

金花茶叶乙醚部位的 GC-MS 分析

邹登峰¹, 邱玉婷¹, 谢爱泽^{2,3*}, 叶妹¹, 王非非¹

(1. 桂林医学院药学院, 广西 桂林 541004; 2. 广西民族医药研究院, 南宁 530001;
3. 广西医科大学第一附属医院, 南宁 530021)

[摘要] 目的: 采用气相-质谱(GC-MS)分析金花茶叶乙醚部位的化学成分。方法: 采用 75% 乙醇回流提取金花茶叶, 滤液浓缩后用乙醚萃取, 得到乙醚部位, 用 GC-MS 法分析鉴定其化学成分, 结合计算机检索技术及美国国家标准技术研究所(NIST)化合物谱库检索进行鉴定, 再用面积归一化法确定其相对含量。结果: 金花茶叶乙醚部位的成分共分离鉴定出 61 个化合物, 相对含量占总含量的 78.41%, 主要化学成分是 2-(氧代十八烷基)乙醇, 二十五烷, 1-碘代十六烷等。结论: 可用 GC-MS 法快捷、简便、准确地分析金花茶叶乙醚部位成分。初步揭示了该药材化学成分, 对进一步研究其化学成分、为药材的质量评价提供实验基础。

[关键词] 金花茶叶; 乙醚部位; 气相-质谱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)20-0129-04

GC-MS Analysis of Ether Extraction of *Camellia chrysantha*

ZOU Deng-feng¹, QIU Yu-ting¹, XIE Ai-zhe^{2,3*}, YE Mei¹, WANG Fei-fei¹

(1. School of Pharmacy, Guilin Medical University, Guilin 541004, China;

2. National Medical Research Institute of Guangxi, Nanning 530001, China;

3. No. 1 Attached Hospital of Guangxi Medical University Nanning 530021, China)

[Abstract] **Objective:** To analyze the chemical constituents of volatile oil from the leaves of *Camellia chrysantha*. **Method:** By extracting *C. chrysantha* with 75% ethanol, the filtrate was concentrated and extracted with ether to get the ether parts, and the chemical composition was identified and analyzed by GC-MS method. Combining with computer retrieval technology and search of national institute of standards and technology (NIST) compound spectral-library for identification, their relative content was determined by the area normalization method. **Result:** Sixty-one kinds of chemical constituents were isolated from the ether parts of *C. chrysantha*. The relative content is 78.41% in the total content, the main chemical ingredients were 2-(oxo-18 alkyl) ethanol, two pentadecane, 1-iodo-hexadecane, and so on. **Conclusion:** The present GC-MS method is fast, simple and accurate to analyze the composition of ether parts of *C. chrysantha*. It initially revealed the chemical composition of the medicine, and provided the experimental basis for further study of its chemical composition and the medicinal quality evaluation.

[Key words] *Camellia chrysantha*; ether extraction; GC-MS

[收稿日期] 20120507(010)

[基金项目] 广西中医药管理局中医药科技项目(GZMZ1202, GZKZ09-52); 桂林市科技局科学技术研究与开发项目(20120105-9)

[第一作者] 邹登峰, 副教授, 硕士, 从事天然药物的开发与研究、教学等工作, E-mail: zdf1226@163.com

[通讯作者] * 谢爱泽, 副主任医师, 从事中医药在临床应用的研究, E-mail: 93215828@qq.com

金花茶是山茶花科山茶属金花茶组植物, 20 世纪 60 年代初在我国广西首次被发现^[1], 是一种世界珍稀的植物资源, 广西成为金花茶的故乡^[2], 是广西极具开发价值的特色资源优势植物^[3]。金花茶含有 400 多种化学成分, 其中包括茶多酚、茶多糖、黄酮类、皂苷类以及多种对人体有重要保健作用的微量元素和维生素等, 其水浸出物具有抑制肿瘤、抗衰老、增强机体免疫机能、降低胆固醇、降血压等功能^[4]。广

西民间常用金花茶叶煮水洗身,可治伤风感冒、疥疮。临床验证表明,金花茶叶具有抑制肿瘤,抗衰老,增强机体免疫,平行人体各种机能,增强心肌收缩力和血管弹性,增进肝脏代谢,降低胆固醇,降血压,激活人体各种酶等作用^[5],且无明显不良反应,值得进一步研究。

