

栾华挥发油的提取及 GC-MS 分析

张璐, 田棣, 窦芳, 任璐, 尤晓娟, 王军宪* (西安交通大学医学院药理学系, 西安 710061)

摘要: 目的 分析栾华的挥发油成分。方法 水蒸气蒸馏法提取栾华挥发油, 并用 GC-MS 对其成分进行分析, 并用面积归一化法测定各组分的相对含量。其中浸泡时间为 20 h, 加热 8 h 至挥发油量不再增加为止; GS-MS 条件: DB-5MS 毛细管色谱柱(0.2 mm×30 m, 0.25 μm); 载气为高纯度氦气, 流速为 1 mL·min⁻¹; 质谱分析条件: EI 电离源 70 eV; 离子源温度 200 °C。结果 鉴定出了 35 个组分占总出峰面积的 98.8%, 并确定了其中主要成分的相对含量。结论 栾华挥发油的主要成分为: 3-甲基-4-羧基戊酸(49.71%)、n-十六酸(16.16%)、肉豆蔻酸(2.62%)、亚麻酸(2.38%)、9,12-十八碳二烯酸(2.36%)、2-十五酮(2.32%)、正三十六烷(2.17%)、苯乙醛(2.05%)。

关键词: 栾华; 挥发油; 水蒸气蒸馏法; 气相色谱-质谱联用法

中图分类号: R917.103

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2011)03-0262-03

作者简介: 张璐, 女, 硕士 Tel: (029)82655137
Tel: (029)82655137 E-mail: wangjx@mail.xjtu.edu.cn

E-mail: batistuta28@126.com

*通信作者: 王军宪, 男, 教授

Extraction and GC-MS Analysis of Essential Oil from Flower of Paniculate Goldraintree

ZHANG Lu, TIAN Di, DOU Fang, REN Lu, YOU Xiaojuan, WANG Junxian* (Department of Pharmacy, School of Medicine, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710061, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To analyze the compositions of essential oil from flower of paniculate goldraintree. **METHODS** To isolate by steam distillation and analyze by GC-MS. Relative content of each component was determined by area normalization. Immersion them 20 hours and heating them to 8 hours until the essential oil did not increase. GS-MS conditions: DB-5MS capillary column (0.2 mm×30 m, 0.25 μm), carrier gas was high purity helium, flow rate was 1 mL·min⁻¹. MS conditions: EI ionization 70 eV, ion source temperature was 200 °C. **RESULTS** Thirty-five compounds, representing 98.8% of total oil, were indentified and their relative amount was determined. **CONCLUSION** The oil is rich in 3-methyl-4-oxopentanoic acid (49.71%), n-hexadecanoic acid (16.16%), myristic acid(2.62%), linolenic acid(2.38%), (Z,Z)-9,12-octadecadienoic acid(2.36%), 2-pentadecanone(2.32%), hexatriacontane(2.17%), benzeneacetaldehyde(2.05%).

KEY WORDS: flower of paniculate goldraintree; essential oil; steam distillation; GC-MS

栾华为无患子科植物栾树 *Koelreuteria paniculata* Laxm.的干燥花。栾树又名大夫树、灯笼树,全世界共有4个种,我国产有3个种、1个变种。主产于我国西南部、东北部以及南方各省和台湾省,一般多为栽培或野生^[1-2]。《神农本草经》记载,栾华“主目痛,消目肿”^[2]。现代药理学研究表明,栾树属植物具有抗癌、清除自由基、抑菌、杀虫以及免疫抑制、抗病毒、活血化瘀等药理作用^[3]。目前国内外对该属植物的研究主要集中在栾树的叶子、树皮、果实以及种子。已分离得到了31种化合物,主要为黄酮类、木质素类、没食子酸衍生物、谷甾醇类衍生物、皂苷类、甾脂类、甘油酯类、油脂类及脂肪酸类等化学成分^[4-10]。其中,黄酮类、木质素类、没食子酸衍生物类化合物为其主要成分^[5],但是目前尚未对栾华的挥发油成分进行报道。为了系统深入开发这一资源,本实验采用水蒸气蒸馏法提取栾华挥发油,并结合GC-MS对其进行分析研究。

1 仪器与试剂

日本岛津GC-MS/QP2010型气相色谱-质谱联用仪。栾华2009年9月采自陕西省西安交通大学医学院,由西安交通大学医学院王军宪教授鉴定为无患子科栾树属植物栾树 *Koelreuteria paniculata* Laxm.的花。

