

林下参挥发性成分的 GC-MS 分析

李海军, 明磊, 卢丹, 刘金平, 李平亚*

(吉林大学再生医学科学研究所新药研究室, 长春 130021)

[摘要] 目的: 研究林下参挥发性的成分化学组成及含量。方法: 采用乙醇回流提取林下参, 将提取物进行硅胶柱色谱, 得到挥发性成分, 利用气相色谱-质谱联用技术, 分析林下参挥发油的化学组成。结果: 气相色谱共分离出 40 种成分, 其质谱 Xcalibur 工作站检索与 NIST 标准质谱图库对照, 鉴定了其中 18 种成分。结论: 首次对林下参的挥发性成分进行了分析, 含量较高的主要是酯类和烷烃。

[关键词] 林下参; 挥发性成分; GC-MS

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2010)14-0091-02

Liposoluble Components of *Panax ginseng* by GC-MS

LI Hai-jun, MING Lei, LU Dan, LIU Jin-ping, LI Ping-ya*

(New Drug Research Center of Institute of Frontier Medical Science of Jilin University, Changchun 130021, China)

[Abstract] **Objective:** To study the liposoluble components from the liquor of the *Panax ginseng*. **Method:** The liposoluble components of *P. ginseng* were separated by GC-MS and identified by means of indexing the spectrum storeroom. **Result:** Forty compounds were obtained and 18 of them were identified. **Conclusion:** This research provided theoretical evidences for the far-reaching use of *P. ginseng*.

[Key words] *Panax ginseng*; liposoluble component; GC-MS

林下参 *Panax ginseng* C. A. Meyer cv. *silvatica*, 习称育山参、籽海、籽货、籽上山、海货, 是人为地把栽培参的种子撒播到自然的环境里, 任其自然生长, 不移栽、不搭棚、不施肥、不打药、不锄草、不动土, 14 年后才上山收取的半野生山参, 生长若干年的林下参的质量安全可以和野山参相媲美^[1]。2005 年版《中国药典》增补本中, 已正式将林下参定为林下山参^[2]。人工发展林下参, 保护生态平衡, 还药用人参的本来面目, 是参业发展的必然趋势^[3]。目前关于

参类的研究主要集中在园参、西洋参和高丽参上, 关于林下参的研究很少。钟方丽^[4-5]对林下参的化学成分进行了报道, 发现了 10 余种皂苷成分。为了更好地开发利用林下参资源, 本文采用乙醇回流提取林下参, 将提取物进行硅胶柱色谱, 得到挥发性成分, 利用气相色谱质谱联用技术, 分析林下参中挥发性成分^[6]的化学组成。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 美国 Finnigan 公司 TRACE MS 气相色谱-质谱联用仪。柱色谱用硅胶(200 ~ 300 目)、硅胶 G 均为青岛海洋化工厂生产; 试剂均为分析纯, 北京化工厂生产。

1.2 样品来源及处理 林下参购自吉林省集安市四正药材基地, 14 年生, 经吉林农业大学中药材学院杨利民教授鉴定。取林下参 500 g, 将其粉碎, 用 85% 乙醇加热回流提取 3 次, 合并提取液, 减压浓缩至无醇味, 用石油醚萃取, 至石油醚层无色, 合并萃

[收稿日期] 20100512(002)

[基金项目] “十一·五”国家科技支撑计划项目 (2007BAI38B04)

[第一作者] 李海军, 博士, 主要从事天然药物化学成分及其生物活性的研究, E-mail: navyli407@163.com

[通讯作者] *李平亚, 教授, 博导, 主要从事天然药物化学成分及其生物活性研究, Tel: 0431-85619803, E-mail: lipy@jlu.edu.cn

取液,回收溶剂。上于硅胶柱,石油醚-乙酸乙酯(15:1)洗脱,回收溶剂后得油状物 4.5 mL,进行 GC-MS 分析。

1.3 分析条件 GC-MS 条件:色谱柱为 HP-5 (0.25 $\mu\text{m} \times 0.25 \text{ mm} \times 30 \text{ m}$) 石英毛细管色谱柱;进样口温度为 250 $^{\circ}\text{C}$;程序升温:80 $^{\circ}\text{C}$ 开始保持 1 min,继以 20 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ 升温至 280 $^{\circ}\text{C}$,维持 15 min 止;载气为高纯氮气,流量为 1 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$;分流比为 25:1;进样量为 0.2 μm ;溶剂延迟 3 min;气化室温度为 280 $^{\circ}\text{C}$ 。EI 电离源,70 eV;离子源温度为 200 $^{\circ}\text{C}$;扫描质量范围 m/z 33 ~ 640,全扫描方式。

