

# 荆芥穗挥发油化学成分的研究

东北师范大学(长春 130024)  
吉林省左家特产学校

杨智蕴 闫吉昌 张殊佳  
于连贵

荆芥 *Schizonepeta tenuifolia* (Benth.) Briq. 为唇形科一年生草本植物,其全草和穗加工后为中国药典记载的传统中药,用于感冒、头痛、麻疹不透等<sup>[1]</sup>。荆芥穗香气烈,祛风发汗作用较全草强烈。我国学者刘国声曾研究过河北省产的荆芥油,测出其挥发油含量为 4.1%,并测定了物理常数<sup>[2]</sup>。尚未见到关于荆芥穗挥发油全分析的报道。我们对吉林省荆芥穗挥发油进行了提取、化学成分分析及主成分单体分离的研究。

## 1 提取及含量测定

将干荆芥穗置于圆底烧瓶中,加 10 倍水进行水蒸汽蒸馏,接收采取二次冷凝系统,经无水硫酸钠干燥后得一淡黄色油状液体,带有荆芥特殊的香气。出油率为 1.1%(V/W), $n_D^{20}$ : 1.4724,  $d_4^{20}$ : 0.9231,  $[\alpha]_D^{20}$ : -7.76°(95%乙醇)。

## 2 主成分单体分离

2.1 精密分馏:将挥发油于氮气保护下进行减压精密分馏(压力为 80Pa,柱理论塔板数为 25),接收三个馏分:a)38~60°C, b)60~70°C, c)70~81°C。

## 2.2 制备旋转薄层分离

2.2.1 薄荷酮的分离:薄层板为 GF<sub>254</sub>板,厚 2mm,上样为 0.7ml 馏分①(38~60°C),洗脱液为石油醚(60~90°C)-乙酸乙酯(11:1)。在紫外灯下监测分离情况,发现一条较宽的暗带,根据暗带移动情况,分 5 次接收洗脱液,将各份洗脱液浓缩后用气相色谱检测,发现第 2 份接收液为单峰。测其红外谱图,与薄荷酮标准谱图<sup>[3]</sup>一致,确定为薄荷酮  $n_D^{20}$ : 1.4490。

2.2.2 胡薄荷酮的分离:将馏份③(70~81°C) 0.6ml 按上述色谱条件进行制备旋转薄层分离,在紫外灯下监测分离情况,按暗带移动情况分 7 份接收,分别浓缩后用气相色谱检测,发现第 5,6 份为单峰,测其红外光谱,与胡薄荷酮的标准红外谱一致<sup>[3]</sup>, $n_D^{20}$ : 1.4862。

## 3 GC-MS-DS 联用机定性定量分析

荆芥穗挥发油成分较多,且各组份含量差异很大,含量低的组份不易分离和定性,经过 GC 和 MS 最佳测定条件的选择,分别采用条件 A, B 测定。条件 A:GC:HP-1 石英毛细管柱(12m×0.2mm×0.33μm);

表 荆芥穗挥发油化学成分及其含量

峰号	化合物名称	含量(%)	鉴定方法	峰号	化合物名称	含量(%)	鉴定方法
1	2-甲基丁醛	0.081	MS	16	反式-石竹烯	0.609	MS
2	3-甲基环戊酮	0.081	MS	17	β-葑烯茄烯	0.049	MS
3	3-甲基环己酮	0.390	MS	18	乙酸愈创醇酯	0.044	MS
4	辛烯(7)醇(4)	0.901	MS	19	β-蛇床烯	0.099	MS
5	β-月桂烯	1.825	MS	20	γ-葑烯茄烯	0.274	MS
6	1-柠檬烯	5.830	MS	21	大牻牛儿烯 B	0.081	MS
7	薄荷酮	35.788	MS,IR	22	β-葑烯茄烯	0.137	MS
8	α-异薄荷酮	1.209	MS	23	未定		
9	胡薄荷酮	41.865	MS,IR	24	广藿香烯	0.142	MS
10	未定	0.319		25	反式金合欢醇	0.212	MS
11	乙酸松醇酯	0.163	MS	26	廿三烷	0.086	MS
12	1-萜烯醇	0.123	MS	27	5,9-二甲基癸酮(2)	0.169	MS
13	3-甲基,6-异丙基-环己烯(2)酮	1.101	MS	28	未定	0.046	
14	α-葑草烯	0.046	MS	29	十三烷酸	0.144	MS
15	β-波旁烯	0.361	MS	30	庚炔酸 1,7,7-三甲基二环[2,2,1]庚醇(2)酯	0.040	MS

进样口温度:240℃;载气:He;分流比:20:1;程序

升温:

60℃  $\xrightarrow{4^\circ\text{C}/\text{min}}$  80℃  $\xrightarrow{6^\circ\text{C}/\text{min}}$  110℃  $\xrightarrow{10^\circ\text{C}/\text{min}}$  160℃  $\xrightarrow{40^\circ\text{C}/\text{min}}$  280℃

MS:EI 源:70eV;加速电压 220V;扫描范围 33~260amu;进样量 0.5 $\mu\text{l}$ 。条件 B:GC:分流比:20:1;加速电压:2600V,进样量 1 $\mu\text{l}$ ,其它条件同条件 A。