本文通过回流提取金花茶叶的化学成分,采用气相色谱-质谱联用法分析鉴定其化学成分,对进一步研究其化学成分、为药材的质量评价提供实验基础。

1 材料

1.1 原料 金花茶叶为山茶科植物金花茶 *Camellia chrysantha* (Hu) Tuyama 的叶,采自广西防城港市,经广西中医学院药用植物教研室韦松基教授鉴定为真品,阴干,粉碎,备用。

1.2 仪器 电子天平(FX-200GD 型,220 g/0.001 g),R-1001N 型旋转蒸发器(郑州长城科工贸有限公司),循环式多用真空泵(SHD-III 型,保定高新区阳光科教仪器厂);Agilent 6890-5973N 型气相-质谱联用仪(美国安捷伦公司)。

1.3 试剂 95% 乙醇(天津市大茂化学试剂厂,AR),乙醚(衡阳市凯信化工试剂有限公司,AR)。

2 方法和结果

2.1 制备 将金花茶茶叶晾干后剪碎,称取

30.113 g,加入 75% 乙醇 400 mL 水浴加热回流提取 2 h,过滤;残渣加入 75% 乙醇 400 mL 水浴加热回流提取 1 h,过滤,合并全部滤液。将滤液用旋转蒸发器减压浓缩,得浓缩物 7.600 g,备用。把上述的浓缩物用乙醚萃取,萃取液再用旋转蒸发器减压浓缩得 0.670 g。

2.2 气相色谱-质谱测定条件

2.2.1 色谱条件 色谱柱 HP-5MS 毛细管柱(30 mm × 0.25 μm × 0.25 μm),进样量 2 μL,分流比 50:1,载气为氮气,流速 1.0 mL · min⁻¹,初始温度 130 °C,保持 2 min,以 10 °C · min⁻¹ 上升至 210 °C,保持 2 min,再以 7 °C · min⁻¹ 上升至 250 °C,保持 15 min,倍增器电压 1 294 V,50 °C。

2.2.2 质谱条件 电离方式 EI,电子能量 70 eV,离子源温度 230 °C,扫描质量范围 *m/z* 40 ~ 550。

2.3 结果与成分分析 将样品制备后,按上述测定条件进行 GC-MS 分析鉴定,所得色谱信息和质谱信息,用气相色谱数据处理系统,以峰面积归一法测得其中各组分的相对百分含量,对总离子流图中的各峰经质谱扫描后得到质谱图^[6],对照和解析,测出了金花茶叶乙醚部位的化学成分,用 75% 乙醇回流提取共分离并鉴定出其中 61 化合物,分别求得各组成化合物的相对含量,已鉴定出化合物占总量的 78.41%,结果见表 1,色谱图见图 1。

表 1 乙醚萃取金花茶叶成分 GC-MS 分析

No.	保留时间/min	化合物	分子式	相对含量/%
1	3.59	2-甲氧基-5-氨基苯酚	C ₇ H ₉ NO ₂	0.33
2	3.94	1-甲基-2-辛基环丙烷	C ₁₂ H ₂₄	0.15
3	6.09	邻苯二甲酸二甲酯	C ₁₀ H ₁₀ O ₄	0.31
4	6.25	4-羟基-3-叔丁基苯甲醛	C ₁₁ H ₁₆ O ₂	0.38
5	6.77	2,6-二叔丁基对甲苯酚	C ₁₅ H ₂₄ O	1.54
6	7.14	4,4,7a-三甲基-5,6,7,7a-四氢-1-苯并呋喃-2(4H)-酮	C ₁₁ H ₁₆ O ₂	0.24
7	8.29	6-甲基-5-(1-甲基乙基)-5-庚烯-3-炔-2-醇	C ₁₁ H ₁₇ O	0.12
8	9.55	(R)-(+) -1,2-环氧十二烷	C ₁₂ H ₂₄ O	0.15
9	9.73	1-(5,5,8a-三甲基)萘酮	C ₁₃ H ₂₂ O	0.21
10	9.99	4-甲基十六烷	C ₁₇ H ₃₆	0.19
11	10.40	6,10,14-三甲基-2-十五烷酮	C ₁₈ H ₃₆ O	2.18
12	10.74	邻苯二甲酸二异癸酯	C ₂₈ H ₄₆ O ₄	1.59
13	10.93	4,5-二甲基壬烷	C ₁₁ H ₂₄	0.28
14	11.34	2-噻吩乙酸-4-十三烷基酯	C ₁₉ H ₂₉ S	0.59
15	11.83	棕榈酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	0.63
16	11.98	邻苯二甲酸二丁酯	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	1.17
17	12.33	棕榈酸乙酯	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	0.41

