

GC-MS 分析藏香二十五味安神甘露 挥发油化学成分

刘芳¹, 包希福^{2*}, 杨福寿², 吴建昉³, 何瑶¹

(1. 成都中医药大学药学院, 四川 成都 611137; 2. 茂县羌医药研究所, 四川 茂县 623200;
3. 四川九峰天然药业股份有限公司, 四川 茂县 623200)

[摘要] 目的: 用气相色谱-质谱联用(GC-MS)技术对藏香二十五味安神甘露的挥发油成分进行分析。方法: 水蒸气蒸馏法提取挥发油, 用 GC-MS 法对其化学成分进行分离鉴定。结果: 共分离鉴定出其中的 32 个化学成分, 其中相对含量超过 5% 的成分主要有 5 种, 含量从高到低依次为顺式-9-十六烯醛(15.13%)、异愈创木醇(11.25%)、丁香酚(11.81%)、雪松醇(9.82%)、愈创木醇(6.93%)。结论: 可为二十五味安神甘露在卫生防御领域的推广提供一定的科学依据。

[关键词] 二十五味安神甘露; GC-MS; 挥发油; 化学成分

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)23-0109-03

Chemical Constituents Analysis of Volatile Oil in Ershiwuwei Anshen Ganlu Tibetan Incense by GC-MS

LIU Fang¹, BAO Xi-fu^{2*}, YANG Fu-shou², WU Jian-fang³, HE Yao¹

(1. College of Pharmacy, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China;
2. Maoxian Qiang Medicine Institute, Maoxian 623200, China;
3. Sichuan Jiufeng Natural Pharmaceutical Co., Ltd., Maoxian 623200, China)

[Abstract] **Objective:** To analyze the chemical components of the volatile oil from Ershiwuwei Anshen Ganlu. **Method:** Water distillation was used to extract the volatile oil and the components were analyzed by GC/MS technology. **Result:** Thirty-two chemical components were identified. The relative amounts of 5 components were above 5%. They are cis-9-hexadecenal, bulnesol, eugenol, cedrol, guaiol. **Conclusion:** The experiment provides some scientific foundation for Tibetan incense in health defense field.

[Key words] Ershiwuwei Anshen Ganlu; GC-MS; volatile oil

藏香^[1]是藏医药文化的重要组成部分,常由名贵药材组成,按照不同比例配制,经粉碎、搅拌、熬煎等众多工序制备而成,蕴含着藏文化的精髓。本文所用二十五味安神甘露藏香依据藏医药理论,以白檀、紫檀、红花、肉豆蔻、降香、木香、三柯等组成,特

别添加了名贵的红豆杉提取物,通过熏燃能够让红豆杉及其他药物中对人体有益的活性成分在不同的温度区间依次释放,发挥最大效能。挥发油的化学成分,为其产品应用提供参考。为了探讨藏香发挥作用的物质基础,本文采用 GC-MS^[2-4]测定挥发油的化学成分,为其产品应用提供参考。

1 仪器与材料

GC2010/QP2010 型气相色谱-质谱联用仪(岛津公司,日本), AE-240 型电子天平(Mettler 公司,瑞士);挥发油提取器(成都长征化玻有限公司), WSD-UP-III-10 型精密型纯水机(成都威斯达智能科技有限公司), KH-300DB 型数控超声仪(昆山禾创超声仪器有限公司) JL-04A 型粉碎机(上海市佳

[收稿日期] 20120408(003)

[基金项目] 2010 年中医药部门公共卫生专项资金项目(2010MZ06-2010WX15)

[第一作者] 刘芳,助理实验师,硕士学位,从事中药新制剂与新剂型研究, Tel: 15828345121, E-mail: 297933995@qq.com

[通讯作者] * 包希福,主任医师,从事中医内科研究, E-mail: bxfqyx@yahoo.com.cn

锐工具公司)。

二十五味安神甘露(批号 090401,四川九峰天然药业股份有限公司)。正己烷为色谱纯,无水氯化钙等其他试剂为分析纯。

2 方法与条件

2.1 二十五味安神甘露挥发油的提取 将二十五味安神甘露粉碎,过 60 目筛后,称取约 60 g,精密称定,置于 1 000 mL 圆底烧瓶中,加入 500 mL 超纯水浸泡 2 h。采用 2010 年版《中国药典》一部附录 XD 挥发油测定法^[5],提取挥发油。读取挥发油容积,将上层液体取出,加入活化过的无水氯化钙干燥后置真空干燥箱中室温挥去溶剂,得到挥发油。得油率为 1.72%,挥发油为淡黄色,比水轻的油状液体,具有浓郁的特殊香味。