2 方法与结果

2.1 挥发油的提取

水蒸气蒸馏法提取挥发油。将栾树花自然干燥,晾晒48 h后将其粉碎,过100目筛。称取粉碎的样品80 g,置于1 000 mL圆底烧瓶中,加入蒸馏水600 mL、氯化钠12 g,浸泡约21 h后加热提取。以挥发油测定器接收馏出液,加热8 h,挥发油的

量不再增加。分离馏出液得到挥发油约0.9 mL,无水硫酸钠干燥后为淡黄色透明液体。根据中国药典挥发油测定法测定栾树花挥发油的收率为1.13%。

2.2 挥发油的GC-MS分析

气相色谱条件:Agilent DB-5MS毛细管色谱柱(0.2 mm×30 m, 0.25 μm),进样量:1 μL;载气:He;纯度:99.999%;流速:1 mL·min⁻¹;柱温:80 °C;进样口温度:280 °C;分流比:20:1;程序升温:80 °C;持续2 min,7 °C·min⁻¹升温至160 °C,持续2 min,10 °C·min⁻¹升温至280 °C,持续4 min。

质谱条件:EI离子源,电子能量为70 eV,质量扫描范围为50~500 amu,离子源温度为200 °C,溶剂峰切除时间为2.5 min,质谱检测起测时间为3.0 min,质谱图计算机检索数据库:NIST谱库检索。

3 结果

从栾华挥发油的总离子流图中共分离得到186个组分见图1,经过计算机检索及核对质谱图,鉴定出了35个组分,占总出峰面积的98.8%,并用面积归一化法确定了各组分的相对百分含量,结果见表1。

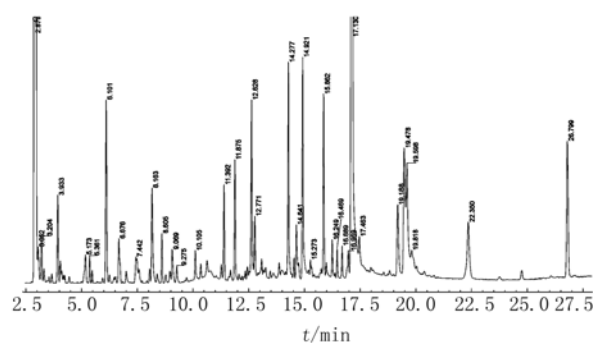


表 1 栾华挥发油成分分析结果

Tab 1 GC-MS analysis on chemical constituents of the volatile oil from flowers of paniculate goldraintree

峰号	保留时间/ min	成分名称	分子式	相对含量/%
1	2.879	3-甲基-4-羧基戊酸	C ₇ H ₁₂ O ₃	49.71
2	3.052	3-甲基-丁醛	C ₅ H ₁₀ O	0.51
3	3.204	丙酸乙酯	C ₅ H ₁₀ O ₂	0.52
4	3.933	α-呋喃甲醛	C ₅ H ₄ O ₂	0.93
5	5.173	2, 3, 3-三甲基-4-羧基-水杨酸苯酯	C ₁₇ H ₂₇ O ₂	0.45
6	5.361	2-正戊基呋喃	C ₉ H ₁₄ O	0.25
7	6.101	苯乙醛	C ₈ H ₈ O	2.05
8	6.676	芳樟醇	C ₁₀ H ₁₈ O	0.63
9	7.442	(E)-2-壬烯醛	C ₉ H ₁₆ O	0.80
10	8.163	桃金娘烯醇	C ₁₀ H ₁₆ O	1.29
11	8.605	1, 7, 7-三甲基-二环[2.2.1]-2-庚烯	C ₁₀ H ₁₆	0.52
12	9.069	(-)-顺-桃金娘烷醇	C ₁₀ H ₁₈ O	0.41
13	9.275	2-氧代硬脂酸甲酯	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	0.22
14	10.105	n-癸酸	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	0.32
15	11.392	2, 6, 10-三甲基十二烷	C ₁₅ H ₃₂	0.89
16	11.875	2-十三酮	C ₁₃ H ₂₆ O	1.24
17	12.628	月桂酸	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	1.88
18	12.771	(E)-3, 7, 11-三甲基-, 1, 6, 10-十二碳三烯-3-醇	C ₁₅ H ₂₆ O	0.55
19	14.277	2-十五酮	C ₁₅ H ₃₀ O	2.32
20	14.641	橙花叔醇	C ₁₅ H ₂₆ O	0.74
21	14.921	肉豆蔻酸	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	2.62
22	15.273	二十二酸乙酯	C ₂₄ H ₄₈ O ₂	0.21
23	15.862	6, 10, 14-三甲基-2-十五烷酮	C ₁₈ H ₃₆ O	1.78
24	16.249	1, 2-苯二酸-丁基-8-甲基-壬基二酯	C ₁₇ H ₃₇ O ₄	0.38
25	16.469	2-十九烷酮	C ₁₉ H ₃₈ O	0.38
26	16.690	棕榈酸甲酯	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	0.31
27	16.969	3, 5, 11, 15-四甲基-3-羟基-十六烷醇	C ₂₀ H ₄₂ O	0.33
28	17.130	n-十六酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	16.16
29	17.463	十六酸乙酯	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	0.25
30	19.188	叶绿醇	C ₂₀ H ₄₀ O	1.22
31	19.478	9, 12-十八碳二烯酸	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	2.36
32	19.598	亚麻酸	C ₁₈ H ₃₀ O ₂	2.38
33	19.818	硬脂酸	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	0.73
34	22.350	二十烷	C ₂₀ H ₄₂	1.45
35	26.800	正三十六烷	C ₃₆ H ₇₄	2.17

