

## 佛手挥发性成分的 GC-MS分析

金晓玲,徐丽珊\*

(浙江师范大学 生物系,浙江 金华 321004)

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2001)04-0304-02

佛手又称佛手柑,为芸香科(Rutaceae)柑桔属植物佛手 *Citrus medica* L. var. *sarcodactylis* (Noot.) Swingle的果实。成熟佛手其味辛、苦、性温,具有舒肝和胃,行气止痛,祛湿化痰等功效<sup>[1][2]</sup>。在国内,佛手的品种有广佛手、川佛手和金佛手。关于广佛手挥发油的成分已有报道<sup>[3]</sup>。在国外佛手油作为一种天然香料常应用于化妆品和食品中。本文运用 GC-MS技术,分析金华佛手挥发油(1#)和德国产佛手挥发油(2#)的主要成分。比较两者在主成分上的差异。现将分析结果报道如下。

## 1 材料及仪器

1.1 材料:佛手挥发油 1# :由金佛手开发公司提供佛手果经水蒸气蒸馏得;佛手挥发油 2# 购自上海试剂商店(产自德国)。

1.2 仪器:美国 Finnigan Voyager气相色谱质谱联用仪。

## 2 方法与结果

2.1 测试条件:GC条件:DB-S石英毛细管色谱柱 30 m× 0.25 mm× 0.25 μm;载气及流量:He(1 mL/min);柱温:50℃~250℃(保持 10 min);升温速度 5℃/min,保持 3 min;汽化温度:280℃;分流比:20:1 进样量:0.1 μL

MS条件:EI电离源,电离能量 70 eV;离子源温度 200℃;倍增器电压 400 V;传输线温度 250℃;质量范围 41~450;分辨率 1 250;扫描时间 0.5 s

2.2 结果:从挥发油 1# 中分离出 67种成分,鉴定出 29种,从挥发油 2# 中分离出 84种成分鉴定出 31种。结果见表 1

## 3 讨论

从 2种佛手的挥发油 GC-MS分析可知,佛手挥发油成分以萜类化合物为主。两者的挥发油成分有以下特点:第一,有 14个组分是共同含有的,其中柠檬烯为主成分之一;第二,金华佛手挥发油和德国

表 1 2种佛手挥发油的 GC-MS分析结果

编号	化合物名称	含量(%)	
		1#	2#
1	2-甲基-5-(1-甲基)-二环己烯	1.36	-
2	α-蒎烯	4.35	0.45
3	β-非兰烯	0.28	0.14
4	β-蒎烯	3.33	1.47
5	β-香叶烯	1.48	0.66
6	1-甲基-(1-甲基)-苯	30.81	0.55
7	柠檬酸	48.42	15.34
8	1-甲基-4-(1-甲基)-1,4-环己二烯	-	1.29
9	(+)-2-萜烯	-	0.72
10	3-羟基-3,7-二甲基-1,6-辛二酯	-	10.49
11	苯乙醇	0.26	4.66
12	2,8-反孟二烯醇	0.25	0.36
13	9-甲基二环(3,3,1)壬烯醇	0.45	-
14	顺-β-松油醇	-	1.79
15	六氢化萘酮	0.32	-
16	甲酸-2-苯乙酯	-	0.38
17	4-甲基-(1-甲基)-(R)-3-环己烯醇	0.25	0.51
18	α,α,4-三甲基-苯甲醇	0.28	-
19	丙酸里哪酯	0.12	6.39
20	1,5-二甲基-亚甲基螺(2,4)庚烷	0.30	-
21	β-松油醇	-	0.39
22	γ-松油醇	0.90	3.78
23	2-甲基-5-(1-甲基乙烯基)-(反)-环己烯醇	0.43	-
24	2,6-辛二烯醛,3,7-二甲基	-	2.08
25	2-环己烯醇-1-酮,2-甲基-5-(1-甲基乙烯基)	1.27	-
26	丁酸里哪酯	-	15.16
27	5-甲基-2-(1-甲基乙烯基)-环己醇乙酸酯	-	4.29
28	1,6-辛二烯,3,7-二甲基-2-氨基苯甲酸酯	0.41	-
29	4-甲基-(1-甲基)-3-环己烯-1-乙酸酯	-	0.27
30	6-甲基-2-酮-7-辛烯	0.37	-
31	(1,α-5 E-7)-十二碳三烯	0.38	-
32	1-羟基柠檬醇	0.20	-
33	环己醇,5-甲基-2-(1-甲基乙烯基)-乙酸酯	-	1.70
34	1-羟基沉香醇	1.45	-
35	三甲基苯甲醇	0.19	-
36	3-环己醇-1-甲基-α,α,4-三甲基-乙酸酯	-	25.03
37	2-甲基十一烷酮	0.39	0.47
38	2,6,10-三甲基-2,6,9,11-四烯十二醛	-	0.28
39	2,6-辛二烯-1-醇,3,7-二甲基-乙酸酯	-	0.28
40	9-甲基,9-羟基-二环壬烯	0.23	-
41	苯甲酸,2-甲氧基甲酯	-	0.38
42	柯巴烯	-	1.44
43	罗汉柏烯	0.37	1.45
44	1-甲基-4-(5-甲基-1-亚甲基-4-己烯基)-环己烯	0.48	0.18
45	石竹烯氧化物	0.36	-
46	柠檬酸乙酯	-	0.23
47	1-(1,1-二甲基乙基)-2-甲氧基,4-甲基苯法,5-二硝基苯	-	0.30

