

## 毛血藤挥发性成分 GC-MS 分析

杨胜勇<sup>1</sup>, 朱梦如<sup>1</sup>, 张洁<sup>2</sup>, 陆宽<sup>3\*</sup>, 高玉琼<sup>3</sup>

(1. 贵州省科晖制药厂, 贵阳 551400; 2. 贵州大学, 贵阳 550025;  
3. 贵州省生物技术研究开发基地, 贵阳 550002)

**[摘要]** 目的:分析毛血藤根茎的挥发性成分,为毛血藤的开发利用提供实验依据。方法:利用水蒸气蒸馏法提取毛血藤根茎的挥发性成分,采用气相色谱-质谱联用(GC-MS)技术对挥发性成分进行分析。结果:共分离出99个化学成分,鉴别出60个化学成分,占挥发油总量的68.598%,其主要成分为柏木脑(7.001%),麝香草酚(5.948%),己醛(4.593%),双戊烯(3.708%),芳姜黄酮(3.438%),壬醛(3.256%)等。结论:本文采用气相色谱-质谱联用法对毛血藤根茎的挥发性成分进行研究,为毛血藤的综合利用提供科学依据。

**[关键词]** 毛血藤根茎; 水蒸气蒸馏; 气相色谱-质谱联用; 挥发性成分

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2015)24-0048-04

**[doi]** 10.13422/j.cnki.syfjx.2015240048

**GC-MS Analysis of Volatile Constituents of *Polygonum cynanchoides*** YANG Sheng-yong<sup>1</sup>, ZHU Meng-ru<sup>1</sup>, ZHANG Jie<sup>2</sup>, LU Kuan<sup>3\*</sup>, GAO Yu-qiong<sup>3</sup> (1. KeHui Pharmaceutical Factory of Guizhou, Guiyang 551400, China; 2. Guizhou University, Guiyang 550025, China; 3. Guizhou Institute of Biotechnology Research and Development, Guiyang 550002 China)

**[Abstract]** **Objective:** To provide the foundation for reasonable utilization by analyzing the volatile constituents of the rhizome of *Polygonum cynanchoides*. **Method:** The volatile constituents were extracted from the rhizome of *P. cynanchoides* by steam distillation. The chemical constituents were analyzed by gas chromatography-mass spectrography (GC-MS). **Result:** A total of 99 compounds were separated and 60 of them were identified, which accounted for 68.598% of the total volatile oil. The major components were cedrol (7.001%), thymol (5.948%), hexanal (4.593%), dipentene (3.708%), ar-tumerone (3.438%) and 1-nonanal (3.256%). **Conclusion:** This paper has studied the volatile constituents of the rhizome of *P. cynanchoides* using GC-MS, and provides a scientific basis for the comprehensive utilization of *P. cynanchoides*.

**[Key words]** rhizome of *Polygonum cynanchoides*; steam distillation; GC-MS; volatile constituent

毛血藤别名荞麦蔓、胖血藤、云扣莲、荞叶细辛,广泛分布于湖北、四川、贵州等省。毛血藤味辛、涩,性凉,具有敛肺止咳,行气化湿,镇痛清热的功效,主要用于肺结核咳血,百日咳,胃气痛,风湿关节痛<sup>[1]</sup>。该药材为贵州省少数民族用药,分布广、药用价值高。目前对毛血藤研究的文献报道仅测定胖血藤中大黄素和大黄素甲醚含量的反相高效液相色谱法<sup>[2]</sup>,对其他方面的研究尚未见报道。因此,本文利用水蒸气蒸馏法提取毛血藤根茎的挥发油,并

采 GC-MS 及计算机检索技术,按峰面积归一化法进行计算,对提取的挥发性成分进行定性定量的分析<sup>[3-4]</sup>。

### 1 材料

HP-6890/HP5973 GC-MS 型气质联用仪(美国惠普公司)。所用试剂均为国产分析纯。毛血藤于2011年购于贵州,产地为贵州省,经贵阳中医学院陈德媛研究员鉴定为蓼科植物毛血藤 *Polygonum cynanchoides* 的根茎。

