

不同季节一年蓬花挥发油的 GC-MS 分析

钱超, 魏利, 周婷婷, 胡凌云, 邢玉涛, 毕淑峰*
(黄山学院生命与环境科学学院, 安徽 黄山 245041)

[摘要] **目的:** 研究不同季节一年蓬花挥发油的化学成分。**方法:** 采用水蒸气蒸馏法提取一年蓬花的挥发油, 用气相色谱-质谱联用仪对其化学成分进行鉴定, 采用面积归一法测定了各组分的含量。**结果:** 从春季和秋季一年蓬花挥发油中分别鉴定出 51, 32 个组分, 分别占其挥发油总量的 80.66%, 90.85%。**结论:** 春季和秋季一年蓬花挥发油以萜类化合物为主, 高于 2.00% 的化学成分相同。

[关键词] 一年蓬花; 挥发油; 气相色谱-质谱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)02-0086-04

[doi] 10.11653/syfy2014020086

Analysis of Volatile Oil from Different Season Flowers of *Erigeron annuus* by GC-MS

QIAN Chao, WEI Li, ZHOU Ting-ting, HU Ling-yun, XING Yu-tao, BI Shu-feng*
(College of Life and Environment Science, Huangshan University, Huangshan 245041, China)

[Abstract] **Objective:** To study the chemical constituents of volatile oil from different season flowers of *Erigeron annuus*. **Method:** The volatile oil was extracted by steam distillation and analyzed by GC-MS. The relative content of each component was determined by area normalization. **Result:** Fifty-one and thirty-two compounds were identified from the spring and autumn flowers of *E. annuus*, representing 80.66% and 90.85% of the total content, respectively. **Conclusion:** Terpenes are found to be the dominant components and the chemical constituents over 2.00% are the same in the volatile oil from different season flowers of *E. annuus*.

[Key words] flowers of *Erigeron annuus*; volatile oil; GC-MS

一年蓬为菊科飞蓬属植物, 原产北美洲, 19 世纪末传入我国, 其繁殖力强, 现已成为我国分布范围最广的入侵物种之一^[1]。一年蓬也是一种有用的植物资源, 具有药用、食用、饲用、绿化等功能^[2], 含有萜类、甾类、黄酮等活性成分^[3-5], 全草可入药, 有清热解毒、助消化的作用, 临床用于治疗消化不良、肠炎腹泻、传染性肝炎、血尿、疟疾等^[6-7]。研究者曾分析一年蓬全草及不同部位的挥发油类成

分^[8-10]。本研究对春季和秋季一年蓬花挥发油的化学成分进行 GC-MS 分析, 为一年蓬资源的综合开发利用、药理研究等提供科学依据。

1 仪器与试剂

Agilent HP7890-5975C 型气相色谱-质谱联用仪 (美国 Agilent 公司); 无水乙醚、无水硫酸钠为国产分析纯; 一年蓬分别于 2011 年 5 月、11 月采自安徽省黄山市, 由黄山学院生命与环境科学学院张慧冲副教授鉴定为一年蓬 *Erigeron annuus* 的花。

2 方法

2.1 挥发油的提取 精确称取干燥粉碎后的样品 30.0 g 置于烧瓶中, 加水 300 mL, 用挥发油提取器按水蒸气蒸馏法提取 6 h, 室温挥发乙醚, 无水硫酸钠干燥, 得到具有浓郁香味的淡黄色透明油状物, 得率为 0.24%。

[收稿日期] 20130311(014)

[基金项目] 国家级大学生创新计划项目(201210375041); 黄山学院博士启动基金项目(2012xkjq002)

[第一作者] 钱超, 从事天然产物提取研究, E-mail: hswfl@yahoo.cn

[通讯作者] * 毕淑峰, 博士, 副教授, 从事天然药物化学研究, Tel: 15005599526, E-mail: bsfhs@yahoo.cn

2.2 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)分析条件 选用 HP-5 MS 弹性石英毛细管柱(0.25 $\mu\text{m} \times 0.25 \text{ mm} \times 30 \text{ m}$);高纯氦气为载气,流速 1.0 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$,分流比为 50:1,进样口温度 280 $^{\circ}\text{C}$,进样量 0.5 μL ,色谱柱初始温度 60 $^{\circ}\text{C}$,以 5 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ 升至 270 $^{\circ}\text{C}$,保持 15 min。电子轰击(EI)离子源,电子能量 70 eV,扫描质量范围 m/z 35 ~ 450。

