

小叶女贞花挥发性成分分析

金 华^{*1}, 马驰骁²

(1. 吉林化工学院分析测试中心, 吉林吉林 132022;

2. 中国人民解放军 65575 部队, 吉林四平 136001)

摘 要:采用水蒸汽蒸馏法, 分别以正己烷和乙醚为萃取剂从小叶女贞花中提取挥发性成分, 结合气相色谱-质谱(GC-MS)法, 运用峰面积归一化法计算各化学成分在挥发油中的相对含量。在正己烷萃取的挥发油中鉴定了 45 种组分, 在乙醚萃取的挥发油中鉴定了 58 种组分。研究了不同极性溶剂作萃取剂对小叶女贞花挥发性成分的影响。

关键词:小叶女贞; 挥发油; 水蒸汽蒸馏; 气相色谱/质谱

中图分类号: O657. 63 **文献标识码:** A

小叶女贞(*Ligustrum quihoui* Carr.)系木犀科女贞属植物, 其叶和树皮可入药, 具有清热解毒、治烫伤、外伤等功效。目前对该属植物的研究主要集中在女贞果实上, 但有关采用不同极性萃取剂提取小叶女贞花挥发油未见报道。本文采用水蒸汽蒸馏法, 分别以正己烷和乙醚萃取小叶女贞花挥发油, 运用气相色谱/质谱(GC-MS)联用技术对其进行分离分析。实验显示, 采用水蒸汽蒸馏法提取小叶女贞花挥发油的结果与李彩芳等^[1]的固相微萃取法提取的结果有明显不同。如后者苯醇类物质含量高达 41.5%, 本试验挥发油中此类物质含量很少, 而长链脂肪酸类衍生物含量很高(45.38%)。这可能是由于轻组分物质易损失, 另外与挥发油提取方法、色谱柱的选择以及植物生长环境等诸多因素有关, 具体原因还有待进一步研究。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

QP2010 型气相色谱/质谱联用仪(日本, 岛津公司)。

实验所用试剂均为分析纯, 小叶女贞花采集于吉林化工学院校园内。

1.2 实验方法

1.2.1 小叶女贞花挥发性成分的提取 将采集的小叶女贞花自然阴干, 粉碎后, 称取粉碎样品 100 g, 水蒸汽蒸馏法蒸馏 7 h, 分别用正己烷和乙醚萃取, 回收溶剂得小叶女贞花挥发油。

1.2.2 仪器工作条件 气相色谱条件: RTX-5 色谱柱(30 m×0.32 mm×0.25 μm), 载气为氦气(99.999%), 流量 3.0 mL/min, 进样量 0.2 μL, 柱前压 30 kPa, 气化室温度 280℃。程序升温: 起始温度 50℃, 保持 3 min, 以 5℃/min 速率升至 100℃, 以 7℃/min 速率升至 200℃, 以 10℃/min 速率升至 290℃, 保持 10 min。分流比 50:1。质谱条件: 电子轰击(EI)离子源, 电子能量 70 eV, 温度 200℃, 接口温度 230℃, 质量扫描范围为 35~500 amu, 溶剂切除时间 3 min。

2 结果与讨论

2.1 小叶女贞花挥发性成分分析

挥发油经 GC-MS 分析, 结合相关文献^[1-4]并通过 NIST 库检索并, 在正己烷萃取的挥发油中鉴定了 45 种成分, 在乙醚萃取的挥发油中鉴定了 58 种成分。采用峰面积归一定量法计算各化学成分在挥发油

收稿日期: 2010-07-06

修回日期: 2011-02-25

* 通讯作者: 金 华, 女, 硕士, 讲师, 主要从事分析化学和仪器分析方面研究。

中的相对含量,结果见表 1、表 2。

表 1 正己烷为溶剂提取小叶女贞花挥发油化学成分分析

Table 1 Essential oil from the flowers of *Ligustrum quihoui* Carr. (n-hexane)

