

# 同时蒸馏萃取 / 气 - 质联用分析紫丁香花精油

张文静, 郑福平\*, 孙宝国, 刘玉平, 谢建春  
(北京工商大学化学与环境工程学院, 北京 100037)

**摘要:** 采用同时蒸馏萃取法(SDE)提取盛花期紫丁香花精油, 提取率为 0.079%。用气相色谱 - 质谱法(GC-MS)结合气相色谱保留指数定性方法, 从紫丁香花精油中鉴定出 64 种挥发性成分, 占精油总成分的 95.79%。主要成分为苯乙醇(16.12%)、(E,E)-法尼醇(13.43%)、苯甲醇(6.24%)、紫丁香醛 C(3.91%)、肉桂醇(3.64%)、紫丁香醇 A(3.61%)、4-乙烯基愈创木酚(3.38%)、紫丁香醛 A(2.62%)、吲哚(2.34%)、苯甲酸苄酯(2.31%)、紫丁香醇 D(2.25%)和苯乙醛(2.03%)等。其中所含的紫丁香醛异构体和紫丁香醇异构体是紫丁香花的特征香气成分。  
**关键词:** 紫丁香; 精油; 同时蒸馏萃取法(SDE); 气相色谱 - 质谱法(GC-MS); 保留指数(RI)

## Analysis of Essential Oil Composition from Flowers of *Syringa oblata* Lindl. by Simultaneous Distillation and Solvent Extraction Combined with GC-MS

ZHANG Wen-jing, ZHENG Fu-ping\*, SUN Bao-guo, LIU Yu-ping, XIE Jian-chun  
(School of Chemical and Environmental Engineering, Beijing Technology and Business University, Beijing 100037, China)

**Abstract:** Essential oil in flowers of *Syringa oblata* Lindl. at full-bloom stage was extracted by simultaneous distillation and solvent extraction (SDE). The yield of oil obtained is 0.079%. Sixty-four components are identified by GC-MS according to retention indices(RI), covering 95.79% of the total components, which are phenylethyl alcohol (16.12%), (E,E)-farnesene (13.43%), benzyl alcohol (6.24%), lilac aldehyde C (3.91%), cinnamyl alcohol (3.64%), lilac alcohol A (3.61%), 2-methoxy-4-vinylphenol (3.38%), lilac aldehyde A (2.62%), indole (2.34%), benzyl benzoate (2.31%), lilac alcohol D (2.25%) and phenylacetaldehyde (2.03%). The isomers of lilac alcohol and of lilac aldehyde are the characteristic aroma components of flower of *Syringa oblata* Lindl.

**Key words:** *Syringa oblata* Lindl.; essential oil; simultaneous distillation and solvent extraction(SDE); gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS); retention indices (RI)

中图分类号: TS201.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2008)09-0523-03

紫丁香 (*Syringa oblata* Lindl.), 又名华北紫丁香、丁香、龙梢子, 为木樨科 (*Oleaceae*) 丁香花属 (*Syringa*) 落叶灌木或小乔木, 原产我国华北, 花期 4~5 月, 花淡紫色, 聚伞花序, 香气浓烈。紫丁香性温、味辛, 功能温胃降逆, 主治呃逆、胸腹胀闷等, 具有很高的药用和食用价值<sup>[1]</sup>。据《新华本草纲要》中记载“紫丁香主治急性黄疸型肝炎, 外用抗菌, 多种疮疡脓肿”。近年研究也表明紫丁香具有抗菌消炎、抗病毒和保肝利胆等生物活性<sup>[2]</sup>。

国内外学者对紫丁香挥发性成分进行了一定研究。回瑞华等通过同时蒸馏萃取法(SDE)对紫丁香的花和叶进行香成分提取, 分别鉴定出 16 种和 23 种化合物<sup>[3]</sup>。李

祖光等通过固相微萃取对紫丁香的香成分进行提取, 鉴定出 48 种化合物, 并鉴定出四种紫丁香醛和四种紫丁香醇是紫丁香的特征香成分, 同时还考察了紫丁香不同花期的香成分变化<sup>[4-5]</sup>。杨虹等用水蒸汽蒸馏法对紫丁香的果和叶的香成分进行提取, 分别鉴定出 81 和 77 种化合物<sup>[2]</sup>。卢丹等用乙醚溶剂萃取法对紫丁香叶的香成分进行提取分析, 鉴定出 25 种化合物<sup>[6]</sup>。Zhao C X 等采用水蒸气蒸馏法提取了紫丁香花和花蕾精油, 采用气相色谱 - 质谱法(GC-MS)结合直观推导式演进特征投影法(HELP)和移动子窗口搜索法(MSS)鉴定出 95 种组分<sup>[7]</sup>。