**[收稿日期]** 20150216(013)

**[基金项目]** 贵州省省长专项资金项目[黔省专合字(2006)81号]

**[第一作者]** 杨胜勇,从事药学生产及研究,Tel:13608536451,E-mail:515352597@qq.com

**[通讯作者]** \*陆宽,硕士,中级职称,从事保健食品及新药研发,Tel:13511920014,E-mail:wukong4608@163.com

## 2 方法与结果

**2.1 挥发油的提取** 取毛血藤根茎粗粉 100 g,加水 1 500 mL,正己烷 2 mL,采用 2010 年版《中国药典》方法提取,收集上层油状物得 1.5 mL,浅黄色,用无水硫酸钠干燥,作为供试品。

**2.2 气相色谱条件** HP-5MS 5% Phenyl Methyl Siloxane 弹性石英毛细管柱(250  $\mu\text{m}$   $\times$  30 m, 0.25  $\mu\text{m}$ )。柱温 50  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 2 min,然后以 4  $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 升温至 230  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 20 min,气化室温度 250  $^{\circ}\text{C}$ ,载气为高纯度氦气(99.999%),柱前压 103.98 kPa,载气流量 2.0  $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ,进样量 1  $\mu\text{L}$ ,分流比 40:1。

**2.3 质谱条件** 离子源 EI 源,离子源温度 230  $^{\circ}\text{C}$ ,四极杆温度 150  $^{\circ}\text{C}$ ,电子能量 70 eV,发射电流 34.6  $\mu\text{A}$ ,倍增器电压 1 936 V,接口温度 280  $^{\circ}\text{C}$ , $m/z$  10 ~ 550。

**2.4 结果** 本实验运用气相色谱-质谱联用法对毛

血藤根茎挥发性成分进行分析,共分离出 99 个峰,得到的峰用 HPMSD 化学工作站检索 Nist98 标准质谱图库和 WILEY275 质谱图库,同时结合有关质谱图文献解析,以确认毛血藤根茎挥发性物质的化学成分。鉴别出 60 个峰,占总挥发油总量的 68.598%。总离子流图见图 1,各挥发性化学成分分析鉴别结果见表 1。

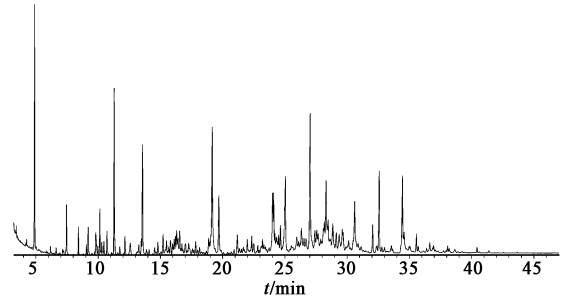


图 1 毛血藤挥发性成分的 GC-MS 总离子流

Fig.1 TIC of volatile oil from *Polygonum cynanchoides*

表 1 毛血藤根茎挥发性成分及其相对质量分数

Table 1 Percentage and composition of volatile constituents of *Polygonum cynanchoides*

No.	$t_R$ /min	化合物	分子式	相对分子 质量	相对质量 分数/%
1	4.189	2-methylbutyraldehyde 2-甲基丁醛	$\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}$	86	0.051
2	4.896	hexanal 己醛	$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$	100	4.593
3	6.169	2-hexenal 2-己烯醛	$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}$	98	0.117
4	7.460	heptaldehyde 庚醛	$\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}$	114	1.126
5	8.421	$\alpha$ -pinene $\alpha$ -蒎烯	$\text{C}_{10}\text{H}_{16}$	136	0.565
6	9.071	<i>trans</i> -2-heptenal ( <i>E</i> )-2-庚烯醛	$\text{C}_7\text{H}_{12}\text{O}$	112	0.288
7	9.203	benzaldehyde 苯甲醛	$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}$	106	0.814
8	9.788	1-octen-3-ol 1-辛烯-3-醇	$\text{C}_8\text{H}_{16}\text{O}$	128	0.511
9	9.872	3-ethylidenecycloheptene 3-亚乙基环庚烯	$\text{C}_9\text{H}_{14}$	122	0.450
10	9.985	methylheptenone 甲基庚烯酮	$\text{C}_8\text{H}_{14}\text{O}$	126	0.244
11	10.136	2-pentylfuran 2-正戊基呋喃	$\text{C}_9\text{H}_{14}\text{O}$	138	1.015
12	10.287	<i>trans,trans</i> -2,4-heptadienal ( <i>E,E</i> )-2,4-庚二烯醛	$\text{C}_7\text{H}_{10}\text{O}$	110	0.459
13	10.466	octanal 正辛醛	$\text{C}_8\text{H}_{16}\text{O}$	128	0.407
14	10.711	3-ethyl-1,4-Hexadiene 3-乙基-1,4-己二烯	$\text{C}_8\text{H}_{14}$	110	0.729
15	11.286	dipentene 双戊烯	$\text{C}_{10}\text{H}_{16}$	136	3.708
16	11.352	cineole 桉树脑	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$	154	0.326
17	11.748	phenylacetaldehyde 苯乙醛	$\text{C}_8\text{H}_8\text{O}$	120	0.302
18	12.163	2-octenal 2-辛烯醛	$\text{C}_8\text{H}_{14}\text{O}$	126	0.518
19	13.482	linalool 芳樟醇	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$	154	0.457
20	13.567	1-nonanal 壬醛	$\text{C}_9\text{H}_{18}\text{O}$	142	3.256
21	14.801	camphor 樟脑	$\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}$	152	0.485
22	15.216	( <i>Z</i> )-6-nonenal ( <i>Z</i> )-6-壬烯醛	$\text{C}_9\text{H}_{16}\text{O}$	140	0.699
23	15.499	<i>L</i> (-)-borneol <i>L</i> (-)-冰片	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$	154	0.490