续表 1

No.	保留时间/min	化合物	分子式	相对含量/%
18	12.40	二十烷	C ₂₀ H ₄₂	0.59
19	13.95	2-(7-dodecyloxy) tetrahydro-2H-pyran	C ₁₇ H ₃₀ O ₂	0.22
20	14.08	1-溴十四烷	C ₁₄ H ₂₉ Br	0.31
21	14.75	aspidospermidin-17-ol, 1-acetyl-19,21-epoxy-15,16-dimethoxy-(9CI)	C ₂₃ H ₃₀ N ₂ O ₅	0.20
22	14.99	2-丙烯基环己烷	C ₉ H ₁₆	0.52
23	15.54	2-十八烷基-1,3-丙二醇	C ₂₁ H ₄₄ O ₂	0.37
24	15.75	十九烷	C ₁₉ H ₄₀	1.26
25	16.28	1-二十七醇	C ₂₇ H ₅₆ O	0.28
26	16.59	十七烷	C ₁₇ H ₃₆	1.32
27	16.68	三十烷基七氟丁酸酯	C ₃₄ H ₆₁ F ₇ O ₂	0.24
28	16.82	1-氯二十一烷	C ₂₀ H ₄₁ Cl	1.83
29	17.06	1-氯代十九烷	C ₁₉ H ₄₀ Cl	1.11
30	17.13	1-十九烯	C ₁₉ H ₃₈	1.21
31	17.18	2,6,10,15-四甲基十七烷	C ₂₁ H ₄₄	0.53
32	17.24	1,54-二溴五十四烷	C ₅₄ H ₁₀₈ Br ₂	0.81
33	17.35	cyclotetracosane	C ₂₄ H ₄₈	1.26
34	17.42	十二烯基丁二酸酐	C ₁₆ H ₂₆ O ₃	1.04
35	17.46	三十二烷基五氟丙酸酯	C ₃₅ H ₆₅ F ₅ O ₂	0.29
36	17.60	三十烷基乙酸酯	C ₃₂ H ₆₄ O ₂	1.07
37	17.70	正十一烷基环己烷	C ₁₇ H ₃₄	2.32
38	17.86	二十四烷	C ₂₄ H ₅₀	2.62
39	18.03	三十二烷基三氟醋酸酯	C ₃₄ H ₆₅ F ₃ O ₂	0.64
40	18.13	五氟丙酸三十八酯	C ₄₁ H ₇₇ F ₅ O ₂	3.93
41	18.33	2,6,11-三甲基十二烷	C ₁₅ H ₂₃	2.45
42	18.41	二十二烷	C ₂₂ H ₄₆	0.88
43	18.46	2,21-二甲基二十二烷	C ₂₄ H ₄₄	1.82
44	18.64	三十四烷基七氟丁酸酯	C ₃₇ H ₆₉ F ₇ O ₂	1.26
45	18.98	17-三十五烯	C ₃₅ H ₇₀	2.18
46	19.11	2-环己基十一烷	C ₁₇ H ₃₄	1.87
47	19.25	二十五烷	C ₂₅ H ₅₂	6.57
48	19.39	三十二烷基七氟丁酸酯	C ₃₆ H ₆₅ F ₇ O ₂	1.11
49	19.59	(Z)-9-二十三烯	C ₂₃ H ₄₆	0.91
50	19.80	1-二十六烯	C ₂₆ H ₅₂	2.57
51	20.12	2-(氧代十八烷基)乙醇	C ₂₀ H ₄₀ O ₃	4.48
52	20.91	1-碘代十六烷	C ₁₆ H ₃₃ I	3.33
53	21.68	二十一烷	C ₂₁ H ₄₄	0.97
54	22.11	2,6,10,14-四甲基十六烷	C ₂₀ H ₄₂	2.50
55	22.14	二十三烷	C ₂₃ H ₄₈	2.23
56	22.93	2,6,10,14,18-五甲基-2,6,10,14,18-二十五烯	C ₃₀ H ₅₂	0.34
57	23.02	正十八烷	C ₁₈ H ₃₈	2.25
58	23.93	1-碘代十八烷	C ₁₈ H ₃₇ I	2.01
59	23.95	1-溴二十二烷	C ₂₂ H ₄₅ Br	2.21
60	25.65	正二十八烷	C ₂₈ H ₅₈	1.95
61	26.63	1,7,11-三甲基-4-(1-甲基乙基)环十四烷	C ₂₀ H ₄₀	0.44

