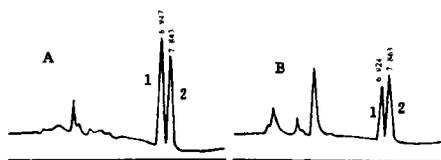


述色谱条件测定,用外标法计算出样品中熊果酸和齐墩果酸的含量,结果见图1及表1。



A-对照品
1-齐墩果酸
B-样品
2-熊果酸

图1 对照品及样品的 HPLC 图谱

表1 车前草中熊果酸、齐墩果酸的含量

	熊果酸含量(%)	RSD(%)	齐墩果酸含量(%)	RSD(%)
车前	0.284	1.08	0.227	2.84
平车前	0.276	1.63	0.204	1.92

4 讨论

4.1 由于熊果酸和齐墩果酸均属三萜酸,且结构极为相似,两者极性几乎无差别,因此在薄层板上很难将两种成分分离开,从而无法

建立薄层扫描法对其进行测定。而这两种成分在天然植物中似乎又是共生共存的,因此建立 HPLC 法对其进行含量测定就显得尤为重要。但由于波长在 220 nm 处,溶剂甲醇也有强吸收,故测定前必须消除背景。

4.2 从表1可以看出车前草中熊果酸的含量高于齐墩果酸。

4.3 本法简便易行、准确灵敏,适应范围广,可用于检验、评价车前草及其产品质量及生产工艺控制。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典·一部·北京:人民卫生出版社,1985:50
- 2 江苏新医学院编:中药大辞典·上册·上海:上海人民出版社,1977:401
- 3 国家医药管理局中草药情报中心站编·植物药有效成分手册·北京:人民出版社,1986(3):968
- 4 成都中医学院·中药学·上海:上海科学技术出版社,1978:199
- 5 贾丹兵,等·中草药,1990,21(1):24

(1998-11-30 收稿)

气相色谱-质谱联用分析广藿香挥发油成分含量

山东大学实验中心(济南 250100)

山东大学化学学院

刘廷礼* 邱琴 崔兆杰

赵怡 赵伟亮

摘要 采用水蒸气蒸馏法从广藿香中提取挥发油。采用不同类型的毛细管柱进行分析,找出最佳分析条件,用归一化法测定其百分含量,并用气相色谱-质谱法对化学成分进行鉴定。共鉴定了23个成分,占挥发油总组分的82%以上。

关键词 广藿香 挥发油 气相色谱-质谱 毛细管气相色谱

广藿香为唇形科植物广藿香 *Pogostemon cablin* (Blanco) Benth. 的干燥地上部分,系多年生草本,均为栽培,主产于广东^[1]。广藿香具有芳香化浊,开胃止呕,发表解暑之功效^[2]。

笔者采用广东所产广藿香的干燥地上部分,以水蒸气蒸馏法蒸出挥发油,进行毛细管气相色谱分析,共分离出28个峰,以归一化法计算了各个峰的相对含量,用气相色谱-质谱法从中共鉴定了23个成分,占挥发油总组

分的82%以上。

1 挥发油的提取

将广藿香(由山东省药品采购供应站提供)粉碎后,用挥发油提取器按常规水蒸气蒸馏法提取挥发油,经无水硫酸钠干燥后得挥发油。收油率为0.6%,挥发油为淡黄色透明油状物,具有特殊浓郁香味。

2 实验方法与条件

2.1 实验仪器:GC-9A型气相色谱仪(日本岛津);C-R2A型数据处理系统(日本岛津);

* Address: Liu Tingli, Experimental Center of Shandong University, Jinan

HP-GC-5890-5970BMSD 型色谱-质谱联用仪(美国惠普)。

2.2 气相色谱测试条件:色谱柱:SE-54(25 m×0.25 mm)弹性石英毛细管柱;程序升温:80℃(10 min),4℃/min 到 230℃(10 min);载气 N₂,流速为 1.2 mL/min;分流比为 50:1;气化室及检测器温度均为 250℃;进样量 0.2 μL。

2.3 气相色谱-质谱测试条件:色谱柱:SE-54(25 m×0.25 mm)弹性石英毛柱;程序升温:80℃(10 min),4℃/min 到 230℃(10 min);载气 N₂,流速为 1.2 mL/min;分流比为 50:1;进口温度 250℃,离子源温度 260℃;电离电压 70 eV;质量扫描范围:30~400 AMU;进样量 0.2 μL。