3 结果与讨论

按设定的 GC-MS 条件分析一年蓬花挥发油的化学成分,经 NIST08 谱库检索、质谱分析等确定挥发油的化学成分,并用面积归一化法计算各组分的相对百分含量,结果见表 1。由表 1 可知,从春季和秋季一年蓬花中共鉴定出 57 个组分,其中 26 个组分为两者共有化学成分;从春季和秋季一年蓬花挥

发油中分别鉴定出 51,32 个组分,分别占挥发油总量的 80.66%,90.85%。2 种挥发油中含量高于 2.00% 化学成分均为 1-乙基-1-甲基-2,4-双(1-甲基乙基)-环己烷、1-石竹烯、(-香柑油烯、反式- β -金合欢烯、大根香叶烯 D、大根香叶烯 B、 δ -异丙基-1,5-二甲基-环癸-1,5-二烯、 δ -杜松烯,这 8 个组分分别占春季和秋季挥发油总量的 66.09%,83.90%。2 种挥发油均以萜类成分为主,春季一年蓬花挥发油含有 3 种单萜(0.28%)、24 种倍半萜(74.88%)、1 种二萜(0.34%);秋季一年蓬花挥发油含有 3 种单萜(0.54%)、22 种倍半萜(89.45%)。春季一年蓬花挥发油中含有 5 种烷烃化合物,秋季一年蓬花挥发油未鉴定出烷烃类成分。

表 1 一年蓬花挥发油化学成分

No.	t_{R}/min	化合物	分子式	相对含量/%	
				春季	秋季
1	2.965	2-己酮 2-hexanone	$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$	0.05	0.06
2	3.072	己醛 hexanal	$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$	0.05	0.08
3	3.410	异戊酸 isovaleric acid	$\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_2$	0.05	-
4	3.479	糠醛 furfural	$\text{C}_5\text{H}_4\text{O}_2$	0.52	0.10
5	3.727	糠醇 furfuryl alcohol	$\text{C}_5\text{H}_6\text{O}_2$	0.10	-
6	3.740	青叶醛 leaf aldehyde	$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_2$	-	0.11
7	4.023	戊酸 valeric acid	$\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_2$	0.07	-
8	5.680	5-甲基呋喃醛 5-methyl furfural	$\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2$	0.05	-
9	6.249	β -水芹烯 β -phellandrene	$\text{C}_{10}\text{H}_{16}$	0.13	0.37
10	7.517	苯乙醛 phenylacetaldehyde	$\text{C}_8\text{H}_8\text{O}$	0.37	0.09
11	7.581	罗勒烯 ocimene	$\text{C}_{10}\text{H}_{16}$	0.07	0.09
12	8.643	愈创木酚 guaiacol	$\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_2$	0.05	-
13	8.874	芳樟醇 linalool	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$	0.08	0.08
14	9.260	苯乙醇 phenethyl alcohol	$\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}$	0.03	-
15	11.662	癸醛 decanal	$\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{O}$	0.05	-
16	14.556	2-甲氧基-4-乙基-苯酚 2-methoxy-4-vinylphenol	$\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_2$	0.15	-
17	15.212	甘香烯 elixene	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	0.07	-
18	16.119	衣兰烯 ylangene	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	0.17	-
19	16.239	α -葑烯 α -cubebene	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	0.37	0.23
20	16.453	β -榄香烯 β -elemene	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	0.40	0.26
21	16.655	1-乙基-1-甲基-2,4-双(1-甲基乙基)-环己烷 1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-cyclohexane	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	4.77	3.94
22	16.715	十四烷 tetradecane	$\text{C}_{14}\text{H}_{30}$	0.14	-
23	17.383	1-石竹烯 1-caryophyllene	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	2.75	2.85
24	17.592	β -葑烯 β -cubebene	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	-	0.40
25	17.601	双环倍半水芹烯 bicyclo sesquiphellandrene	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	0.71	-

