

GC-MS 分析不同水蒸气蒸馏法提取的莲子心挥发油成分

曾建伟^a, 林珊^a, 吴岩斌^a, 蔡巧燕^a, 朱晓勤^a, 叶锦霞^a, 吴锦忠^{a,b*} (福建中医药大学, a.中西医结合研究院; b.药理学系, 福州 350108)

摘要: 目的 分析比较不同水蒸气蒸馏法所得莲子心的挥发油成分。方法 分别采用水蒸气蒸馏装置(SDA)和挥发油测定装置(EODA)的水蒸气蒸馏法提取莲子心挥发油, GC-MS 分离鉴定挥发油成分, 峰面积归一化法计算百分含量。结果 采用 SDA 法, 鉴定出 29 种成分, 占挥发油总量 91.56%, 主要成分为棕榈酸(28.96%)、9,17-十八碳二烯醛(19.99%)和亚油酸(11.94%)等; 采用 EODA 法, 鉴定出 18 种成分, 占挥发油总量 77.96%, 主要成分为棕榈酸(18.98%)、肉桂酸龙脑酯(12.58%)、2-甲氧基-4-乙烯苯酚(8.25%)等。结论 两种水蒸气蒸馏法所得挥发油成分存在较大差异, 且 SDA 较 EODA 更适用于提取挥发油。

关键词: 莲子心; 挥发油; 水蒸气蒸馏法; 气质联用

中图分类号: R917.103

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)09-0797-03

GC-MS Analysis of Chemical Constituents of the Essential Oil from Plumula Nelumbinis by Different Stream Distillation Methods

ZENG Jianwei^a, LIN Shan^a, WU Yanbin^a, CAI Qiaoyan^a, ZHU Xiaoqin^a, YE Jinxia^a, WU Jinzhong^{a,b*} (Fujian University of Traditional Chinese Medicine, a.Academy of Integrative Medicine; b.Department of Pharmacy, Fuzhou 350108, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To compare chemical constituents of the essential oil from plumula nelumbinis by different stream distillation methods. **METHODS** The essential oil was extracted by stream distillation method of stream distillation apparatus (SDA) and essential oil determination apparatus (EODA). The constituents were separated and identified by GC-MS, the amounts of the constituents from the essential oil were determined by area normalization method. **RESULTS** There were 29 constituents from plumula nelumbinis by SDA, which accounted for 91.56% of total essential oil fraction. The major constituents are hexadecanoic acid (28.96%), 9,17-octadecadienal(19.99%) and 9,12-octadecadienoic acid(11.94%). There were 18 constituents from plumula nelumbinis by EODA, which accounted for 77.96% of total essential oil fraction. The major constituents are hexadecanoic acid (18.98%), propenoic acid borneol ester (12.58%), 2-methoxy-4-vinylphenol(8.25%). **CONCLUSION** There is a big difference in the composition of essential oil extracted by the two kinds of stream distillation methods. And SDA is more suitable than EODA for extracting essential oil.

KEY WORDS: plumula nelumbinis; essential oil; stream distillation; GC-MS

莲子心为睡莲科植物莲 *Nelumbo nucifera* Gaertn.的成熟种子中的干燥幼叶及胚根^[1], 除含生物碱、黄酮、多糖外, 还含有挥发油。文献报道莲子心挥发油的提取方法主要有 3 种, 即水蒸气蒸馏法^[2]、低极性有机溶剂萃取后甲酯化法^[3-4]和超临界 CO₂ 萃取法^[2,5]。但未见针对水蒸气蒸馏法的不同实验装置进行莲子心挥发油提取的研究报

道。本试验采用两种不同的水蒸气蒸馏装置分别提取莲子心挥发油, 经 GC-MS 分析比较其成分差异, 为选择水蒸气蒸馏法的实验装置提供参考。

1 仪器与试剂

Agilent 6890N/5975 气质联用仪, 配 7683B 自动进样器和 NIST05 版标准质谱图库(美国安捷伦公司)。水蒸气蒸馏装置和挥发油测定器装置均为

基金项目: 陈可冀中西医结合发展基金资助项目(CKJ2008079/2008082); 福建省中西医结合老年性疾病重点实验室开放课题资助项目(2008J1004-42/-45)

作者简介: 曾建伟, 男, 硕士, 助理研究员 Tel: (0591)22861586 E-mail: zjwctcm@qq.com *通信作者: 吴锦忠, 男, 博士, 教授 Tel: (0591)22861611 E-mail: jinzhongfj@126.com

实验室自制。DFY-600 中药粉碎机(温岭市大林机械有限公司), NHW 型电热套(河南博爱科技有限公司), MP31001 电子天平(上海舜宇恒平科学仪器有限公司)。

