

## 木果楝果实中脂肪酸成分的 GC-MS 分析

徐辉旺<sup>1</sup>, 吴军<sup>1</sup>, 程凡<sup>1</sup>, 邹坤<sup>1</sup>, 周媛<sup>2\*</sup>

(1. 天然产物研究与利用湖北省重点实验室(三峡大学), 湖北 宜昌 443002;  
2. 西安外事学院, 西安 710077)

**[摘要]** 目的:分析木果楝 *Xylocarpus granatum* 果实中脂肪酸成分及相对含量。方法:采用气相色谱-质谱联用技术,对木果楝果实中的脂肪酸以甲醇回流提取,石油醚萃取,硫酸甲醇甲酯化后进行测定,用面积归一化法得出各脂肪酸的相对含量。结果:从木果楝中检出 6 种饱和脂肪酸和 5 种不饱和脂肪酸。其中饱和脂肪酸占总含量的 17.63%,以棕榈酸含量最高(相对含量 13.36%);不饱和脂肪酸占总含量的 81.97%,以亚麻酸含量最高(相对含量 73.86%)。结论:为木果楝的药用价值开发提供了科学依据。

**[关键词]** 木果楝; 脂肪酸; 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(2013)07-0144-03

**[doi]** 10.11653/zgsyfyjxzz2013070144

## Analysis of Fatty Acid of Fruits of *Xylocarpus granatum* with GC-MS

XU Hui-wang<sup>1</sup>, WU Jun<sup>1</sup>, CHENG Fan<sup>1</sup>, ZOU Kun<sup>1</sup>, ZHOU Yuan<sup>2\*</sup>

(1. Hubei Key Laboratory of Natural Products Research and Development, China Three Gorges University, Yichang 443002, China; 2. Xi'an International University, Xi'an 710077, China)

**[Abstract]** **Objective:** To study the fatty acids of fruits of *Xylocarpus granatum*. **Method:** The gas chromatography and mass spectrometry was used in the study. The fatty acids of fruits of *X. granatum* were extracted by refluxing with anhydrous methanol and were abstracted with petroleum ether and were esterified with sulfuric acid-methanol. **Result:** In fruits of *X. granatum*, were detected to have eleven kinds of fatty acids. There were five kinds of unsaturated acids and the total amount were 81.97%. Respectively, the relative content of 9, 12, 15-octadecatrienoic acid was the highest. **Conclusion:** This study may provide scientific reference for the pharmacological use of *X. granatum*.

**[Key words]** *Xylocarpus granatum*; fatty acid; gs chromatography-mass spectrometer

木果楝为楝科楝属的药用红树植物<sup>[1]</sup>。木果楝含有的柠檬苦素类化合物,因其具有虫拒食的功效而倍受关注<sup>[2]</sup>。过去的研究结果显示,已从红树楝科植物的 2 个种 *Xylocarpus granatum* and *X.*

*moluccensis* 中发现 1 个黄柏醇 (obacunol), 2 个 phragmalins<sup>[3]</sup>, 3 个 andirobins 和 14 个 mexicanolides, 包括 xylococcins A-K<sup>[4]</sup>。最近,我们陆续报道了从我国红树植物 *X. granatum* 的树皮和果实中分离鉴定的 8 个新的 new mexicanolides 和 11 个新颖的 phragmalins,命名为 xylococcins L-Z 以及新型生物碱 xylogranatinin<sup>[5-7]</sup>。

本文研究了木果楝果实中的脂肪酸成分,将木果楝果实的甲醇提取物以石油醚萃取,萃取部位进行硫酸甲酯化处理后用气相色谱-质谱联用技术分离和鉴定脂肪酸成分的组成和含量。结果表明,从木果楝果实中共分离鉴定出 11 种脂肪酸成分,占总量的 99.60%,主要包括棕榈酸(13.36%)、硬脂酸