\* 收稿日期: 2000-03-03

基金项目:浙江省分析测试基金资助项目

作者简介:金晓玲,女,1963年7月生,学士,副教授,浙江师范大学生物系工作,主要从事药物分析及药理研究。主持浙江省分析测试基金、浙江省教委及金华市科委科研项目多项,发表研究论文十多篇。

佛手挥发油的主要成分有较大的不同,前者的主要的组分是:柠檬烯和 1-甲基-(1-甲基)-苯,含量为 48.4%和 30.8%。后者的主要组分为:柠檬烯、3-羟基-3,7-二甲基-1,6-辛二酸-丁酸里哪酯和 3-环己醇-1-甲基-, $\alpha,\alpha$ ,4-三甲基-乙酸酯,含量分别为:15.34%、10.49%、15.16%、25.03%。这一结论与 1998年黄晓钰等报导佛手油的主要成分是苧烯、蒎品油烯、 $\beta$ -蒎烯、 $\beta$ -月桂烯区别。另外与陈家华等<sup>[4]</sup>报道的佛手果头香挥发油的主成分为柠檬烯和萹烯

也有区别。这说明品种、产地、气候、土壤等条件的不同,造成佛手油成分的差异。

参考文献:

- [1] 王浴生主编. 中药药理与应用 [M]. 北京:人民卫生出版社, 1981.
- [2] 江苏新医学院. 中药大辞典 [M]. 上册. 上海:上海科技出版社, 1986.
- [3] 黄晓钰,钟秀茵,苏毅,等. 佛手柑挥发油成分的提取和鉴定 [J]. 华南农业大学学报, 1998, (3): 101-106.
- [4] 陈家华,林祖铭,金声,等. 佛手果头香挥发油的化学成分研究 [J]. 北京大学学报, 1989, (2): 205-210.