2 结果与结论

从气相色谱图中共检测出 40 个峰,相应质谱通过 Xcalibur 工作站 NIST 标准质谱图库进行检索,确定了其中的 18 种成分,并按峰面积归一化法计算各个化合物在油状物中的质量分数,结果见表 1。

林下参油状物中所鉴定出的 18 种成分中,有 8 种烷烃、7 种酯类和 3 种其他脂溶性成分,占总量的 89.5%,与园参^[7]比较,其主要成分邻苯二甲酸正丁醇酯(16.8%)、正十六酸乙酯(10.4%)、邻苯二甲酸叔丁醇酯(10.3%)等在园参中尚未发现,属于林下参中特征性成分。通过对文献的检索没有发现有林下参挥发性成分的研究报道,本研究为评价和应用林下参提供了科学依据。

表 1 林下参中挥发性成分及其相对含量

No.	t/min	英文名称	化学名称	质量分数/%
1	6.26	1-propanone,1-cyclohexyl-	1-环己基-1-丙酮	1.14
2	6.73	t-butylethyl malonate	叔丁基丙二酸乙酯	1.26
3	7.05	tridecane	正十三烷	1.83
4	7.19	propane,1,1',1''-[methylidynetris(oxy)]tris(2-methyl-)	2-甲基-1,1',1''-[次甲基三(氧代)]-1-丙烷	4.41
5	7.31	2-methoxydecanoic acid	2-甲氧基-癸酸	0.93
6	7.40	butane,1,1',1''-[methylidynetris(oxy)]tris-	1,1',1''-[次甲基三(氧代)]-丁烷	5.13
7	7.81	naphthalene,2,3,4,4a,5,6-hexahydro-1,4a-dimethyl-7-(1-methylethyl)-	2,3,4,4a,5,6-二氢-1,4a-二甲基-7-(1-甲基乙基)-萘	3.2
8	8.00	propanedioic acid, dibutyl ester	丙二酸二丁酯	7.45
9	8.38	pentadecane	正十五烷	1.53
10	8.50	pentacosane	二十五烷	2.63
11	8.67	benzeneacetic acid,4-ethenyl-,ethyl ester	4-乙烯基-苯乙酸乙酯	6.94
12	8.99	dodecane,2-methyl-6-propyl-	2-甲基-6-丙基-十二烷	3.76
13	9.57	heptadecane	正十七烷	4.48
14	10.11	octadecane	正十八烷	4.78
15	10.57	1,2-benzenedicarboxylic acid,bis(2-methylpropyl) ester	邻苯二甲酸叔丁醇酯	10.25
16	10.78	hexadecanoic acid,methyl ester	正十六酸甲酯	2.63
17	11.05	dibutyl phthalate	邻苯二甲酸正丁醇酯	16.77
18	11.11	hexadecanoic acid,ethyl ester	正十六酸乙酯	10.38

[参考文献]

[1] 孙三省,张继,刘宝玲,等.论野山参和移山参的性状特征、变异与鉴别[J].人参研究,1999,11(3):17.

[2] 中国药典.一部[S].2005:增补本:7.

[3] 冷蕾,赵岩,钟方丽,等.林下参种子油化学成分 GC-MS 分析[J].特产研究,2007,2:64.

[4] 钟方丽,刘金平,卢丹,等.林下参化学成分的研究[J].中成药,2008,30(2):241.

[5] 钟方丽,刘金平,卢丹,等.林下参化学成分的研究[J].中草药,2009,40(6):869.

[6] 李海军,李靖,李平亚,等.蜜炼鲜西洋参补液脂溶性成分的 GC-MS 分析[J].特产研究,2008,29(1):53.

[7] 杨艳辉,杨兴斌,王燕,等.人参脂肪酸和挥发油成分的 GC-MS 分析[J].陕西师范大学学报,2007,35(1):77.

[责任编辑 邹晓翠]