**[收稿日期]** 20120911(015)

**[基金项目]** 三峡大学人才启动基金项目(KJ2009B001)

**[第一作者]** 徐辉旺, 硕士, 从事天然产物成分研究, Tel: 15571727660, E-mail: wanghuixu19870207@163.com

**[通讯作者]** \*周媛, 教授, 硕士生导师, 从事天然产物活性成分研究, Tel: 18220480400, E-mail: zhouyuan@163.com

(1.91%) 和木焦油酸(1.30%), 亚油酸(0.93%)、亚麻酸(73.86%) 和油酸(6.22%) 等。

## 1 材料

**1.1 原料** 木果楝于 2010 年 6 月采自中国海南, 经中国科学院南海海洋研究所海洋生物实验室吴军教授鉴定为木果楝 *Xylocarpus granatum*, 该植物标本编号为 XGHAINAN201006, 并保存于天然产物研究与利用湖北省重点实验室(三峡大学)。

**1.2 仪器和试剂** TRACE 型气相色谱-质谱联用仪(美国 Finnigan 公司), 氢氧化钾、石油醚(沸程 60~90 °C)、甲醇、氯仿、无水硫酸钠、盐酸、硫酸等试剂均为分析纯, 水为超纯水。

## 2 方法

**2.1 脂溶性成分提取及脂肪酸甲酯化**<sup>[8,10]</sup> 木果楝果皮干燥, 粉碎过 80 目筛, 用甲醇回流提取, 提取液浓缩成浸膏, 以水悬浮, 加石油醚萃取 3 次, 萃取液合并, 减压浓缩, 得石油醚部位粗膏。称取石油醚部位粗膏 0.5 g 于 50 mL 圆底烧瓶中, 加入 4 mL 的 0.5 mol·L<sup>-1</sup> 氢氧化钾甲醇溶液, 震荡混匀, 60 °C 恒温水浴 30 min; 冷却后, 用 2 mol·L<sup>-1</sup> 的盐酸溶液调 pH 2, 加适量乙醚萃取 3 次, 合并有机相, 蒸去乙醚, 得油状物; 向其加入适量 2.5% 硫酸甲醇溶液, 置于 60 °C 下, 恒温水浴 1 h, 进行甲酯化反应, TLC 确认反应停止; 挥干甲醇, 后加入乙醚、水各 2 mL, 振摇, 静置, 分层, 取上层油层, 水相再加入 2 mL 乙醚萃取第 2 次, 合并 2 次上层有机相萃取液, 加入无水硫酸钠干燥。取此萃取液, 挥干乙醚, 加入氯仿约 1 mL 溶解, 待测。

**2.2 GC-MS 分析条件** GC 条件: ZB-1MS 型弹性

石英毛细管(0.25 μm × 0.25 mm × 60 m, 广州菲罗门科学仪器有限公司), 柱前压 99.8 kPa, 载气为高纯度氦气(99.999%), 柱内载气流量 1.46 mL·min<sup>-1</sup>。分流流量 15 mL·min<sup>-1</sup>, 升温程序 90~295 °C, 升温速度 10 °C·min<sup>-1</sup>, 汽化室温度为 290 °C, 进样量为 2 μL。MS 条件: EI 源, 离子源温度 220 °C, 接口温度 260 °C, 电子能量 70 eV, 扫描范围 *m/z* 21~431。