经 WILEY 质谱库检索,并与标准质谱<sup>[4]</sup>相对照,鉴定出 27 种化合物,其定性定量分析结果见表。

#### 4 结果与讨论

4.1 提取挥发油采用二次冷凝系统,低沸点成分没有损失,故所得挥发油接近天然荆芥穗香气,质量好。

4.2 荆芥穗挥发油的主成份是薄荷酮和胡薄荷酮,共占总油的 77%。

4.3 由于采用不同的 GC-MS 测定条件,使挥发油

高含量的组分及低含量的组分均得到较好地分离,使分析结果准确。

#### 参考文献

- 1 中华人民共和国药典(一部). 1990. 207
- 2 刘国声,等. 中国医学科学院 1956 年论文报告会论文摘要. 1956. 20
- 3 Sadtler Standard IR Grating Spectra. 1969, 15516K; 1976, 48357P
- 4 Heller S R, et al. EPA/NIH Mass Spectral Date Base. Washigton; US Government priting office, 1978

(1995-02-11 收稿)

## 俯卧前胡的聚炔醇化合物 $\Delta$

云南中医学院中药系(昆明 650011)

饶高雄 刘启新\* 孙汉董\*\*

俯卧前胡 *Peucedanum decumbens* Maxim. 为伞形科植物,其根是云南常用于跌打损伤的草药,我们曾经报道过其中的香豆素化合物<sup>[1]</sup>,现报道又从中得到的聚炔醇化合物。

#### 1 提取和分离

样品处理见前报<sup>[1]</sup>,从脂溶性部分经硅胶柱层析,以环己烷-乙酸乙酯溶剂体系梯度洗脱,得到 2 个液体成分,分别鉴定为聚炔醇类化合物 falcarindiol (I), 17-acetoxyfalcarindiol (II), 均为首次从该植物中得到。

#### 2 鉴定

I: 浅黄色油状液体, IR  $\nu_{\text{max}}$   $\text{cm}^{-1}$ : 3400(OH), 2230, 2140(C=C), 1600, 870(C=C), MS  $m/z$ : 260  $[\text{M}^+]$  和 falcarindiol 标准品<sup>[2]</sup>对照, TLC 的  $R_f$ , IR, MS, NMR 一致。

II: 浅黄色油状液体, IR  $\nu_{\text{max}}$   $\text{cm}^{-1}$ : 3400(OH), 2240, 2140(C=C), 1600, 870(C=C), MS  $m/z$  (%):

318 $[\text{M}^+]$ (4), 259(10), 171, 157, 129, 55, 43(100). <sup>1</sup>HNMR ( $\text{C}_3\text{D}_5\text{N}$ )  $\delta$ ppm: 5. 62(1H, dd, J=16. 4, 1. 1Hz,  $\text{C}_1\text{-Ha}$ ), 5. 21(1H, dd, J=10. 0, 1. 1Hz,  $\text{C}_1\text{-Hb}$ ), 6. 20(1H, ddd, J=16. 4, 10. 0, 5. 2Hz,  $\text{C}_2\text{-H}$ ), 5. 32(1H, br. d, J=5. 2Hz,  $\text{C}_3\text{-H}$ ), 2. 36(约 2H, br. s, 重水交换后消失,  $\text{C}_3\text{-OH}$  及  $\text{C}_8\text{-OH}$ ), 5. 66(1H, br. d, J=9. 0Hz,  $\text{C}_6\text{-H}$ ), 5. 91(1H, dd, J=10. 6, 9. 0Hz,  $\text{C}_9\text{-H}$ ), 5. 57(1H, dt, J=10. 6, 8. 0Hz,  $\text{C}_{10}\text{-H}$ ), 2. 16(2H, br. q, J=8. 0Hz,  $\text{C}_{11}\text{-H}$ ), 1. 30~1. 16(8H, m,  $\text{C}_{12\sim 15}\text{-H}$ ), 1. 56(2H, q, J=6. 8Hz,  $\text{C}_{16}\text{-H}$ ), 4. 10(2H, t, J=6. 8Hz,  $\text{C}_{17}\text{-H}$ ), 2. 03(3H, s,  $\text{OAc-CH}_3$ ); <sup>13</sup>CNMR  $\delta$ ppm: 115. 6(t,  $\text{C}_1$ ), 132. 5(d,  $\text{C}_2$ ), 62. 9(d,  $\text{C}_3$ ), 82. 3(s,  $\text{C}_4$ ), 69. 7(s,  $\text{C}_5$ ), 68. 3(s,  $\text{C}_6$ ), 80. 9(s,  $\text{C}_7$ ), 58. 6(d,  $\text{C}_8$ ), 130. 4(d,  $\text{C}_9$ ), 139. 4(d,  $\text{C}_{10}$ ), 29. 5, 29. 4, 29. 3, 28. 9, 27. 8, 26. 1(t,  $\text{C}_{11\sim 16}$ ), 64. 5(t,  $\text{C}_{17}$ ), 171. 0(s,  $\text{OAc-C=O}$ ), 20. 8(q,  $\text{OAc-CH}_3$ ), 其光谱数据和 fal-

(下转 446 页)

\* 江苏植物研究所 \*\*中国科学院昆明植物研究所  
 $\Delta$  中国科学院昆明植物研究所植物化学开放实验室基金课题