续表 1

No.	t_R /min	化合物	分子式	相对含量/%	
				春季	秋季
26	17. 729	α -香柑油烯 α -bergamotene	$C_{15}H_{24}$	3. 73	4. 70
27	18. 016	6,7-二甲基-1,2,3,5,8,8a-六氢-萘 6,7-dimethyl-1,2,3,5,8,8a-hexahydro-naphthalene	$C_{12}H_{18}$	-	0. 14
28	18. 230	反式- β -金合欢烯 trans- β -farnesene	$C_{15}H_{24}$	3. 27	3. 89
29	18. 385	(+)-香橙烯 (+)-aromadendrene	$C_{15}H_{24}$	0. 07	-
30	18. 440	1,2,3,5,6,7,8,8 a-八氢-1-甲基-6-亚甲基-4-(1-甲基乙基)-萘 1,2,3,5,6,7,8,8a-octahydro-1-methyl-6-methylene-4-(1-methylethyl)-naphthalene	$C_{15}H_{24}$	-	0. 15
31	18. 817	(1 α , 4 $\alpha\alpha$, 8 $\alpha\alpha$)-1, 2, 3, 4, 4a, 5, 6, 8a-八氢-7-甲基-4-亚甲基-1-异丙基-萘(1 α , 4 $\alpha\alpha$, 8 $\alpha\alpha$)-1, 2, 3, 4, 4a, 5, 6, 8a-octahydro-7-methyl-4--methylene-1-methylethyl-naphthalene	$C_{15}H_{24}$	-	1. 37
32	19. 104	大根香叶烯 D germacrene D	$C_{15}H_{24}$	41. 58	59. 39
33	19. 155	β -桉叶烯 β -eudesmene	$C_{15}H_{24}$	1. 56	0. 76
34	19. 322	大根香叶烯 B germacrene B	$C_{15}H_{24}$	3. 29	2. 43
35	19. 374	(1 α , 4 $\alpha\alpha$, 8 $\alpha\alpha$)-1, 2, 4a, 5, 6, 8a-六氢-4,7-二甲基-1-异丙基-萘(1 α ,4 $\alpha\alpha$,8 $\alpha\alpha$)-1, 2, 4a, 5, 6, 8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-methylethyl-naphthalene	$C_{15}H_{24}$	0. 91	0. 84
36	19. 554	8-异丙烯基-1,5-二甲基-环癸-1,5-二烯 8-isopropenyl-1,5-dimethyl-cyclodeca-1,5-diene	$C_{15}H_{24}$	3. 52	3. 17
37	19. 699	1,2,4a,5,6,8a-六氢-4,7-二甲基-1-(1-甲基乙基)-萘 1,2,4a,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-naphthalene	$C_{15}H_{24}$	1. 01	0. 68
38	19. 900	α -杜松烯 α -cadinene	$C_{15}H_{24}$	3. 18	2. 52
39	20. 110	1,6-二甲基-4-(1-甲基乙基)-(1,2,3,4,4a,7)-六氢-萘 1,6-dimethyl-4-(1-methylethyl)-(1,2,3,4,4a,7)-hexahydro-naphthalene	$C_{15}H_{24}$	0. 22	0. 13
40	20. 230	α -杜松烯 α -cadinene	$C_{15}H_{24}$	0. 30	0. 16
41	20. 752	橙花叔醇 nerolidol	$C_{15}H_{26}O$	0. 68	-
42	21. 194	桉油烯醇 espatulenol	$C_{15}H_{24}O$	0. 37	0. 09
43	21. 343	白千层烯 viridiflorene	$C_{15}H_{24}$	0. 26	-
44	21. 528	十六烷 hexadecane	$C_{16}H_{34}$	0. 18	-
45	22. 328	1,2,3,4,4a,7-六氢-1,6-二甲基-4-(1-甲基乙基)-萘 1,2,3,4,4a,7-hexahydro-1,6-dimethyl-4-(1-methylethyl)-naphthalene	$C_{15}H_{24}$	0. 27	0. 15
46	22. 641	2-异丙基-5-甲基-9-亚甲基-二环-1-癸烯(4.4.0)2-isopropyl-5-methyl-9-methylene-bicyclo-1-decene(4.4.0)	$C_{15}H_{24}$	1. 42	1. 11
47	22. 718	α -蒎烯 α -copaene	$C_{15}H_{24}$	-	0. 23
48	24. 097	十六碳醛 pentadecanal	$C_{16}H_{32}O$	0. 55	-
49	26. 246	十八烷醛 octadecanal	$C_{18}H_{36}O$	0. 09	-
50	26. 833	植酮 perhydrofarnesyl acetone	$C_{18}H_{36}O$	0. 58	0. 28
51	28. 297	三癸基环氧乙烷 tridecyl-oxirane	$C_{15}H_{30}O$	0. 13	-
52	28. 439	棕榈酸甲酯 methyl palmitate	$C_{17}H_{34}O_2$	0. 12	-
53	29. 171	棕榈酸 palmitic acid	$C_{16}H_{32}O_2$	0. 60	-
54	31. 141	10,13-十八碳二烯酸甲酯 10,13-octadecadienoic acid methyl ester	$C_{18}H_{32}O_2$	0. 94	-
55	31. 967	植物醇 phytol	$C_{20}H_{40}O$	0. 34	-
56	38. 386	十八烷 octadecane	$C_{18}H_{38}$	0. 23	-
57	41. 357	二十烷 eicosane	$C_{20}H_{42}$	0. 06	-