## 3 结果与讨论

**3.1 木果楝果实脂肪酸提取物的组成及成分分析**

按照上述色谱-质谱条件对样品进行分析, 获得的木果楝果实中脂肪酸成分的总离子流图(图 1)。各色谱峰相应的质谱图经人工解析及 NIST27 和 NIST147 谱库检索定性, 定量分析采用面积归一化法计算出各成分的相对百分含量, 最终共鉴定出 11 种脂肪酸(表 1), 包括 6 种饱和脂肪酸及其酯, 占总含量的 17.63%, 分别为毒水芹酸(0.12%)、正辛酸(0.18%)、棕榈酸(13.36%)、15-甲基-棕榈酸(0.76%)、硬脂酸(1.91%) 和木焦油酸(1.50%), 其中以棕榈酸(13.36%)、硬脂酸(1.91%) 和木焦油酸(1.30%) 为主; 5 种不饱和脂肪酸及其酯, 占总含量的 81.97%, 其中单不饱和脂肪酸分别为油酸(6.22%)、芥酸(0.39%)、15-二十四烯酸(0.57%), 多不饱和脂肪酸为亚油酸(0.93%)、亚麻酸(73.86%), 亚麻酸相对含量很高。

**3.2 木果楝果实脂肪酸成分的功效评价** 木果楝果实中脂肪酸种类较多, 饱和脂肪酸相对含量较低, 仅有 17.63%, 不饱和脂肪酸相对含量较高, 特别是多不饱和脂肪酸亚麻酸的相对含量达到了 73.86%。近年来的研究表明, 不饱和脂肪酸对人

表 1 木果楝脂肪酸成分的组成及其相对含量

| No. | <i>t<sub>R</sub></i><br>/min | 化合物  | 分子式  | 相对<br>分子质量 | 相对含量<br>/% | 与参考峰的<br>相似度/% |
|-----|------------------------------|--|--|------------|------------|----------------|
| 1   | 13.71                        | 毒水芹酸甲酯 enanthic acid methyl ester                    | C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>  | 144        | 0.12       | 95             |
| 2   | 17.21                        | 正辛酸甲酯 octanoic acid methyl ester                     | C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>  | 158        | 0.18       | 93             |
| 3   | 20.92                        | 棕榈酸甲酯 hexadecanoic acid methyl ester                 | C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> | 270        | 13.36      | 94             |
| 4   | 22.49                        | 15-甲基-棕榈酸甲酯 15-methyl-hexadecanoic acid methyl ester | C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> | 284        | 0.76       | 90             |
| 5   | 25.67                        | 亚油酸甲酯 9,12-octadecadienoic acid methyl ester         | C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> | 294        | 0.93       | 86             |
| 6   | 26.64                        | 亚麻酸甲酯 9,12,15-octadecatrienoic acid methyl ester     | C <sub>19</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 292        | 73.86      | 93             |
| 7   | 26.89                        | 油酸甲酯 9-octadecenoic acid methyl ester                | C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> | 296        | 6.22       | 94             |
| 8   | 27.54                        | 硬脂酸甲酯 octadecanoic acid methyl ester                 | C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub> | 298        | 1.91       | 96             |
| 9   | 35.00                        | 芥酸甲酯 13-docosenoic acid methyl ester                 | C <sub>23</sub> H <sub>44</sub> O <sub>2</sub> | 352        | 0.39       | 90             |
| 10  | 40.30                        | 15-二十四烯酸甲酯 15-tetracosenoic acid methyl ester        | C <sub>25</sub> H <sub>48</sub> O <sub>2</sub> | 380        | 0.57       | 93             |
| 11  | 42.63                        | 木焦油酸甲酯 lignoceric acid methyl ester                  | C <sub>25</sub> H <sub>50</sub> O <sub>2</sub> | 382        | 1.30       | 91             |

