

17.6(C-6), 3-O-rha: 102.0(C-1), 70.8(C-2), 70.4(C-3), 71.7(C-4), 70.2(C-5), 18.0(C-6)。以上波谱数据及理化常数与已知化合物山奈酚-3,7-O- α -L-二鼠李糖苷的波谱数据和理化常数一致^[5,6], 因此确定化合物 X 为山奈酚-3,7-O- α -L-二鼠李糖苷。

化合物 III、IV、V、K 经理化常数、波谱数据和对照品薄层色谱对照^[7,8,9], 分别鉴定为冬凌草乙素 (ponicidin, III)、lasiodonin (IV)、冬凌草甲素 (oridonin, V) 和 enmenol-1- α -O- β -D-glucoside (K)。

References:

[1] Nusrat J, Abdul M, Pir M. New flavonoid from *Mentha longifolia* [J]. *Heterocycles*, 2001, 55(10): 1951-1955.
 [2] Li L F, Wang T, Zhang W Y, et al. Studies on the chemical constituents of *Bothriochloa ischaemum* (L.) KENG [J]. *J Shenyang Pharm Univ* (沈阳药科大学报), 2000, 17(4): 269-270.

[3] Zhang X F, Hu B L, Wang S X. The chemical constituents from *Dracocephalum tanguticum* Maxim. [J]. *Acta Bot Sin* (植物学报), 1994, 36(8): 645-648.
 [4] Yu D Q, Yang J S. *The Handbook of Analytic Chemistry* (分析化学手册) [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 1999.
 [5] Wei F, Yan W M. Studies of the chemical constituents of *Vicia amoena* Fisch. [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1997, 32(10): 765-768.
 [6] Li C, Gou Z P, Yang Y J, et al. Studies of the chemical constituents of *Cynanchum chinense* R. Br. [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1999, 24(6): 353-355.
 [7] Sun H D, Xu Y L. *Diterpenoids from Isodon Species* (香茶菜属植物二萜化合物) [M]. Beijing: Science Press, 2001.
 [8] Yin F, Liang J Y, Liu J. Studies of the chemical constituents of *Rabdosia rubescens* (Hemsl.) Hara [J]. *J Chin Pharm Univ* (中国药科大学学报), 2003, 34(4): 302-304.
 [9] Liu H M, Yan X B, Kiuchi F, et al. A new diterpene glycoside from *Rabdosia rubescens* [J]. *Chem Pharm Bull*, 2000, 48(1): 148-149.

微波法提取毛老虎叶挥发油的 GC-MS 分析

黄秀香^{1,2}, 林翠梧^{1*}, 黄克建³, 韦万兴¹, 韦滕幼¹

(1. 广西大学化学化工学院, 广西 南宁 530004; 2. 河池学院 化学与生命科学系, 广西 宜州 546300; 3. 广西公安厅, 广西 南宁 530012)

毛老虎 *Hyptis suaveolens* (L.) Poit. 别名山薄荷、假藿香, 为唇形科山香属植物。民间用于治感冒头痛、胃肠炎、痢疾、腹胀; 外用治跌打肿痛、创伤出血、痈肿疮毒、虫蛇咬伤、湿疹、皮炎等疾病。近年国外有研究表明毛老虎叶挥发油有抗菌活性, 能抗 2 种革兰阳性和 4 种革兰阴性细菌, 而且常被用作抗癌物, 用来治疗腹痛、胃痛、发烧等疾病, 对毛老虎挥发油化学成分的研究国内报道尚少。为了进一步研究其应用价值, 用微波法来提取, 微波具有穿透力强、选择性强、加热效率高等特点。微波辐射 (MWI) 可以大大加快反应速度 (最高达 1 240 倍), 反应时间以分、秒计^[1]。微波技术应用于植物细胞破壁, 有效地提高了收率^[2], 亦取得了令人可喜的进展。本实验用微波法提取毛老虎挥发油, 用 GC-MS 分析其成分。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂: 日本岛津公司生产的 GCMS-2010 气相色谱-质谱计算机联用仪 (GC-MS), 上海新仪微波化学科技有限公司生产的 MAS-1 型常压

微波辅助合成/萃取反应仪, 乙醚、无水硫酸钠 (均为分析纯)、食盐。

1.2 挥发油的微波提取: 将采集于广西南宁市郊区的毛老虎自然凉干, 然后将叶子剪碎, 称 20 g 置 500 mL 烧瓶中, 加水 200 mL, 将此烧瓶置于连续微波反应器中, 接好回流冷凝管, 反应温度为 80 °C, 反应时间为 20 min。馏出液加入食盐至饱和, 按馏出液与乙醚比为 5:1 的量用乙醚重复萃取馏出液 3 次, 用无水硫酸钠干燥, 静置 24 h, 蒸馏得到具有特殊香味的黄色透明液体, 收率为 1.5%。

1.3 气相色谱-质谱测定: 气相色谱条件: 色谱柱为石英毛细管柱 DB-5MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μ m), 柱温 70 °C, 以 8 °C/min 升温至 280 °C, 然后保持至分析完成, 载气: He 柱前压 93.9 KPa。

质谱条件: 离子源为 EI, 离子源温度: 200 °C, 电子能量: 70 eV, 倍增电压: 800 V, 接口温度: 250 °C, 扫描范围: 40~500 amu。

