

贵州省不同地区的凹叶厚朴挥发油 成分 GC-MS 分析

方小平^{1*}, 卢永书¹, 吴琼¹, 胡光平²

(1. 贵州师范大学生命科学学院, 贵阳 550001; 2. 贵阳市林业科技推广站, 贵阳 550003)

[摘要] 目的: 比较分析不同地区的凹叶厚朴挥发油成分。方法: 采用顶空固相微萃取(HS-SPME)提取凹叶厚朴挥发油, 气相色谱-质谱(GC-MS)分析其成分, 面积归一化法确定各挥发油成分的相对百分含量。结果: 从3个不同地区的凹叶厚朴中共鉴定出47种化合物, 共有成分为6种。结论: 不同地区凹叶厚朴的挥发油在成分及含量上存在一定的差异。

[关键词] 凹叶厚朴; 挥发油成分; 气相色谱-质谱联用

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)17-0142-04

Comparative Research on Volatile Oil Components of *Magnolia officinalis* in Guizhou Different Regions

FANG Xiao-ping^{1*}, LU Yong-shu¹, WU Qiong¹, HU Guang-ping²

(1. School of Life Science, Guizhou Normal University, Guiyang 550001, China;

2. Forestry Science and Technology Extension Station of Guiyang City, Guiyang 550003, China)

[Abstract] **Objective:** This article analyze and compare the volatile oil of *Magnolia officinalis* from different regions. **Method:** Headspace solid phase microextraction (HS-SPME) was used to extract volatile oil of *M. officinalis* from different regions and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) was used to analyze their compositions. The relative percentage of various volatile oil ingredients was determined by the area normalizing method. **Result:** Forty-seven kinds of compounds were identified in three different regions, a total of six kinds of ingredients were the same. **Conclusion:** The comparative analysis shows that volatile oils of *M. officinalis* different regions have some differences in composition and content.

[Key words] *Magnolia officinalis*; volatile oil components; gas chromatography-mass spectrometry

厚朴是我国传统的名贵中药, 具有行气燥湿、降逆平喘之功效, 可用于脘腹胀痛、宿食不消、呕吐、泻痢、气逆喘咳等症, 许多处方与中成药中均含厚朴^[1]。凹叶厚朴中药用成分主要是酚类和生物碱, 挥发油作为其化学成分之一, 也具有较强的生理活性。目前, 对凹叶厚朴的研究主要集中在组织培养方面及其厚朴酚与和厚朴酚含量的研究, 有关贵州省不同产地的凹叶厚朴挥发油的比较研究未见报道。本文采用 HS-SPME 联合 GC-MS 法对凹叶厚朴

挥发油成分进行研究, 以期对凹叶厚朴挥发油的进一步研发提供参考。

1 材料

GCMS-QP2010 气相色谱质谱联用仪(日本岛津公司), Supelco SPME 顶空固相微萃取 HS-SPME 装置(美国 Supelco 公司), 100 μm 聚乙烯二甲基硅氧烷萃取头(PDMS)(美国 Supelco 公司), 5 mL 顶空瓶。

供试材料分别来源于贵州省林业科学研究院(贵阳市)、习水县向阳林药场(习水县)、黎平县东风林场(黎平县), 经本文作者方小平教授鉴定为木兰科植物凹叶厚朴 *Magnolia officinalis* Rehd. et Wils. var. *biloba* Rehd. et Wils. 的干燥干皮、根皮及枝皮。

[收稿日期] 20120109(114)

[基金项目] 黔科合 SY(2012)3065

[通讯作者] * 方小平, 教授, Tel: 13985486808, E-mail: fangxiaoping1963@126.com

2 方法

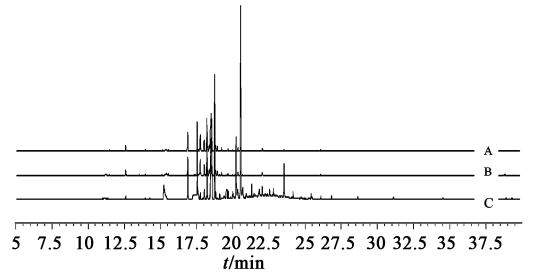
2.1 挥发油的提取 采用顶空固相微萃取,干燥粉碎样品 0.5 g 于 5 mL 顶空瓶中密闭,使用 100 μm PDMS 萃取头,常温萃取 1 h,气相色谱解吸 5 min。