3 结果与讨论

3.1 在上述实验条件下,分别采用 SE-54,OV-17,DB-1 柱对广藿香挥发油进行了分离条件的选择,经对照发现 SE-54 柱分离效率较高。在此基础上,又对色谱条件进行了进一步研究,从而确定了上述分析条件。

3.2 从广藿香挥发油中共分离出 28 个峰,采用气相色谱数据处理系统,以面积归一化法测得挥发油各组分相对百分含量。

3.3 气相色谱-质谱联用随其分析检测技术的日益完善,已广泛应用于中草药有效成分的研究^[3]。按实验中的 GC-MS 条件对广藿香挥发油进行分析。对总离子流图中的各峰经质谱扫描后得到质谱图,经过质谱计算机数据系统检索,人工谱图解析,按各色谱峰的质谱裂片图与文献核对,查对有关质谱资料^[4~7],对基峰、质荷比和相对丰度等方面进行直观比较,同时还对一些主要组分采用标准物质对照,分别对各色谱峰加以确认,综合各项分析鉴定,从而确定出广藿香挥发油中的化学成分,结果列于表 1 中。

由表 1 可知,已鉴定的化合物组分占总馏出组分的 82%以上,占色谱总馏出峰面积的 88.8%。广藿香具有芳香油的性质^[8,9],其主要成分为大香叶酮、γ-雪松烯、γ-绿叶烯、

表 1 广藿香挥发油 GC-MS 分析结果

序号 No	化合物名称	分子量	相对含量 (%)
1	α-蒎烯	136	0.06
2	β-蒎烯	136	0.05
3	6-甲基-3,5-庚二烯-2-酮	126	0.03
4	雪松醇	222	0.03
5	马鞭草烯酮	150	0.03
6	大香叶烯 C	204	0.03
7	未鉴定		0.08
8	β-绿叶烯	204	0.98
9	顺-α-檀香醇	220	0.78
10	反-3-罗汉柏酮	220	0.25
11	β-榄香烯	204	0.44
12	γ-雪松烯	204	2.14
13	γ-绿叶烯	204	2.92
14	α-绿叶烯	204	2.27
15	α-布黎烯	204	6.36
16	5-柏木酮	220	3.34
17	匙叶桉油烯酮	220	3.54
18	未鉴定		3.60
19	大香叶酮	218	61.25
20	丁基化羟基甲苯	220	1.64
21	未鉴定		6.00
22	顺-β-檀香醇	220	0.99
23	α-古芸烯	204	0.55
24	梓木内酯	258	0.81
25	未鉴定		0.17
26	顺-γ-杜松烯	204	0.15
27	4-α-醇-β-古芭烯	218	0.13
28	未鉴定		1.40

α-绿叶烯、α-布黎烯、5-柏木酮、匙叶桉油烯酮等,约占总相对含量的 82%。广藿香挥发油中还含有多种萜烯类及萜醇类化合物,含量在 1%~0.1%之间的还有:β-绿叶烯,顺-α-檀香醇,β-榄香烯,α-古芸烯,顺-γ-杜松烯,4-α-醇-β-古芭烯等 9 种化合物。此外还含有少量的酮,醇,酯类化合物。

参考文献

- 1 中华人民共和国卫生部药政管理局. 中药材手册. 北京:人民卫生出版社,1989,9:402
- 2 中华人民共和国药典. 1990 年版一部. 北京:人民卫生出版社,化学工业出版社,1990:10,32
- 3 王威,等. 中草药,1998,29(6):420
- 4 Heller S R, et al. GWA. EPA/NIH Mass Spectral Data Base. Washington: US Government Printing Office, 1978
- 5 丛浦珠. 质谱学在天然有机化学中的应用. 北京:科学出版社,1987
- 6 中国质谱学会有机专业委员会. 香料质谱图集. 1992
- 7 Masada Y. Analysis of Essential oils by Gas Chromatography and Mass Spectrometry. New York: John wile and sons. Inc. 1976
- 8 黄有识. 芳香油化学. 上海:上海科学技术出版社,1959:26
- 9 朱亮峰,等. 芳香植物及其化学成分. 海口:海南人民出版社,1988:45

(1999-05-19 收稿)