1.4 实验步骤

收稿日期: 2006-05-23

基金项目: 广西科技攻关项目 (桂科攻 0480005)

作者简介: 黄秀香 (1969-), 女, 广西人, 河池学院讲师, 现为广西大学化学化工学院在读硕士研究生, 主要从事天然有机化学研究。

* 通讯作者 林翠梧, 女, 博士生导师。Tel: (0771) 3275878 E-mail: lincuiwu@gxu.edu.cn

定性分析:用气相色谱-质谱计算机联用仪对挥发油进行分析鉴定。通过 NIST libraries 数据库检索,再结合有关文献进行人工谱图解析,确认毛老虎挥发油中的各个化学成分。

定量分析:按面积归一化法进行定量分析,求得各化学成分在挥发油中的相对质量分数。

2 结果

定性与定量分析结果:按前述实验步骤给出毛老虎挥发油的总离子流图。分析确认毛老虎挥发油中 22 种化学成分及在挥发油中相对质量分数列入表 1。

表 1 毛老虎挥发油化学成分分析结果

Table 1 Analysis of volatile oil from *H. suaveolens*

碳位	化合物	质量分数/%
1	2-甲基-5-(1-甲基乙基)二环[3.1.0]己-2-烯	0.71
2	1-辛烯-3-醇	3.95
3	己酸	2.01
4	(E)-3-己烯酸	18.58
5	桉树脑	38.31
6	2-己烯酸	1.53
7	3-仲丁基原甲酸酯	0.38
8	1,3,3-三甲基二环[2.2.1]庚-2-酮	0.52
9	苯乙醇	4.98
10	2-甲基-2-丙烯酸环氧乙基甲酯	0.18
11	3-甲基-3-羟基-2-丁酮	0.24
12	5-甲基-2-乙基呋喃	0.90
13	5-甲基-5-己烯-2-酮	0.63
14	2,3,3-三甲基二环[2.2.1]庚-2-醇	1.33
15	(+)- α -萜品醇	3.14
16	(Z)-乙酸-3-己烯酯	0.98
17	6-甲基-5-庚烯-2-酮	1.83
18	1,3,3-三甲基-2-氧杂二环[2.2.2]辛-6-醇	14.10
19	2,3-己二酮	1.77
20	3-甲氧基苯乙酮	1.03
21	2-甲氧基-4-(2-丙烯基)苯酚乙酸酯	1.56
22	(Z,E)- α -金合欢烯	1.34

3 讨论

3.1 由表 1 可知挥发油的主要成分为桉树脑(38.31%)、(E)-3-己烯酸(18.58%)、1,3,3-三甲基-2-氧杂二环[2.2.2]辛-6-醇(14.10%)。

3.2 采用不同方法对毛老虎挥发油进行提取,其结果列入表 2。

表 2 不同方法提取毛老虎挥发油结果的比较

Table 2 Results comparison of volatile oil in *H. suaveolens* extracted by different methods

方法	提取时间(t/h)	收率(%)
微波辐射提取	2	1.5
水蒸汽蒸馏	6	0.8
超声波提取	2	1.2

用微波提取法比常规水蒸汽蒸馏提取收率高,所用的时间仅为其 1/3。

3.3 确定的 22 种化学成分通过联用仪的计算机谱图库检索,相似度都在 75% 以上,有较高的可信度。

3.4 这些主要成分中有的具有较好的生理活性,如桉树脑具有解热、抗炎、抗菌、平喘和镇痛作用,与樟脑等成分组成复方制剂治疗头痛^[3],为配制中成药和开发资源提供了科学依据,并具有一定的指导意义。

References:

[1] Zeng Z J, Li X W. Development of microwave-assisted organic chemistry [J]. *J Shenyang Pharm Univ* (沈阳药科大学学报), 1999, 10: 304-309.

[2] Zhang D J, Liu C B, Xiu Z L, et al. Application of microwave technology in extraction of the active ingredients from plants [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2000, 31 (9): a-v-vi.

[3] Information Center of Chinese Herbal Medicine, State Pharmaceutical Administration of China. *Handbook of Active Constituents in Phytomedicine* (植物药有效成分手册) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1986.

鼠尾草挥发油提取及成分分析

赵文军, 吴雪萍, 高林, 向迎梅

(中国科学院新疆理化技术研究所, 新疆 乌鲁木齐 830011)

鼠尾草 *Salvia officinalis* L. 系唇形科鼠尾草属植物, 为多年生矮灌木, 具短木质茎, 分枝茂盛。原产于地中海地区, 现世界各地均有栽培, 在西方国家, 作为常见的芳香植物广泛用于烹调调味, 新鲜的

与干的鼠尾草也用于药用和制取精油, 鼠尾草与其粗油常用于治疗各种疾病, *Salvia* 来源于拉丁语, 词意为挽救与治愈。几个世纪以前, 在除痒、退烧和缓解神经痛方面, 一直是位于家庭用药的首位, 提取物

收稿日期: 2006-05-23

基金项目: 中国科学院西部特别支持项目

作者简介: 赵文军(1963-), 男, 山东人, 研究员, 毕业于兰州大学化学系有机化学专业, 现从事天然产物的研究。

E-mail: zhaowj@ms.xjb.ac.cn