

柠檬挥发油成分的气相色谱 - 质谱分析

王 健¹, 孙 瑜², 陈双璐¹, 林 宏¹

1. 天津市儿童医院, 天津 300074

2. 天津中医药大学, 天津 300193

摘 要: **目的** 对柠檬挥发油成分进行分析。**方法** 采用水蒸气蒸馏提取柠檬挥发油成分, 气相色谱 - 质谱联用技术分离, 面积归一化法分析。**结果** 共分离出 100 余种成分, 鉴别出其中 40 种成分, 其量占挥发油总量的 93.954%。**结论** 柠檬挥发油中主要成分为柠檬烯、 β -蒎烯等。

关键词: 柠檬; 挥发油; 水蒸气蒸馏; 气相色谱 - 质谱联用

中图分类号: R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1674-5515(2013)06-0830-02

DOI: 10.7501/j.issn.1674-5515.2013.06.004

Analysis on chemical constituents in volatile oil from *Citrus limon* by GC-MS

WANG Jian¹, SUN Yu², CHEN Shuang-lu¹, LIN Hong¹

1. Tianjin Children's Hospital, Tianjin 300074, China

2. Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 300193, China

Abstract: **Objective** To analyze the chemical constituents in the volatile oil from *Citrus limon*. **Methods** Steam distillation was coupled with gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) for the separation of volatile oil from *C. limon*. The volatile oil compounds were quantified by the accuracy of area percent. **Results** One hundred components were separated, and 40 of them were identified, accounting to about 93.954% of the total volatile oil components. **Conclusion** The main components are limonene and β -pinene in the volatile oil from *C. limon*.

Key words: *Citrus limon* (L.) Burm. F.; volatile oil; steam distillation; gas chromatography-mass spectrometry

柠檬 *Citrus limon* (L.) Burm. F. 为芸香科柑橘属植物, 内含柠檬苷、有机酸、矿物质、挥发性芳香油等物质^[1]。具有清热解暑、开胃健脾、化痰止咳、减肥解酒、滋润养颜、去腥去腻去污等功效, 常食用柠檬对高血压、心脏病、心血管硬化、口腔溃疡、目赤充血、坏血病、结石、少儿及老年缺钙等多种疾病具有一定的预防和辅助治疗作用^[2]。对于柠檬皮中挥发油的成分分析的报道较少, 本实验采用水蒸气蒸馏法提取挥发油, 气相色谱 - 质谱 (GC-MS) 联用技术分析了柠檬挥发油成分, 鉴定了 40 种成分, 为柠檬挥发油在医药应用方面提供参考。

1 仪器和材料

1.1 仪器

Varian 450 气相色谱仪 - Varian 320 四级杆质谱仪 (美国 Varian 公司); BP110S 型万分之一电子天

平 (德国塞多利斯股份公司)。

1.2 材料

干燥柠檬产于四川安岳, 经天津市儿童医院陈双璐主任医师鉴定。切片, 干燥, 去掉内侧干燥的果肉, 将皮粉碎成粒径 2~4 mm 的颗粒, 备用。

2 方法和结果

2.1 挥发油提取方法^[3]

取 100 g 柠檬颗粒, 置圆底烧瓶中, 加入 8 倍量的水及玻璃珠 6 粒, 浸泡 0.5 h 后, 加热回流, 采用水蒸气蒸馏法提取挥发油, 收集蒸馏出的挥发油 1.5 mL。取收集的挥发油涡旋混匀后, 加入适量环己烷, 涡旋混匀进样。

2.2 色谱质谱条件

2.2.1 色谱条件 VF-1701MS 毛细管柱 (30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μ m); 进样口温度为 280 $^{\circ}$ C; 载气为

收稿日期: 2013-08-27

作者简介: 王 健, 男, 硕士, 药学专业, 主要从事药物分析研究。Tel: 13512022255 E-mail: kingdom_80@sina.com

高纯氦气; 体积流量为 1.0 mL/min; 进样量为 1 μ L; 分流比为 20 : 1; 程序升温为 50~290 $^{\circ}$ C, 4 $^{\circ}$ C/min。