莲子心药材购自福建文鑫莲业有限公司, 经福建中医学院杨成梓教授鉴定为睡莲科植物莲 *Nelumbo nucifera* Gaertn. 成熟种子中的干燥幼叶及胚根。无水硫酸钠、乙醚等试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 挥发油提取

分别采用水蒸气蒸馏装置(SDA)和挥发油测定器装置(EODA)的水蒸气蒸馏法提取莲子心挥发油。

2.1.1 SDA 取莲子心粉末 200 g, 置 3 000 mL 圆底烧瓶中, 加蒸馏水 1 000 mL, 从水蒸气发生器连续通入水蒸气, 蒸馏 5 h, 合并蒸馏液, 冷却, 乙醚萃取, 无水硫酸钠脱水, 回收乙醚, 得挥发油 0.5 mL, 得率为 0.25%。将挥发油转入 5 mL 棕色容量瓶中, 加乙醚溶解并定容至刻度, 备用。

2.1.2 EODA 取莲子心粉末 200 g, 置 3 000 mL 圆底烧瓶中, 加蒸馏水 2 000 mL, 照挥发油测定法(药典附录 XD), 提取 5 h, 放冷, 水层上面浮有一浅黄色固体油状物, 取出称量为 0.42 g, 得率为 0.21%, 用乙醚溶解, 并转移至 5 mL 棕色量瓶中, 加少许无水硫酸钠进行脱水, 并用乙醚定容至刻度, 备用。

2.2 GC-MS 分析

2.2.1 GC-MS 条件 HP-5 MS 弹性石英毛细管柱 (30 m×250 μm×0.25 μm), 程序升温: 初始温度 140 °C, 保持 3 min, 以 5 °C·min⁻¹ 升至 230 °C, 保持 4 min; 载气为高纯氮气, 载气流量为 1 mL·min⁻¹; 进样口温度: 250 °C; 进样量: 1 μL, 不分流进样。EI 电离: 70 eV; 离子源温度: 230 °C; 四极杆温度: 150 °C; 传输线温度: 250 °C; 扫描质量范围 *m/z*: 40~450; 溶剂延迟: 3.0 min。图谱数据库为 NIST05 版标准质谱图库。

2.2.2 分析结果 将 SDA 和 EODA 所提取的莲子心挥发油, 按 GC-MS 条件分别进样测定, 得到总离子流图, 见图 1 和图 2, 测定结果见表 1。

3 讨论

SDA 所得莲子心挥发油共分离出 45 个峰, 所得组分的质谱图经 Nist05 版谱库检索, 并参照标准谱图和质谱的裂解规律, 鉴定出 29 种成分, 占

表 1 莲子心挥发油成分分析

Tab 1 Analysis results of components and amounts of essential oils from plumula nelumbinis

序号	化合物名称	分子式	分子量	相对含量/%	
				SDA	EODA
1	十三烷	C ₁₃ H ₂₈	184		0.56
2	2-甲氧基-4-乙烯苯酚	C ₉ H ₁₀ O ₂	150	4.8	8.25
3	十四烷	C ₁₄ H ₃₀	198		1.95
4	2, 7-二甲基-萘	C ₁₂ H ₁₂	156	0.98	0.67
5	1, 4-二甲基-萘	C ₁₂ H ₁₂	156	0.98	
6	1, 5-二甲基-萘	C ₁₂ H ₁₂	156	0.48	
7	2, 6-二甲基-萘	C ₁₂ H ₁₂	156	0.81	
8	1, 3-二甲基-萘	C ₁₂ H ₁₂	156	0.29	
9	十五烷	C ₁₅ H ₃₂	212	0.93	3.28
10	丁羟甲苯	C ₁₅ H ₂₄ O	220	0.23	1.26
11	4-乙烯基- α,α -4-三甲基-3-(1-甲基乙烯基)-环己烷甲醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222	1.13	
12	十六烷	C ₁₆ H ₃₄	226	1.05	3.45
13	雪松醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222	2.16	2.97
14	胡椒烯	C ₁₅ H ₂₄	204		1.59
15	环十七烷醇	C ₁₇ H ₃₄ O	254	0.44	
16	十七烷	C ₁₇ H ₃₆	240	0.88	1.59
17	金合欢醇	C ₁₅ H ₂₆ O	222	0.41	
18	十四烷酸	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	228	0.74	
19	十八烷	C ₁₈ H ₃₈	254	1.12	
20	十九烷	C ₁₉ H ₄₀	268		0.91
21	邻苯二甲酸异丁基辛烷基酯	C ₂₀ H ₃₀ O ₄	334	0.49	
22	棕榈酸甲酯	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270	2.16	5.72
23	棕榈酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	28.96	18.98
24	棕榈酸乙酯	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284	1.46	3.35
25	2,2,4,4,6,8,8-七甲基-1-壬烯	C ₁₆ H ₃₂	224	0.24	
26	亚油酸甲酯	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	294	1.92	5.41
27	11-十八碳烯酸甲酯	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	296	1.04	
28	叶绿醇	C ₂₀ H ₄₀ O	296		1.51
29	9,17-十八碳二烯醛	C ₁₈ H ₃₂ O	264	19.99	
30	亚油酸	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	280	11.94	
31	亚油酸乙酯	C ₂₀ H ₃₆ O ₂	308	2.81	3.93
32	肉桂酸龙脑酯	C ₁₉ H ₂₄ O ₂	284		12.58
33	二十烷	C ₂₀ H ₄₂	282	0.89	
34	二十一烷	C ₂₁ H ₄₄	296	0.51	
35	二十四烷	C ₂₄ H ₅₀	338	0.4	