2.2 气相色谱-质谱分析条件 气相色谱条件,HP-5 弹性石英毛细管色谱柱(0.25 mm \times 30 m \times 0.25 μm)(日本岛津公司)。升温程序,初始温度 40 $^{\circ}\text{C}$ 保持 3 min,以 10 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ 至 100 $^{\circ}\text{C}$,保持 2 min,以 10 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ 至 250 $^{\circ}\text{C}$,保持 16 min。载气氦气(99.999%),流速 0.7 mL $\cdot \text{min}^{-1}$,分流比 18.5,进样口温度 250 $^{\circ}\text{C}$ 。

质谱条件:离子源为 EI,电离电压 70 eV,离子源温度 250 $^{\circ}\text{C}$,溶剂延迟时间 1 min,质谱范围 m/z 40 ~ 450,扫描周期 0.5 scan/s。检索质谱数据库 NIST147 和 NIST27。

3 结果与分析

不同地区的凹叶厚朴挥发油成分按上述测定条件进行 GC-MS 分析,挥发油成分的总离子流图见图 1。经计算机贮存信号的检索及质谱图进行解析,确定化合物,并用峰面积归一化法计算各成分相对含量,结果见表 1。



A. 林科院; B. 向阳林药场; C. 东风林场

图 1 凹叶厚朴挥发性成分的总离子流

表 1 不同地区凹叶厚朴挥发油成分

No.	t/min	化合物	贵阳市	习水县	黎平县
1	11.320	benzene,1-methyl-2-(1-methylethyl)- 1-甲基-2-(1-甲基乙基)-苯	0.48	-	-
2	11.401	cyclobutane,1,2-bis(1-methylethenyl)-, trans- (反)-1,2-二(1-甲基乙基)-环丁烷	0.18	-	-
3	12.601	1,6-octadien-3-ol,3,7-dimethyl- 3,7-二甲基-1,6-辛二烯-3-醇	0.49	1.63	-
4	13.945	2-isopropylimidazole 2-异丙基咪唑	-	0.29	-
5	15.240	p-allylphenol 黑椒酚	-	-	3.86
6	15.270	phenol,4-(2-propenyl)- 4-(2-丙烯基)-苯酚	5.68	-	-
7	15.556	isobornyl formate 甲酸异冰片酯	-	0.36	-
8	16.850	(+)-cycloisotativene (+)-环异酒蓟烯	0.85	0.96	-
9	16.908	copaene 可巴烯	3.35	5.20	3.44
10	17.551	caryophyllene 石竹烯	35.12	8.73	-
11	17.658	3. beta. -acetoxymisnor-5-cholenamide	0.33	-	-
12	17.758	1,6,10-dodecatriene,7,11-dimethyl-3-methylene-7,11-二甲基-3-亚甲基-1,6,10-十二碳三烯	2.33	5.22	0.57
13	17.927	cyclopropane,1-(2-methylene-3-butenyl)-1-(1-methylenepropyl)-1-(2-甲基-3-丁烯基)-1-(1-甲基乙基)-环丙烷	0.31	-	-
14	18.033	alpha. -caryophyllene α -石竹烯	8.23	3.05	0.99
15	18.208	1,6-cyclodecadiene,1-methyl-5-methylene-8-(1-methylethyl)-, [s-(E,E)]-[S-(E,E)]-1-甲基-5-亚甲基-8-(1-甲基乙基)-1,6-环癸二烯	-	10.41	-
16	18.218	naphthalene,1,2,4a,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-4,7-二甲基-1-甲基乙基-萘烯	-	-	4.10
17	18.223	humulen-(v1)	4.77	-	-
18	18.233	germacrene D 右旋大根香叶烯	0.52	-	-
19	18.367	1,1,4,7-tetramethyl-1a,2,3,4,4a,5,6,7b-octahydro-1H-cyclopropa[e]azulene 1a,2,3,4,4a,5,6,7b-八氢化-1,1,4,7-四甲基-1H-环丙[e]萹	0.65	1.63	-