本实验采用 SDE 法提取新鲜紫丁香花精油, 采用 GC-MS 分析其化学成分, 采用计算机检索 Nist05 质谱数

收稿日期: 2008-05-11

基金项目: 北京市中青年骨干教师培养计划项目

作者简介: 张文静 (1983-), 女, 硕士研究生, 研究方向为香料化学。E-mail: bottlewen@163.com

\* 通讯作者: 郑福平 (1969-), 男, 教授, 博士, 研究方向为香料化学。E-mail: zhengfp@th.btbu.edu.cn

数据库结合气相色谱保留指数(RI)定性<sup>[8]</sup>的二维定性方法,确定了64种挥发性成分,通过面积归一化法确定总相对含量95.79%。

## 1 材料与方 法

### 1.1 材料与试剂

紫丁香采自北京工商大学校园,取盛花期的紫色紫丁香花,摘取花瓣备用。

乙醚(使用前重蒸处理)、无水硫酸钠(120℃烘箱加热2h)均为分析纯试剂 北京化学试剂有限公司;C<sub>6</sub>~C<sub>23</sub>正构烷烃(色谱纯) 美国Dikma公司。

### 1.2 仪器与设备

同时蒸馏萃取装置 北京玻璃仪器厂(定制);NVEP-12氮吹仪 美国Organomation公司;6980N-5973I气-质联用仪 [配Agilent MSD ChemStation(D.01.02.16)工作站] 美国Aglient公司。

### 1.3 分析条件

#### 1.3.1 色谱条件

色谱柱: Abel Bond AB-5MS 石英毛细柱(30m × 0.25mm, 0.25μm); 升温程序: 35℃保持2min,以8℃/min升至280℃保持2min; 载气(He)流速1.0ml/min; 进样口温度250℃, 进样量1μl; 分流比20:1。

#### 1.3.2 质谱条件

电子轰击(EI)离子源; 电子能量70eV; EM电压1294V; 传输线温度280℃; 四极杆温度150℃, 离子源温度230℃; 扫描方式: 全扫描, 质量扫描范围45~350m/z, 溶剂延迟6min。

### 1.4 紫丁香花精油提取方法

称取145g紫丁香花瓣,置于1000ml圆底烧瓶中,加入100ml蒸馏水,装在同时蒸馏萃取装置一端,120℃油浴加热,磁力搅拌。量取50ml乙醚,置于100ml圆底烧瓶中,加入沸石,装在装置另一端,45℃恒温水浴,同时蒸馏提取5h。乙醚萃取液中加入无水硫酸钠干燥,密闭过夜,过滤,滤液45℃水浴下用Vigreux精馏柱浓缩至2ml,再用氮气吹扫至恒重,得0.1145g(约0.1ml)淡黄色澄清透明油状液体,为紫丁香花精油,具有浓郁的紫丁香花特征香气,提取率0.079%,GC-MS分析其挥发性香成分。

## 2 结果与分析

紫丁香花精油的GC-MS总离子流图见图1。根据MSD Chem Station数据处理系统对NIST 05质谱图数据库进行检索,结合组分的气相色谱保留指数,对总离子流图中保留指数在800~2300的组分进行峰面积归一化,鉴定出64种化合物,确定总质量分数为95.79%,结果见表1。

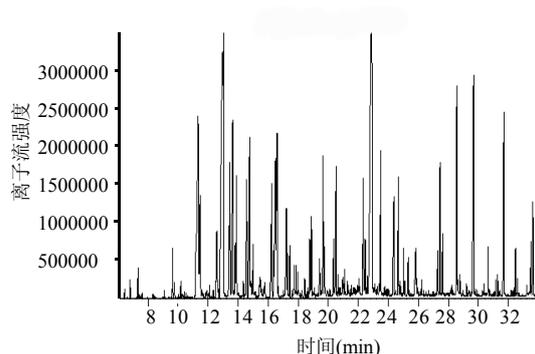


图1 紫丁香花精油的GC-MS总离子流图

Fig.1 Total ion current chromatogram of essential oil from flowers of *Syringa oblata* Lindl.