续表 1

No.	$t_R$ /min	化合物	分子式	相对分子 质量	相对质量 分数/%
24	15.687	<i>L</i> -menthol <i>L</i> -薄荷醇	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O	156	0.299
25	15.781	terpinen-4-ol 4-萜烯	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	0.356
26	15.829	2-methoxy-3-(2-methylpropyl) pyrazine 2-甲氧基-3-(2-甲基丙基)-吡嗪	C <sub>9</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> O	166	0.312
27	16.121	2,6-dimethyldecahydronaphthalene 2,6-二甲基十氢萘	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub>	166	0.547
28	16.215	$\alpha$ -terpineol $\alpha$ -萜品醇	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	0.613
29	16.309	methyl salicylate 水杨酸甲酯	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub>	152	0.996
30	16.743	2,3-dimethyldecahydronaphthalene 2,3-二甲基十氢萘	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub>	166	0.383
31	17.365	<i>trans</i> -carveol 反式香芹醇	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	152	0.249
32	17.695	<i>D</i> (+)-carvone 右旋香芹酮	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O	150	0.183
33	18.156	<i>trans</i> -2-decenal 反式-2-癸烯醛	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	0.271
34	18.976	safrole 黄樟素	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	162	0.381
35	19.052	2,4-decadienal 2,4-癸二烯醛	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	152	0.586
36	19.165	thymol 麝香草酚	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O	150	5.948
37	21.351	$\alpha$ -copaene 古巴烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.285
38	22.341	$\alpha$ -cedrene $\alpha$ -柏木烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.687
39	22.492	1-caryophyllene 1-石竹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.528
40	22.840	calarene 水菖蒲烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.295
41	23.217	geranylacetone 香叶基丙酮	C <sub>13</sub> H <sub>22</sub> O	194	0.510
42	23.321	( <i>E</i> )- $\beta$ -farnesene ( <i>E</i> )- $\beta$ -金合欢烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.452
43	24.113	$\alpha$ -selinene $\alpha$ -桉叶烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	2.157
44	24.207	$\beta$ -eudesmene $\beta$ -桉叶烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.616
45	24.499	$\alpha$ - <i>cis</i> -himachalene $\alpha$ -顺-雪松烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.706
46	24.650	1- $\beta$ -bisabolene 红没药烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	1.151
47	24.980	eudesma-3,7(11)-diene 桉叶-3,7(11)-二烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	1.660
48	25.046	$\beta$ -sesquiphellandrene $\beta$ -倍半水芹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	2.326
49	26.092	lauric acid 月桂酸	C <sub>12</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub>	200	0.564
50	27.034	cedrol 柏木脑	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	222	7.001
51	28.184	$\alpha$ -gurjunene $\alpha$ -古芸烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	1.235
52	28.316	ar-tumerone 芳姜黄酮	C <sub>15</sub> H <sub>20</sub> O	216	3.438
53	29.136	curlone 姜黄新酮	C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> O	218	1.064
54	30.483	myristic acid 肉豆蔻酸	C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub>	228	0.443
55	30.606	1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-2,5,5,8a-tetramethyl-1-naphthalenemethanol 1,4,4,5,6,7,8,8a-八氢-2,5,5,8a-四甲基-1-萘甲醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	222	2.802
56	32.057	6,10,14-trimethyl-2-pentadecanone 6,10,14-三甲基-2-十五烷酮	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O	268	0.893
57	32.576	diisobutyl phthalate 邻苯二甲酸二异丁酯	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>	278	2.930
58	34.442	dibutyl phthalate 邻苯二甲酸二丁酯	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>	278	3.308
59	34.583	palmitic acid 棕榈酸	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	256	0.584
60	35.573	isopropyl palmitate 棕榈酸异丙酯	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	298	0.229