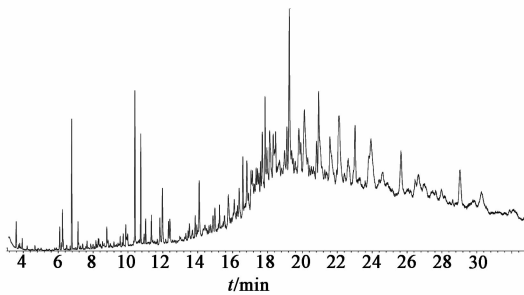


图 1 乙醇提取金花茶叶成分 GC-MS 色谱

3 讨论

共分离出 61 个色谱峰, 鉴定其中 61 个化合物, 相对含量占总含量的 78.41%, 主要化学成分是 2-(氧代十八烷基)乙醇, 二十五烷, 1-碘代十六烷等。

近年来, 对金花茶的研究越来越多, 随着光谱解析技术的提高, 从该植物中发现越来越多具生物活性的成分将成为可能。因此, 为创制出我国特有的金花茶新品种, 深入开展研究金花茶化学成分, 对金花茶进一步开发利用具有重要意义。

[参考文献]

- [1] 梁鼎业. 金花茶[M]. 北京: 中国林业出版社, 1993: 1.
- [2] 梁盛业, 陆敏珠, 黄连冬, 等. 中国金花茶栽培与开发利用[M]. 北京: 中国林业出版社, 2005: 3.
- [3] 苏宗明. 广西资源植物开发利用的前景[J]. 广西科学院学报, 1994, 10 (1): 191.
- [4] 秦小明, 林华娟, 宁恩创, 等. 金花茶叶水提物的抗氧化活性研究[J]. 食品科技, 2008 (2): 189.
- [5] 梁机, 杨振德, 黄素梅. 八种金花茶植物可溶性蛋白质电泳分析及其亲缘关系初探[J]. 广西农业大学学报, 1998, 1: 236.
- [6] 韦静, 李芳耀, 杨新平, 等. 容县八角叶中挥发油成分气质联用分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17 (24): 59.

[责任编辑 邹晓翠]

《中国中药杂志》2013 年征订启事

《中国中药杂志》系中国科协主管, 中国药学会主办, 中国中医科学院中药研究所承办的综合性中药学术期刊。创刊于 1955 年 7 月, 是创刊最早、发行量最大的中药学术刊物。《中国中药杂志》全面反映我国中医科研最高学术水平, 主要报道该领域新成果、新技术、新方法与新思路, 内容包括栽培、资源与鉴定、炮制、药剂、化学、药理、不良反应、临床等。设有专论、综述、研究论文、研究报告、临床、学术探讨、药事管理、经验交流、信息等栏目。主要读者对象为医药领域各级管理部门、研究所、大专院校、企业以及医院等从事医药科研、管理、生产、医院制剂及临床研究等方面的专业人员。

《中国中药杂志》现为半月刊, 128 页, 2013 年定价每期 30 元, 全年 24 期定价为 720 元。国内刊号 11-2272/R, 国际刊号 1101-5302。

本刊现已全面实现网络编辑办公, 如欲投稿或联系本刊、获取本刊各种信息动态请登录中国中药杂志网站 www.cjcm.com.cn 或 www.中国中药杂志.com。

联系电话: 稿件查询 010-64045830 转 602; 主任电话 010-64058556; 资源与栽培栏编辑: 010-64048925; 制剂栏编辑: 010-64040392; 化学栏编辑: 010-64040113; 药理栏编辑: 010-84022522; 临床栏编辑: 010-64059766; 电子杂志制作发行及网上维护: 010-64030625。