2.2 GC-MS 条件 Rtx-5silms 弹性石英毛细管色谱柱(0.25 mm×30 m,0.25 μm),载气为高纯度氦气(99.999%),柱内载气流量为 1.0 mL·min⁻¹。升温程序(起始温度为 60 ℃,保持 5 min,以 8 ℃·min⁻¹升温至 150 ℃,保持 2 min,再以 6 ℃·min⁻¹升温至 260 ℃,保持 8 min),进样口温度 260 ℃,进样

量 1.0 μL,不分流。质谱分析条件:EI 电离源,接口温度为 280 ℃,电子能量 70 eV,离子源温度 230 ℃;扫描质量范围 *m/z* 50~800;倍增器电压 2 kV,质谱检索标准库为 NIST05s. L IB 库。

3 结果与讨论

取 2.1 项下二十五味安神甘露挥发油的提取项下的挥发油适量,用正己烷稀释后得供试样品液,按 2.2 GC-MS 条件项下方法进行分析,得到总离子流图,见图 1。所得谱图数据经 NIST 05 谱图库自动检索,人工谱图解析,按各色谱峰的质谱裂片图与文献核对,查阅有关质谱及其他有关天然活性成分解析的文献,比较基峰、质荷比和相对丰度等,对各色谱峰加以确认,并采用面积归一化法确定各组分的相对百分含量,结果见表 1。

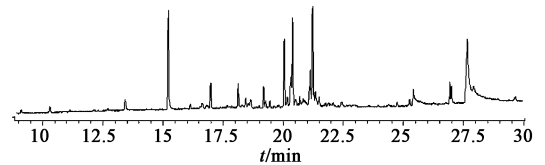


图 1 二十五味安神甘露挥发油的 GC-MS 测定总离子流图

表 1 二十五味安神甘露挥发油成分及相对含量

No.	<i>t_R</i> /min	化合物	分子式	相对分子质量	相对含量/%
1	6.200	侧柏烯 sabinene	C ₁₀ H ₁₆	136.24	0.23
2	9.100	壬醛 1-nonanal	C ₉ H ₁₈ O	142.24	0.37
3	10.294	2-蒎酮 camphor	C ₁₀ H ₁₆ O	152.24	0.62
4	13.420	肉桂醛(<i>E</i>)-cinnamaldehyde	C ₉ H ₈ O	132.16	1.34
5	15.215	丁香酚 eugenol	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	164.20	11.81
6	16.128	甲基丁香酚 methyl eugenol	C ₁₁ H ₁₄ O ₂	178.23	0.43
7	16.632	反式石竹烯 caryophyllene	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.37
8	16.977	罗汉柏烯(-)-thujopsen	C ₁₅ H ₂₄	204.35	2.59
9	18.124	顺式-α-甜没药烯 cis-. alpha. -bisabolene	C ₁₅ H ₂₄	204.36	2.28
10	18.439	花侧柏烯(+)-cuparene	C ₁₅ H ₂₂	202.34	1.02
11	18.525	杜松二烯 cadina-1(10),4-diene	C ₁₅ H ₂₄	204.35	0.6
12	18.637	肉豆蔻醚 myristicin	C ₁₁ H ₁₂ O ₃	192.21	1.06
13	18.983	细辛脑 asarone	C ₁₂ H ₁₆ O ₃	208.25	0.32
14	19.179	榄香醇 elemol	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	2.36
15	19.266	反式-橙花叔醇 nerolidol	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	0.65
16	19.441	未鉴定			0.75
17	20.039	愈创木醇 guaiol	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	6.93
18	20.163	β-4,8,13-黑松三烯-1,3-二醇. β-4,8,13-duvatriene-1,3-diol	C ₂₀ H ₃₄ O ₂	306.90	1.24
19	20.309	1,1,4a,7-四甲基-7-羟基-环己烷并顺式-1-环庚烯 widdrol	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	3.2
20	20.380	雪松醇 cedrol	C ₁₅ H ₂₆ O	222.37	9.82
21	20.507	白菖烯 aristolene	C ₁₅ H ₂₄	204.35	1.37