## 垂盆草的化学成分研究

梁侨丽<sup>1</sup>,徐连民<sup>2</sup>,庄颖健<sup>1\*</sup>,吴铁军<sup>1\*</sup>

(1. 南京中医药大学中药学院,江苏 南京 210029; 2. 连云港康缘制药研究所,江苏 连云港 222001)

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2001)04-0305-01

中药垂盆草 *Sedum sarmentosum* Bunge 为景天科景天属多年生草本植物,我国分布广泛。它具有清热解毒,抗菌消炎作用,临床上广泛用于治疗咽喉肿痛、热淋、疔痛、水火烫伤、蛇虫咬伤及各种急慢性活动性肝炎<sup>[1]</sup>。广泛的临床应用已证明垂盆草及其制剂具有显著的抗肝炎作用。为了广泛筛选该中药中抗肝炎活性成分,为药材和制剂质量标准规范化研究奠定基础,我们对垂盆草的化学成分进行了研究,从中分得 5 个化合物,经化学反应和光谱分析鉴定为  $\delta$ -香树酯酮 ( $\delta$ -amyrone), $\beta$ -谷甾醇 ( $\beta$ -sitosterol),胡萝卜苷 (doucesterol),苜蓿苷 (tricin-7 $\beta$ -D-glucopyranoside) 以及丁香酸 (syringic acid)。

### 1 仪器和试剂

熔点用 X4 型显微熔点测定仪测定 (温度未校正); 红外用 PE983R-400 型红外测定仪测定 (KBr 压片); 氢谱和碳谱用 Bruker ACF-300 型核磁共振仪测定 (溶剂 DMSO-d<sub>6</sub> 或 (CD<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO, 内标 TMS); 质谱用 AZB-HX 型质谱仪测定; 层析用硅胶由青岛海洋工厂生产。药材购于南京市药材公司,经本校鉴定教研室王春根教授鉴定为景天科植物垂盆草全草。

### 2 提取与分离

干燥全草 5 kg,用 85% 乙醇回流提取 3 次,合并醇提液,减压浓缩成流浸膏;加适量水热溶;再静置冷却,过滤去除沉淀。水液分别用石油醚、乙酸乙

酯、正丁醇萃取,得石油醚部分 80 g,乙酸乙酯部分 57 g,正丁醇部分 130 g。取正丁醇部分进行硅胶柱层析,以氯仿-甲醇系统梯度洗脱,每 500 mL 为一分,得 4 个单体,分别为化合物 I、II、III、IV。

取乙酸乙酯部分进行硅胶柱层析,以石油醚-乙酸乙酯系统梯度洗脱,每 500 mL 为一分,得 2 个单体,分别为化合物 II 和 V。

### 3 鉴定

化合物 I: 无色柱晶 (无水乙醇), mp 202 $^{\circ}$ C~203 $^{\circ}$ C, Liberman-Burchard 反应为紫红色,提示为三萜类化合物。从质谱、计算机联用检索出的最可能结构式以及与文献报道的齐墩果烷-13(18)-烯-3-酮的 IR, MS, <sup>1</sup>H NMR 基本一致<sup>[4]</sup>。所以确知该化合物结构为齐墩果烷-13(18)-烯-3-酮 (olean-13(18)-en-3-one), 即  $\delta$ -香树酯酮 ( $\delta$ -amyrone)。

化合物 II: 白色针晶 (石油醚/乙酸乙酯), mp 138 $^{\circ}$ C~139.5 $^{\circ}$ C, IR<sub>max</sub><sup>KBr</sup> cm<sup>-1</sup>: 3 410, 2 950, 2 920, 2 860, 1 640, 1 374, 1 070, 800, 与对照品  $\beta$ -谷甾醇共 TLC, R<sub>f</sub> 值相同,且二者混合熔点不下降。

化合物 III: 白色粉末 (甲醇), mp 295 $^{\circ}$ C~297 $^{\circ}$ C, IR<sub>max</sub><sup>KBr</sup> cm<sup>-1</sup>: 3 400, 2 950, 2 920, 2 860, 1 640, 1 455, 1 435, 1 374, 1 360, 1 160, 1 065, 1 020, 800, 与对照品胡萝卜 TLC, R<sub>f</sub> 值相同,且二者混合熔点

(下转第 325 页)

\* 收稿日期: 1999-11-23

\* 分别为本校 94 级、95 级实习生