都匀楼梯草中化学成分研究

杨再波*, 毛海立, 龙成梅, 孙成斌, 郭治友
(贵州省黔南民族师范学院化学与化工系, 贵州 都匀 558000)

[摘要] 目的:研究都匀楼梯草 *Elatostema duyunens* 乙酸乙酯部位的化学成分。方法:利用硅胶色谱及重结晶进行化学成分分离与纯化,根据化合物的理化性质和光谱数据鉴定其结构。结果:从都匀楼梯草全草中分离鉴定了 6 个化合物,分别为:山奈酚-4',7-二甲基-3-O-葡萄糖苷(1)、槲皮素-7-O-β-D-葡萄糖苷(2)、山奈酚-3-O-β-D-半乳糖苷(3)、洋芹素-7-O-β-D-葡萄糖苷(4)、胡萝卜苷(5)、棕榈酸(6)。结论:化合物 1~6 为首次从该植物中分离得到。

[关键词] 都匀楼梯草; 化学成分; 结构鉴定

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2014)02-0089-03

[doi] 10.11653/syjf2014020089

Chemical Constituents of *Elatostema duyunens*

YANG Zai-bo*, MAO Hai-li, LONG Cheng-mei, SUN Cheng-bin, GUO Zhi-you
(Department of Chemistry and Chemical Engineering, Qiannan Normal University
for Nationalities, Duyun 558000, China)

[Abstract] **Objective:** To study the constituents of the whole plant of *Elatostema duyunens*. **Method:** The compounds were separated and purified by silica gel and recrystallisation. Their structures were identified by their physico-chemical properties and spectroscopic data. **Result:** Ten compounds were isolated and identified as

[收稿日期] 20130404(006)

[基金项目] 贵州省教育厅 2010 年度自然科学基金项目(黔教科 2010094);国家环保部子项目【物种 10-二-6(01)】

[通讯作者] * 杨再波,教授,在读博士,从事天然产物化学研究, E-mail: yzb1976110@sohu.com

贵州产一年蓬花挥发油主要成分为大根香叶烯 D、β-榄香烯、β-月桂烯、3-甲基-2-环戊烯-2-醇-1 酮、反式-β-金合欢烯、δ-杜松烯、姜烯等^[8],只有大根香叶烯 D、反式-β-金合欢烯、δ-杜松烯为本研究中挥发油的主要成分,β-榄香烯为本研究挥发油的微量成分,β-月桂烯、3-甲基-2-环戊烯-2-醇-1-酮、姜烯等在本研究中均未出现。不同产地一年蓬花挥发油化学成分存在一定差异,这可能与样品的采集时间、挥发油的提取方式及不同产地的气候、土壤等因素有关。

[参考文献]

[1] 李振宇,解焱. 中国外来入侵种[M]. 北京:林业出版社,2002:195.
[2] 方建新. 野生一年蓬的开发利用[J]. 资源开发与市场,2006,22(5):474.
[3] 李新,张庆康,高坤. 一年蓬的化学成分研究[J]. 西北植物学报,2004,24(11):2096.

[4] 汤树良. 一年蓬、费城飞蓬和 *Erigeronsum atrensis* Retz 中 5 个新的倍半萜化合物和一个新的二萜化合物[J]. 国外医学:中医中药分册,2004,26(2):118.
[5] 朱继忠. 一年蓬有效成分研究及其结构修饰[D]. 长春:长春中医药大学,2008.
[6] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志. 第 74 卷[M]. 北京:科学出版社,1985:326.
[7] 江苏新医学院. 中药大词典. 上册[M]. 上海:上海科学技术出版社,1986:103.
[8] 杨再波,龙成梅,郭治友,等. 微波辅助顶空固相微萃取法快速分析黔产一年蓬不同部位挥发油化学成分[J]. 精细化工,2011,28(3):242.
[9] 徐琅,贾元超,龚祝南. 一年蓬挥发油的气相色谱-质谱分析及体外抑菌活性研究[J]. 时珍国医国药,2009,20(5):1171.
[10] 赵昱玮,南敏伦,吕雪峰,等. 一年蓬超临界提取物的 GC-MS 测定[J]. 中国医药指南,2010,34(8):221.

[责任编辑] 邹晓翠