84"	α-月桂烯	C ₁₀ H ₁₆	0.1	0.38	
7	12'32"	2-萜烯	C ₁₀ H ₁₆	0.04	0.14	
8	12'80"	D-柠檬烯	C ₁₀ H ₁₆	0.11	0.46	0.20
9	13'04"	桉叶油醇	C ₁₀ H ₁₈ O	3.61	2.21	5.21
10	13'36"	反式-2-己烯醛	C ₆ H ₁₀ O	0.66	2.58	0.43
11	13'97"	α-蒎品烯	C ₁₀ H ₁₆	0.22	0.53	0.36
12	14'15"	3-辛酮	C ₈ H ₁₆ O	0.95	1.99	1.06
13	14'64"	1-甲基-3-异丙基苯	C ₁₀ H ₁₄	0.15	0.47	0.12
14	16'06"	乙酸-3-辛醇酯	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	0.33	0.41	0.16
15	17'08"	1-辛烯-3-醇乙酸酯	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	0.53	0.34	0.32
16	17'42"	3-辛醇	C ₈ H ₁₈ O	0.14	0.13	
17	17'76"	2,3,5,6-四甲基苯酚	C ₁₀ H ₁₄ O	36.95	41.34	22.27
18	17'96"	(E,E)-2,4-己二烯醛	C ₆ H ₈ O		0.18	
19	18'16"	紫苏烯	C ₁₀ H ₁₄ O	0.35	0.66	0.18
20	18'60"	百里香酚	C ₁₀ H ₁₄ O		1.28	
21	18'74"	1-辛烯-3-醇	C ₈ H ₁₆ O	0.44	0.37	0.21
22	19'11"	α-草澄茄油烯	C ₁₅ H ₂₄	0.17	0.17	
23	20'05"	α-榄香烯	C ₁₅ H ₂₄	0.14	0.14	
24	21'16"	芳樟醇	C ₁₀ H ₁₈ O	0.41	0.43	0.25
25	22'35"	α-柏木烯	C ₁₅ H ₂₄	0.26	0.24	0.28
26	22'85"	α-古芸烯	C ₁₄ H ₂₄	0.11	0.20	0.17
27	23'04"	2,10-二甲基-9-十一烯醛	C ₁₃ H ₂₂ O	0.69	3.84	0.68
28	23'29"	2,6,6-三甲基-1-环己烯基乙醛	C ₁₁ H ₁₈ O	36.11	19.98	42.08
29	23'42"	α-人参烯	C ₁₂ H ₂₄	0.04	0.21	
30	23'58"	香树烯	C ₁₂ H ₂₄	0.46	0.80	0.26
31	23'79"	[1R-(1R*,4Z,9S*)]-4,11,11-三甲基-8-亚甲基-二环[7.2.0]4-十一烯	C ₁₂ H ₂₄		0.07	0.18
32	23'98"	二环香叶烯	C ₁₂ H ₂₄	0.06	0.23	
33	24'21"	4-异丙基苯甲醛	C ₁₂ H ₁₂ O	0.24	2.70	
34	24'62"	二氢茉莉酮	C ₁₁ H ₁₈ O	0.17	0.15	
35	24'92"	香橙烯	C ₁₅ H ₂₄	0.11	0.15	
36	25'70"	蛇麻烯	C ₁₅ H ₂₄	1.54	1.57	2.18
37	26'12"	γ-杜松烯	C ₁₅ H ₂₄	1.97	0.31	2.92
38	26'39"	衣兰油烯	C ₁₅ H ₂₄	0.28	0.30	0.23
39	26'82"	右旋大根香叶烯	C ₁₅ H ₂₄	3.71	0.34	5.47
40	27'11"	罗汉柏烯	C ₁₅ H ₂₄	0.31	0.15	0.45
41	27'46"	γ-榄香烯	C ₁₅ H ₂₄	4.76	1.40	7.81
42	27'95"	D-杜松烯	C ₁₅ H ₂₄	0.81	0.45	1.24
43	28'06"	二环香叶烯	C ₁₅ H ₂₄	0.29	0.19	0.40
44	28'28"	芳姜黄烯	C ₁₅ H ₂₂	0.09		0.12
45	30'44"	2,5-二甲基呋喃	C ₆ H ₈ O	0.41	5.85	0.34
46	33'52"	3-羟基-7-(羟基氨基)胆氨酸	C ₂₄ H ₃₈ O ₄			1.92

[5]刘鑫军. 木香蒿的开发利用与栽培技术[J]. 北方园艺,2007(8):154-155.

[6]朱广龙,赵挺,康冬冬,等. 木香蒿精油最佳提取工艺的研究[J]. 中国野生植物资源,2012,31(4):5-9.

[7]郑尚珍,康淑荷,沈彤. 木香蒿化学成分的研究[J]. 西北师范大学学报:自然科学版,2000,36(1):51-57.

[8]郑尚珍. 利毛才让,戴荣,等. 超临界流体CO₂萃取法研究木香蒿精油化学成分[J]. 西北师范大学学报,2001,37(3):37-40.