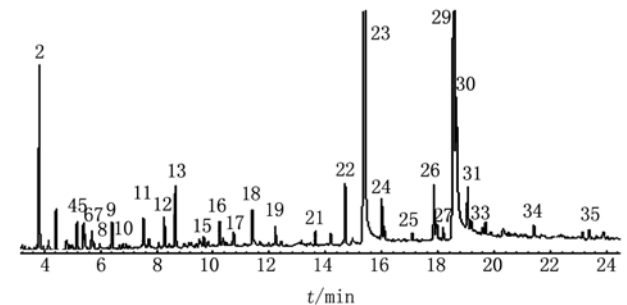


图 1 水蒸汽蒸馏装置所得莲子心挥发油成分 GC-MS 总离子流图

Fig 1 Total ion chromatograms of essential oils distilled by SDA method

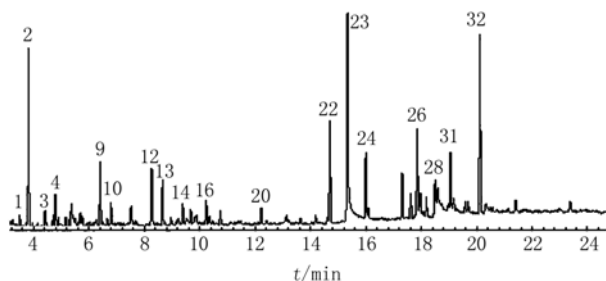


图 2 挥发油测定器装置所得莲子心挥发油成分 GC-MS 总离子流图

Fig 2 Total ion chromatograms of essential oils distilled by EODA method.

其挥发油总含量的 91.56%(以峰面积计,下同)。而 EODA 所得莲子心挥发油共分离出 34 个峰,鉴定出 18 种成分,占其挥发油总含量的 77.96%。

从表 1 可知,本试验共从莲子心挥发油中鉴定出 35 种成分,包括饱和脂肪烷烃(C13~C21, C24),不饱和烯烃和烯醛、芳香族化合物、脂肪醇和脂肪酸等,且多为首次从莲子心中鉴定得到。

本实验并未对挥发油进行甲酯化,却检测到了棕榈酸甲酯和亚油酸甲酯,说明莲子心挥发油本身存在着这两种脂肪酸甲酯。本研究结果表明:非甲酯化较甲酯化更能真实地反映莲子心的挥发油成分。

被鉴定的 35 种成分有 12 种是相同成分(包括棕榈酸及其甲酯与乙酯,亚油酸甲酯与乙酯等),另外 23 种是不同成分。两种水蒸气蒸馏装置的原理虽然相同,但所得挥发油成分却存在较大差异。

文献报道的水蒸气蒸馏法提取挥发油的装置均为 EODA,虽操作简单,但因油水混合物长时间循环高温加热,易导致不稳定成分结构发生变化。而 SDA 虽操作复杂,但所得挥发油成分受破坏较少。本实验结果表明:SDA 较 EODA 更适合于水蒸气蒸馏法提取挥发油。

REFERENCES

- [1] Ch.P (2005) Vol I (中国药典 2005 年版.一部) [S]. 2005: 193.
- [2] LIN W J, XU R Q, ZHANG Y M. GC-MS analysis of chemical constituents of the essential oil from plumula nelumbinis by different extraction methods [J]. Chin J Pharm Anal (药物分析杂志), 2009, 29(11): 1858-1862.
- [3] ZHANG L W, HE Y, CUI Q X. Chemical constituents in essential oil from plumule of *Nelumbo Nucifera*[J]. Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 2003, 34(8): 695.
- [4] PAN Y, YANG G M, ZHAN X, et al. GC-MS analysis on lipid soluble components in plumula of *Nelumbo Nucifera* grown in different locations [J]. J Nanjing Univ Tradit Chin Med (南京中医药大学学报), 2007, 23(6): 374-376.
- [5] JI A M, CHE O, XU F, et al. Carbon dioxide extraction of primary compositions in seed of *Nelumbo Nucifera* by SFE[J]. China Pharm (中国药业), 2006, 15(2): 31-32.

收稿日期: 2009-11-27