2.2.2 质谱条件 离子源为 EI; 电离能量为 70 eV; 离子源温度为 250 $^{\circ}$ C; 传输线温度为 250 $^{\circ}$ C; 扫描范围 m/z 为 30~500; 谱图检索为 NIST2008 谱库。

2.3 GC-MS 检测

按上述条件, 测得柠檬挥发油成分, 成分分析是在扣除溶剂峰后, 根据检索 NIST2008 谱库, 按峰面积归一化法进行定量, 求得各组分的质量分数。分析结果见 1。

表 1 柠檬挥发油的化学成分结果

Table1 Chemical compositions in volatile oil from *Citrus limon*

序号	保留时间/min	化合物	质量分数/%	序号	保留时间/min	化合物	质量分数/%
1	5.473	侧柏烯	0.222	21	16.499	壬醇	0.154
2	5.905	α -蒎烯	1.372	22	17.144	橙花醛	0.053
3	6.520	茨烯	0.059	23	17.232	4-乙基愈创木酚	0.968
4	7.365	β -蒎烯	17.075	24	18.455	α -蒎品醇	0.842
5	7.838	香叶烯	0.917	25	18.560	茴香脑	0.182
6	8.303	α -水芹烯	0.228	26	19.005	樟脑烷	0.037
7	8.971	<i>d</i> -柠檬烯	48.482	27	19.011	β -榄香烯	0.042
8	9.268	β -水芹烯	0.305	28	19.430	甲基丁香酚	0.546
9	9.622	桉叶脑	0.324	29	19.810	丁子香酚	0.002
10	9.812	3-萜烯	0.071	30	20.510	癸酸	0.546
11	9.990	4-萜烯	8.455	31	21.648	乙酸香叶酯	0.661
12	10.201	辛烯醇	0.055	32	22.126	反式石竹烯	0.059
13	10.822	γ -松油烯	0.348	33	22.198	石竹烯	0.140
14	12.916	异松油烯	0.121	34	22.303	大根香叶醇	0.843
15	13.642	1-芳樟醇	0.396	35	24.369	δ -杜松烯	0.097
16	14.532	β -松油醇	0.306	36	24.696	榄香素	0.004
17	15.407	蒎烯醇	0.452	37	24.807	α -雪松醇	0.314
18	15.832	顺-香芹醇	1.231	38	41.906	棕榈酸甲酯	0.070
19	15.956	反-香芹醇	0.422	39	51.906	葡萄内酯	6.851
20	16.068	香叶醇	0.543	40	57.606	透明质酸	0.159

本实验从柠檬挥发油 GC-MS 总离子流色谱图中, 共检测出 100 余个色谱峰, 鉴定了其中的 40 个色谱峰, 其含量占挥发油总量的 93.954%。从表 1 可以看出, 柠檬挥发油主要成分是烯、醇、酸、醛和酯类化合物。其中以烯类化合物为主, 占总质量分数的 78.849%, 主要有 *d*-柠檬烯、 β -蒎烯等。

3 讨论

本实验检测出柠檬挥发油主要成分为柠檬烯, 其质量分数为 48.48%, 参考相关文献^[4], 发现主要成分一致, 但质量分数略低, 考虑与柠檬产地品种及采摘季节有关, 还有待进一步研究。实验中还发现柠檬挥发油中除柠檬烯外还有很多可利用的成

分, 如橙花醛是很重要的香料, 因此本实验可为柠檬挥发油进一步开发利用提供科学依据。

参考文献

- [1] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志 [M]. 第 43 卷. 第 2 分册. 北京: 科学出版社, 1997: 193.
- [2] 陈源, 余亚白, 王琦, 等. 柠檬的开发利用和发展前景 [A]. // 2008 年福建省科协第八届学术年会农业分会论文集 [C]. 福州: 福建省农学会, 2008.
- [3] 钱宇坤, 陈双璐, 张因. 正交法优选柠檬皮挥发油提取工艺 [J]. 天津药学, 2010, 22(2): 25-53.
- [4] 赵文红, 黄桂颖, 陈悦娇, 等. 柠檬果皮精油挥发性成分的 GC-MS 研究 [J]. 食品工业科技, 2009, 30(12): 113-115.