4 讨论

采用水蒸气蒸馏法提取栾华挥发油的收率为 1.13%。分析结果表明, 栾华挥发油中脂肪酸类化合物含量最多。其中, 3-甲基-4-羧基戊酸、n-十六酸、肉豆蔻酸的含量分别为 49.71%, 16.16%, 2.62%。醇类化合物含量也较多。如: 叶绿醇、(-)-顺-桃金娘烷醇、(-)-顺-桃金娘烷醇的含量分别为 1.22%, 0.41%, 1.29%。此外挥发油中还含有正三十六烷等烷烃类化合物。其中含量最高的 3-甲基-4-羧基戊酸无明显生理活性。栾华抗癌、自由基清除、杀虫等作用可能与其所含的黄酮类、没食子酸衍生物、谷甾醇类衍生物、皂苷类、甾脂类、甘油酯类、油脂类及脂肪酸类等化学成分有关^[3]。栾华挥发油中存在黄酮、没食子酸衍生物、谷甾醇类衍生物等化合物, 构成其特有的药用价值, 对这些成分的提取、分离纯化及利用还有待于深入研究, 从而实现对栾华的深层次开发利用。

REFERENCES

[1] CHENG Z. Ornamental Tree Science(观赏树木学) [M]. Beijing: Tree Science of Chinese Publishers, 1984: 425.

[2] Institute of Botany, The Chinese Academy of Sciences. The Plant Index of China(中国植物志) [M]. Vol 47.I. Beijing: Scientific and Technical Publishers, 1985: 54.

[3] MA G E. The Proceeding of Chemical Constituents and Pharmacological activities of *Koelreuteria paniculata* Laxm.[J]. World Notes Plant Med(国外医药 植物分册), 1999, 14(6): 246-247.

[4] YANG X F, LEI H M, FU H Z, et al. study on the flavonoids from the seeds of *Koel Reuteria Paniculata* Laxm [J]. Acta Pharm Sin(药学报), 2000, 35(3): 208-211.

[5] MAHMOUD I, MOHARRAM F A, MARZOUK M S, et al. Two new flavonol glycosides from leaves of *Koelreuteria paniculata* [J]. Pharmazie, 2001, 56(7): 580-582.

[6] LEI H M, LI Q, BI W, et al. A new saponin from *Koelreuteria paniculata* [J]. Acta Pharm Sin(药学报), 2007, 42(2): 171-173.

[7] LEI H M, BI W, LI Q, et al. A new compound from *Koelreuteria paniculata* Laxm. [J]. Nat Prod Res Develop(天然产物研究与开发), 2007, 19(5): 796-797.

[8] LIANG S F, MA B L. Advances in researches on chemical compositions of *Koel reuteria paniculata* [J]. J Northwest For Univ(西北林学院学报), 2004, 19(1): 119-122.

[9] MOHAMED A S, MA G E, LI X H. Flavonoids from *Koelreuteria henryi* and other sources as protein-tyrosine kinase inhibitors [J]. J Nat Prod, 1993, 56(6): 967-969.

[10] SONG Y N, ZHANG H L, CHANG C J. Cytotoxic cyclolignans from *Koelreuteria henryi* [J]. J Nat Prod, 1994, 57(12): 1670-1674.

收稿日期: 2010-06-08