Component	Relative content(%)	Semblance (%)	Component	Relative content(%)	Semblance (%)
Hexanal	0.34	90	Pristane	1.14	91
Linalool	0.89	92	4-Ethoxycyclohexanone	0.44	84
Nonanal	0.33	85	Octadecane	2.30	96
Azulene	0.41	88	Phytane	2.01	94
Butanoic acid cyclohexyl ester	0.39	91	(1-Butylhexyl)cyclohexane	0.37	85
1-Methylnaphthalene	0.43	87	Eicosane	0.55	92
Bicyclohexane	0.34	92	Heneicosane	0.67	93
Pentanoic acid,cyclohexyl ester	18.32	96	Hexanedioic acid,diethyl ester	0.31	86
Bicyclo[2.2.2]oct-2-ene	0.53	86	6,10,14-Trimethyl-2-pentadecanone	0.86	94
Dicyclohexyl ether	17.82	93	Dibutyl phthalate	2.14	94
Hexanedioic acid,diethyl ester	2.40	91	Docosane	0.41	95
Tetradecane	0.41	92	Hexadecanoic acid	5.01	95
Isovaleric acid,octyl ester	1.34	86	Hexadecanoic acid,ethyl ester	0.81	90
Hexanoic acid,cyclohexyl ester	8.54	93	Tetracosane	1.41	93
4,6-dimethyl dodecane	0.41	85	Ethyl linoleate	1.25	94
10-Hendecenoic acid,methyl ester	0.38	86	Methyl linolenate	0.92	93
Pentadecane	1.97	97	Pentacosane	0.59	93
2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methyl-Phenol	2.22	95	Hexacosane	7.83	95
1-Acenaphthenone	0.54	85	Heptacosane	0.59	94
Decanoic acid,methyl ester	0.61	86	(Z)-9-Tricosene	2.52	94
Ethyl palmitate	0.41	85	Octacosane	3.00	95
Hexadecane	0.39	90	Nonacosane	0.38	88
Heptadecane	2.79	97			

表 2 乙醚为溶剂提取小叶女贞花挥发油化学成分分析

Table 2 Essential oil from the flowers of *Ligustrum quihoui* Carr. (ether)

Component	Relative content(%)	Semblance (%)	Component	Relative content(%)	Semblance (%)
Hexanal	0.62	92	1-Decylcyclohexane	0.19	87
Furfural	0.41	96	α -Cadinol	0.71	85
2-Hexenal	0.25	94	Nonadecane	1.46	96
Benzaldehyde	0.38	95	Pristane	0.62	95
3-Ethenylpyridine	0.92	89	Anthracene	0.34	93
2-Pentylfuran	0.26	94	Ethyl myristate	0.23	92
Linalool	1.30	96	Eicosane	0.46	95
Nonanal	0.68	96	Phytane	0.50	94
Benzeneethanol	0.97	97	2-Ethylhexyl 4-methylbenzoate	0.24	92
Azulene	0.33	92	6,10,14-Trimethyl-2-pentadecanone	0.47	93
1-Methoxyadamantane	0.45	85	Hexadecanoic acid methyl ester	0.34	95
2-Undecanone	0.45	86	Hexadecanoic acid	2.82	96
2,4-Decadienal	0.70	85	1-Butyl 2-(8-methylnonyl) phthalate	0.67	85
Methyl anthranilate	0.25	87	Ethyl 9-hexadecenoate	1.09	94
Eugenol	0.29	88	Ethyl palmitate	14.34	96
2-Propyl-1,3-cyclohexanedione	0.32	86	Heneicosane	2.53	97
Damascenone	0.27	90	Methyl linolenate	0.91	85
Tetradecane	0.38	91	Linoleic acid	0.32	88
Nuciferol	0.22	82	Ethyl linoleate	16.33	95
Caryophyllene	0.24	94	Ethyllinolenate	14.71	93

(续表 2)