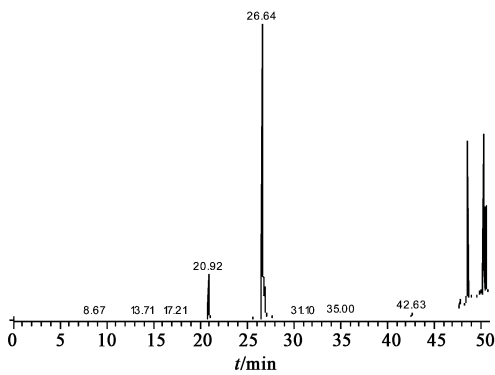


图 1 木果楝果实脂肪酸成分总离子流

体有降低血脂、胆固醇和血压,抗血栓、动脉硬化,预防心血管疾病,增强记忆力,预防老年痴呆症,防癌等多种作用<sup>[16]</sup>。亚麻酸是人体的必需脂肪酸,可代谢生成 DHA(二十二碳六烯酸)和 EPA(二十碳五烯酸),是前列腺素和花生四烯酸的来源。亚麻酸及其衍生物的主要保健功效体现在它是维系大脑和神经功能所必需的物质,具有降低血小板聚集之功能,能够降血脂、降胆固醇、降血压、抗血栓、改善心脑血管疾病,长期食用能延长生命期,此外研究还证明亚麻酸具有抑制和预防结肠癌的作用<sup>[9-14]</sup>。木果楝果实中脂肪酸成分的组成中不饱和脂肪酸的相对含量占到 81.97%,且主要为多不饱和脂肪酸的亚麻酸(73.86%),提示木果楝的药用价值有待进一步开发研究。

[致谢] 三峡大学化学与生命科学学院实验中心潘家荣高级实验师在实验过程中所给予技术指导。

### [参考文献]

[1] 邵长伦,傅秀梅,王长云,等.中国红树林资源状况及其药用调查Ⅲ.民间药用与药物研究状况[J].中国海洋大学学报,2009,39(4):712.  
[2] 杨维,夏杏洲,韩维栋,等.红树植物的化学成分及其生物活性研究进展[J].食品研究与开发,2011,32(1):173.  
[3] CUI Jianxin, DENG Zhiwei, LIN Wenhan, et al.

Phragmalin-type limonoids from the mangrove plant *Xylocarpus granatum* [J]. *Phytochemistry*, 2005, 66(19):2334.  
[4] WU Jun, ZHANG Si, LI Minyi, et al. Xylogranatins A-D, new mexicanolides from the fruit of a Chinese Mangrove *Xylocarpus granatum* [J]. *Chem Pharma Bull*, 2006, 54(11):1582.  
[5] LI Jun, WU Jun, Gerhard Bringmann, et al. Andhraxylocarpins A-E; structurally intriguing limonoids from the true mangroves *Xylocarpus granatum* and *X. moluccensis*[J]. *Chemistry-A European Journal*, 2012, 18(45):14342.  
[6] 程凡,周媛,吴军,等.木果楝果实的化学成分研究[J].*中药材*, 2009, 32(8):1220.  
[7] 霍长虹,郭栋,沈立茹,等.木果楝种子中一个新柠檬苦素类化合物[J].*中草药*, 2010, 41(2):176.  
[8] 李晓菲,宋文东,纪丽丽,等.薯蓣块茎脂肪酸和挥发油成分的 GC-MS 分析[J].*中国实验方剂学杂志*, 2012, 18(4):129.  
[9] 郑建仙.功能性食品.第 2 卷[M].北京:中国轻工业出版社,1999:146.  
[10] 徐礼英,张小平,蒋继宏.栝楼子挥发油的成分分析及其生物活性的初步研究[J].*中国实验方剂学杂志*, 2009, 15(8):38.  
[11] 刘玉军.鱼油二十碳五烯酸和二十二碳六烯酸的生物效应和作用机理[J].*生物学进展*, 1987, 18(3):230.  
[12] 余红,张小平,邓明强,等.多花黄精挥发油 GC-MS 分析及其生物活性研究[J].*中国实验方剂学杂志*, 2008, 14(5):4.  
[13] Horrobin D F. High levels of polyunsaturated fat may inhibit cancer growth [J]. *British Med J*, 1996, 312(7029): 511.  
[14] 卢昌义,林良牧,汪和海.红树植物叶片中脂肪酸组成及其资源价值[J].*厦门大学学报:自然科学版*, 1997, 36(3):454.

[责任编辑 邹晓翠]