续表 1 %

No.	t/min	化合物	贵阳市	习水县	黎平县
20	18.416	eremophilene 旱麦草烯	-	1.83	-
21	18.472	eudesma-4(14),11-diene 4(14),11-桉叶二烯	7.00	8.26	5.68
22	18.496	alpha.-muurolene α -衣兰油烯	-	11.25	-
23	18.518	naphthalene,1,2,4a,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)- 4,7-二甲基-1-(1-甲基乙基)-萘烯	5.36	-	-
24	18.551	azulene,1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.,7.alpha.)]-(1S)-1,4-二甲基-7-(1-甲基乙基)萸	-	-	8.27
25	18.734	naphthalene,1,2,3,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-,(1S-cis)- [1s-顺]-1,2,3,5,6,8a-六氢-4,7-二甲基-1-甲基乙基-萘	-	21.83	14.35
26	18.744	delta.-cadinene Δ -杜松烯	4.27	-	-
27	18.764	cadina-1(10),4-diene 恰迪纳-1(10),4-二烯	-	1.48	-
28	18.812	benzene,1-(1-formylethyl)-4-(1-buten-3-yl)- 1-(1-甲酰乙基)-4-(1-丁烯-3-基)-苯	-	2.06	-
29	18.83	naphthalene,1,2,3,4-tetrahydro-1,6-dimethyl-4-(1-methylethyl)-,(1s)- (1s)-1,6-二甲基-4-(1-甲基乙基)-萘	-	-	1.00
30	18.834	2-[4-(1-methyl-2-propenyl)phenyl]propanal 2-[4-(1-甲基-2-丙烯基)苯基]-丙醛	0.60	-	-
31	19.083	alpha.-calacorene α -白菖考烯	-	-	0.61
32	19.224	alpha.-gurjunene α -古芸烯	-	0.86	-
33	19.668	caryophyllene oxide 石竹烯氧化物	4.19	0.56	0.78
34	20.000	3,7,11,15-tetramethyl-2-hexadecen-1-ol 3,7,11,15-四甲基-2-十六碳烯-1-醇	-	-	1.12
35	20.015	pinane,2,3-epoxy- 2,3-环氧蒎烷	0.91	-	-
36	20.226	guaial 愈创醇	-	-	8.04
37	20.230	2-(3,8-dimethyl-1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-5-azulenyl)-2-propanol 2-(3,8-二甲基-1,2,3,4,5,6,7,8-八氢-5-azulenyl)-2-丙醇	0.93	-	-
38	20.360	torreyol 香榧醇	0.94	1.07	-
39	20.535	eudesm-4(14)-en-11-ol β -桉叶醇	4.34	1.46	32.44
40	20.699	dodecanoic acid,ethenyl ester 月桂酸乙烯酯	-	-	2.09
41	21.850	hexadecane,2,6,10,14-tetramethyl- 2,6,10,14-四甲基-十六烷	-	-	0.89
42	22.039	aromadendrene oxide-(1) 香橙烯氧化物	-	-	1.54
43	22.043	9-isopropyl-1-methyl-2-methylene-5-oxatricyclo[5.4.0.0(3,8)]undecane 1-甲基-2-亚甲基-9-异丙基-5-乙二酸-三环[5.4.0.0(3,8)]十一烷	-	0.91	-
44	22.559	ditridecyl phthalate 邻苯二甲酸二十三酯	-	-	0.64
45	23.546	1,2-benzenedicarboxylic acid, butyl octyl ester 1,2-邻苯二甲酸丁辛酯	-	-	4.49
46	23.546	phthalic acid, butyl decyl ester 邻苯二甲酸丁癸酯	-	0.49	-
47	23.553	n-hexadecanoic acid 棕榈酸	0.50	-	-

由图 1 和表 1 可知,从贵阳市、习水县、黎平县 3 个地区的凹叶厚朴中检出 47 个波峰,鉴定出 47 种化合物,可巴烯、7,11-二甲基-3-亚甲基-1,6,10-十二碳三烯、 α -石竹烯、4(14),11-桉叶二烯、石竹烯氧化物、 β -桉叶醇等 6 种化合物为 3 个地区的共有成分。