续表 1

No.	t_R /min	化合物	分子式	分子量	相对含量/%
22	20.682	γ -桉叶醇 gamma-eudesmol	$C_{15}H_{26}O$	222.37	1.56
23	20.817	橙花叔醇 cis-nerolidol	$C_{15}H_{26}O$	222.37	2.54
24	21.115	β -桉叶醇 beta-eudesmol	$C_{15}H_{26}O$	222.37	4.82
25	21.216	异愈创木醇 bulnesol	$C_{15}H_{26}O$	222.37	11.25
26	21.338	未鉴定			2.2
27	21.492	未鉴定			1.22
28	22.427	未鉴定			0.54
29	24.733	棕榈酸甲酯 methyl palmitate	$C_{17}H_{34}O_2$	270.45	0.33
30	25.252	邻苯二甲酸二丁酯 dibutyl phthalate	$C_{16}H_{22}O_4$	278.34	0.59
31	25.409	十五烷酸 pentadecanoic acid	$C_{15}H_{30}O_2$	242.40	1.93
32	26.924	亚油酸甲酯 methyl linoleate	$C_{19}H_{36}O_2$	294.47	1.94
33	26.999	油酸甲酯 oleic acid, methyl ester	$C_{19}H_{36}O_2$	296.49	1.51
34	27.650	顺式-9-十六烯醛 cis-9-hexadecenal	$C_{16}H_{30}O$	238.41	15.13
35	27.914	14-溴十五烷酸 14-bromopentadecanoic acid	$C_{15}H_{29}BrO_2$	320.00	2.21
36	29.650	10-十八烯酸甲酯 10-octadecenoic acid, methyl ester	$C_{19}H_{36}O_2$	296.49	0.81
37	30.993	未鉴定			2.05

结合图 1 和表 1 的结果,从二十五味安神甘露挥发油中分析出 37 种成分,鉴定出其中的 32 种成分,所鉴定成分占挥发油总流出面积的 93.23%。所鉴定出的化学成分中相对含量超过 5% 的成分有 5 种,含量从高到低依次为顺式-9-十六烯醛(15.13%)、异愈创木醇(11.25%)、丁香酚(11.81%)、雪松醇(9.82%)、愈创木醇(6.93%)。

二十五味安神甘露挥发油中的主要成分为倍半萜类化合物,其中雪松醇^[6]具有镇静作用,异愈创木醇和愈创木醇^[7]具有镇咳作用,丁香酚^[8]有抑菌、麻醉、抗氧化、促进透皮吸收等作用。这些主要成分有可能是二十五味安神甘露发挥安神、消毒杀菌、净化空气的物质基础。

本课题组前期对十八味珍宝香^[9]、晶珠藏药寝香^[10]等产品进行了化学成分分析,和本论文所研究的二十五味安神甘露比较可知,此类藏香产品中多含有倍半萜类化合物,其中主要是丁香酚、异愈创木醇和愈创木醇等化学成分,这些成分均具有较好的抑菌、镇咳等药理活性。对其进行深入的理论和应用研究,将有助于藏香在卫生防疫领域的推广应用。

[致谢]四川九峰天然药业股份有限公司提供藏香“二十五味安神甘露”产品用于科研测定分析。

[参考文献]

[1] 松桂花. 藏香在卫生防疫领域的应用初探[J]. 西藏

科技,2006,6:35.

- [2] 邵帅,严铭铭,毕胜男,等. 小飞蓬挥发性化学成分的 GC-MS 分析[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(8):116.
- [3] 刘偲翔,董晓敏,刘布鸣,等. 广西九里香挥发油 GC-MS 研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(3):26
- [4] 孙宗喜,吕晓慧,徐桂花,等. 甘肃产柴胡挥发油化学成分 GC-MS 分析[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(9):75.
- [5] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:附录 63.
- [6] Kagawa D. 用行为药理学方法评价吸入雪松醇的镇静作用及机理[J]. 国外医药:植物药分册,2004,19(6):256.
- [7] 吕义长. 青海杜鹃挥发油化学成分的研究[J]. 化学学报,1980,38(3):241.
- [8] 彭宅彪,张琼光,代虹健,等. 丁香酚的药理学研究进展[J]. 时珍国医国药,2006,17(10):2079.
- [9] 张伟,王战国,胡慧玲,等. 气相色谱-质谱法分析十八味珍宝香挥发油的化学成分[J]. 药物分析杂志,2011,31(5):959.
- [10] 魏磊,王战国,胡慧玲,等. GC-MS 分析晶珠藏药寝香挥发油的化学成分[J]. 华西药学杂志,2011,26(2):95.

[责任编辑 顾雪竹]