Component	Relative content(%)	Semblance (%)	Component	Relative content(%)	Semblance (%)
Hexanal	0.62	92	1-Decylcyclohexane	0.19	87
4-Methyltetradecane	0.45	90	Docosane	1.02	96
Germacrene	1.69	95	Oleyl Alcohol	0.52	91
Pentadecane	2.68	98	Tricosane	12.27	96
Dodecanoic acid methyl ester	0.28	89	Tricosanol	2.58	86
delta,-Cadinene	0.73	91	Tetracosane	0.62	97
Hexadecane	0.30	90	Octacosane	3.53	96
2-Methylpentadecane	0.29	91	(Z)-9-Tricosene	0.74	95
Heptadecane	2.22	97	Nonacosane	0.52	96
Octadecane	0.42	90			

2.2 正己烷和乙醚萃取结果比较

由分析结果可知,正己烷和乙醚萃取小叶女贞花挥发性成分的提取和测试条件相同,只是二者的极性相差较大,这一差异直接影响到挥发性成分的组成。随着溶剂极性的增强,较小分子量的低极性成分的相对含量明显下降,而较大分子量的极性较大的成分含量则明显提高。同时,溶剂极性的不同对小叶女贞花挥发性组分的分布也产生较大影响。在正己烷作萃取剂的挥发油中共鉴定出 45 种成分,含量较高的是戊酸环己酯(18.32%)、二环己基甲醚(17.82%)、己酸环己酯(8.54%)、二十六烷(7.83%)、棕榈酸(5.01%)、二十八烷(3.00%)、十七烷(2.79%)等;在乙醚作萃取剂的挥发油中共鉴定出 58 种成分,含量较高的是亚油酸乙酯(16.33%)、亚麻酸乙酯(14.71%)、棕榈酸乙酯(14.34%)、二十三烷(12.27%)、二十八烷(3.53%)、棕榈酸(2.82%)等。因此,对于植物挥发油的萃取,可以根据所要提取的目标产物的性质来选择相应的溶剂,以满足实际应用中的需要。

参考文献:

[1] LI Cai-fang(李彩芳), FANG Ming-yue(方明月), LI Chang-qin(李昌勤), KANG Wen-yi(康文艺). Natural Product Research and Development(天然产物研究与开发)[J], 2007, 19:443.

[2] YANG Jing(杨 静), WEI Cai-xia(魏彩霞), BIAN Jun-chang(边军昌). Chinese Traditional and Herbal Drugs(中草药)[J], 2006, 37(5):679.

[3] CHEN Jian(陈 健), YAO Cheng(姚 成). Journal of Analytical Science(分析科学学报)[J], 2006, 22(4):485.

[4] YAO Zu-feng(姚祖凤), LIU Jia-xin(刘家欣), TANG Li-na(唐丽娜), LIU Chun-wei(刘春伟). Journal of Jishou University(Natural Science Edition(吉首大学学报(自然科学版)))[J], 1999, 20(2):43.

[5] WEI Rong-hua(魏荣华), NING Zheng-xiang(宁正祥), FAN Ya-ming(樊亚明). Science and Technology of Food Industry(食品工业科技)[J], 2008, 29(2):90.

Analysis of the Essential Oil from Flower of
Ligustrum quihoui Carr.

JIN Hua^{*1}, MA Chi-xiao²

(1. JiLin Institute of Chemical Technology, JiLin 132022; 2. 65575 Troops, Siping 136001)

Abstract: The essential oil from *Ligustrum quihoui* Carr. flowers was distilled by water-vapor and extracted using two kinds of solvent, diethylether and n-hexane. Components in the essential oil were analyzed by gas chromatography-mass spectrometry and quantitatively determined by peak area normalization. Forty-five compounds of essential oil were identified when extracting with n-hexane, and fifty-eight were identified when extracting with diethylether. The polarity of solvent extraction and the structure distributing of volatile components was studied.

Keywords: *Ligustrum quihoui* Carr. ; Essential oil; Water-vapor; Gas chromatography-mass spectrometry