采自贵州省林业科学研究所的凹叶厚朴鉴定出

24 种化合物,占挥发油总量的 92.33%。挥发油成分中,以石竹烯(35.12%), α -石竹烯(8.23%),4(14),11-桉叶二烯(7%),4-(2-丙烯基)-苯酚(5.68%)含量为最高;采自习水县向阳林药场的凹叶厚朴鉴定出 22 种化合物,占挥发油总量的 89.54%,以 [1S-顺]-4,7-二甲基-1-甲基乙基-萘(21.83%), α -衣兰油烯(11.25%),[S-(E,E)]-1-

HPLC 测定舞草中木犀草素的含量

潘力¹, 廖厚知^{2*}

(1. 广西柳州市红十字医院药剂科, 广西 柳州 545000;
2. 广西汇科药物研究所, 南宁 530007)

[摘要] 目的: 建立舞草中木犀草素的含量测定方法。方法: 采用 VP-ODS C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 色谱柱。以甲醇-0.3% 磷酸溶液 (60:40) 为流动相, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 350 nm。结果: 舞草中的木犀草素含量测定方法在 0.0407 2 ~ 0.6515 2 进样量与峰面积的线性关系良好 ($r=0.999\ 8$); 平均回收率 100.35%, RSD 0.80%。结论: 本方法准确、灵敏、重复性好, 可用于舞草的质量控制。

[关键词] 舞草; 木犀草素; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)17-0145-03

Determination of Luteolin in *Codariocalyx motorius* by HPLC

PAN Li¹, LIAO Hou-zhi^{2*}

(1. Department of Pharmacy, Red Cross Hospital of Liuzhou, Liuzhou 545000, China;
2. Guangxi Huike Institute of Materia Medica, Nanning 530007, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the determination method of luteolin content in *Codariocalyx motorius*.

Method: VP-ODS C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) column was used, the mobile phase was methanol-0.3%

[收稿日期] 20120330(272)

[第一作者] 潘力, 硕士, 主管药师, 从事药事管理及药物分析方面研究, Tel: 13977280552, E-mail: hhyyjyk@163.com

[通讯作者] * 廖厚知, 工程师, Tel: 0771-3217835, E-mail: Liaohouzhi258@sina.com

甲基-5-亚甲基-8-(1-甲基乙基)-1,6-环癸二烯 (10.41%), 石竹烯 (8.73%) 的含量为最高; 采自黎平县东风林场的凹叶厚朴鉴定出 19 种化合物, 占挥发油总量的 94.9%, 以 β-桉叶醇 (32.44%), [1s-顺]-4,7-二甲基-1-甲基乙基-萜 (14.35%), (1S)-1,4-二甲基-7-(1-甲基乙基) 萜 (8.27%), 愈创醇 (8.04%) 的含量为最高。

4 讨论

不同地区的挥发油成分主要是萜类化合物, 其次还含有少量的烷烃、芳香烃、酯类和脂肪酸。萜类化合物具有多种生物活性, 可作为某些中药的有效成分^[2]。石竹烯是一类双环倍半萜类化合物, 倍半萜类在治疗人类重大疾病, 如肿瘤、心脑血管疾病、艾滋病方面具有良好的应用价值^[3]。萜烯类化合物挥发油对真菌和昆虫的抑制活性起主要作用^[4]。

各地区凹叶厚朴的挥发油在种类和相对含量方

面都存在一定的差异性。通过对贵州省不同地区的凹叶厚朴挥发油的成分及其含量比较分析, 为贵州省凹叶厚朴的药用研发提供了一定的参考和依据, 有利于更好更充分的对中药材凹叶厚朴资源加以利用。

[参考文献]

- [1] 李玲玲. 厚朴挥发油化学成分研究[J]. 中草药, 2001, 32(8): 686.
- [2] 孙卫军, 林观祥. 浙江产吴茱萸果实挥发油化学成分研究[J]. 医药导报, 2010, 29(11): 1432.
- [3] 林珊, 曾建伟, 邹秀红, 等. 泥胡菜挥发油化学成分 GC-MS 分析[J]. 福建中医学院学报, 2010, 20(4): 27.
- [4] 杨晓东, 肖珊美, 韩铮, 等. 杨梅果实挥发油的气-质联用分析[J]. 果树学报, 2008, 25(2): 244.

[责任编辑 顾雪竹]