### 3 讨论

本文对毛血藤根茎的挥发性成分进行了研究,共分离出99个化学成分,鉴别出60个化学成分,占挥发油总量的68.598%。相对百分含量>3%的分别为柏木脑(7.001%),麝香草酚(5.948%),己醛(4.593%),双戊烯(3.708%),芳姜黄酮(3.438%),壬醛(3.256%)。其中柏木脑为一种倍半萜醇,广泛用于木香、辛香和东方型香精中。也大量用作消毒剂和卫生用品的增香剂。麝香草酚又称之为麝香草脑、百里香酚等,多用于制作香料、防腐剂、医用杀菌剂和驱蛔虫剂<sup>[5-7]</sup>,研究发现百里香酚不仅对芽孢杆菌的生长具有明显的抑制作用<sup>[8-9]</sup>而且对植物病原真菌具有较好的离体和活体杀菌作用<sup>[10]</sup>。殷清华等<sup>[11]</sup>研究发现麝香草酚能抑制肝癌Bel-7402细胞生长,具有抗肿瘤作用。己醛呈生的油脂和青草气及苹果香味,主要用于配制苹果和番茄香精;可用作气相色谱分析试剂,还用作增塑剂,以及用于橡胶、树脂、杀虫剂的有机合成。双戊烯又名松油精,主要用作香料,造漆溶剂,粘结剂、去漆剂、涂料分散剂、有机合成原料等。芳姜黄酮属于萜烯类化合物,艾平等<sup>[12]</sup>研究发现芳姜黄酮对红色毛癣菌具有明显抑制作用,因此,芳姜黄酮在新型外用抗真菌药物具有相当诱人的发展前景;季明杰<sup>[13]</sup>在研究中发现芳姜黄酮还具有肿瘤细胞毒性,诱导肿瘤细胞凋亡的作用;此外,芳姜黄酮还具有止血、利胆、抗细菌、抗蛇毒等多种生物活性。壬醛是一种有机化工原料,也可用作食用香料,配制橙子、柠檬、白柠檬等型香精。

综上,本研究通过对毛血藤挥发油成分的分析鉴定及含量测定,为毛血藤的综合利用提供科学依据。

### [参考文献]

- [1] 《全国中草药汇编》编写组. 全国中草药汇编. 下册[M]. 北京:人民卫生出版社,1978:146.
- [2] 薛朝金,陶凯. 反相高效液相色谱法测定胖血藤中大黄素和大黄素甲醚含量[J]. 中国药业,2014,23(1):5-6.
- [3] 李计龙,刘建华,高玉琼,等. 石吊兰素挥发油成分的研究[J]. 中国药房,2011,22(27):2560-2562.
- [4] 杨迺嘉,刘文炜,霍昕,等. 绣线菊挥发性成分研究[J]. 天然产物研究与开发,2008,20(5):852-854.
- [5] 晁建平,张玉喜,谢明军. 百里香的合成研究[J]. 精细石油化工,2001,18(4):23-24.
- [6] Takumi T, Hiroyuki I. Thymol: a classical small-molecule compound that has a dual effect (potentializing and inhibitory) on myosin [J]. Biochem Biophys Res Commun,2004,318(3):786-791.
- [7] 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:人民卫生出版社,1986:1062.
- [8] 樊明涛,陈锦屏. 百里香芳香油及其主要成分抗氧化试验[J]. 微生物学报,2001,41(4):499-504.
- [9] 樊明涛,李亚琴. 百里香提取物抑菌作用影响因素的研究[J]. 江苏理工大学学报:自然科学版,2001,22(5):13-16.
- [10] 张静,冯岗,袁旭超,等. 百里香酚抑菌活性初探[J]. 中国农学通报,2009,25(21):277-280.
- [11] 殷清华,庄英帆,严奉祥. 百里香酚的抗肿瘤作用[J]. 现代生物医学进展,2010,10(11):2073-2075.
- [12] 艾平,康颖倩,赵亮,等. 姜黄挥发油组份中芳姜黄酮的抗红色毛癣菌体外实验的研究[C]. 北京:中国菌物学会学术年会,2012.
- [13] 季明杰. 中药姜黄组分芳姜黄酮诱导肿瘤细胞凋亡的研究[D]. 济南:山东大学,2005.

[责任编辑 顾雪竹]