表1 紫丁香花精油中挥发性成分

Table1 Volatiles in essential oil from flowers of *Syringa oblata* Lindl

化合物	相对分子质量	RI	相对含量(%)
糠醛	96	831	0.21
叶醇	100	855	0.42
α-蒎烯	136	933	0.08
苯甲醛	106	959	0.58
3-乙基吡啶	105	964	0.21
甲基庚烯酮	126	984	0.28
苯甲醇	108	1039	6.24
3,3,5-三甲基环己酮	140	1041	0.4
苯乙醛	120	1045	2.03
β-芳樟醇	154	1100	1.19
壬醛	142	1102	0.27
苯乙醇	122	1124	16.12
紫丁香醛A	168	1146	2.62
紫丁香醛C	168	1155	3.91
对甲氧基苯甲醚	138	1164	0.68
紫丁香醛D	168	1169	1.78
α-松油醇	154	1193	0.18
紫丁香醇D	170	1205	2.25
紫丁香醇A	170	1216	4.37
1,3-环庚二烯	94	1221	0.28
橙花醇	154	1253	0.18
(Z)-4-癸烯醛	110	1255	0.35
1,2-二甲基环辛烷	140	1269	0.22
肉桂醛	132	1273	0.19
吡啶	117	1298	2.34
肉桂醇	134	1313	3.64
4-乙基愈创木酚	150	1319	3.38
甲基-5-乙基烟碱	163	1356	1.49
丁子香酚	164	1360	0.57
1,2,4-三甲氧基苯	168	1369	0.66

续表 1

二乙基二硫代氨基甲酸酯	163	1387	0.4
β-波旁烯	204	1394	0.34
甲基丁子香酚	178	1401	0.25
β-丁香烯	204	1430	0.24
乙酸肉桂酯	176	1444	0.09
香叶基丙酮	194	1451	0.73
金合欢烷	212	1458	0.91
(Z,E)-α-法尼烯	204	1491	0.45
丙烯基愈创木酚	178	1494	0.25
α-法尼烯	204	1507	1.91
雅槛蓝烯	204	1514	0.7
榄香素	208	1555	0.84
反式-橙花树醇	222	1566	1.86
反式-3-己烯-1-醇安息香酸酯	204	1575	0.23
十六烷	226	1595	0.19
石竹烯氧化物	220	1598	0.17
甲氧基丁子香酚	194	1605	0.24
2,3-二氢-反式-6-法尼醇	224	1695	1.82
十七烷	240	1699	0.19
(Z,E)-法尼醇	222	1705	0.77
(E,E)-法尼醇	222	1737	13.43
苯甲酸苄酯	212	1781	2.31
十八烷	254	1797	0.03
法尼醇乙酸酯	264	1844	0.78
六氢法呢基丙酮	268	1847	0.96
反式-十六-9-烯-1-醇	240	1879	0.16
十九烷	268	1898	0.46
法尼烯丙酮	262	1923	0.43
棕榈酸	256	1963	0.93
二十烷	282	1997	0.14
十六醇	270	2083	0.26
二十一烷	296	2100	1.66
叶绿醇	296	2115	0.63
(2Z,6E,10E)-3,7,11,15-四甲基-2,6,10,14-十六烯-1-醇	290	2201	3.92

注: RI 为 LXC<sub>6</sub>~C<sub>23</sub> 系列正构烷烃作者柱上测定的各组分保留指数。

由表 1 可以知从紫丁香花精油鉴定出 64 种物质, 含量较高的组分有苯乙醇(16.12%)、(E,E)-法尼醇(13.43%)、苯甲醇(6.24%)、紫丁香醛 C(3.91%)、肉桂醇(3.64%)、

紫丁香醇 A(3.61%)、4-乙烷基愈创木酚(3.38%)、紫丁香醛 A(2.62%)、吡啶(2.34%)、苯甲酸苄酯(2.31%)、紫丁香醇 D(2.25%)和苯乙醛(2.03%)。

其中, 紫丁香醛具有新鲜水果青香, 紫丁香醇为伴有花臭的木香, 紫丁香醛异构体和紫丁香醇异构体是紫丁香鲜花的特征香气成分。苯乙醇具有甜、青香、花香、玫瑰香和壤香香气; 法尼醇具有弱的柑桔-白柠檬香气; 苯甲醇具有甜、花香、果香香气; 吡啶在低浓度时具有类似茉莉样香气; 苯甲酸苄酯具有甜、花香、果香香气; 苯乙醛具有甜、青香、花香、玫瑰、壤香、巧克力香气<sup>[9]</sup>。

### 3 结 论

采用 SDE 法提取盛花期紫丁香花精油, 得浅黄色澄清液体, 有浓郁的紫丁香花特征香气, 提取率为 0.079%。所得精油经过 GC-MS 分析, 通过检索 NIST05 谱图库, 并结合气相色谱保留指数, 对保留指数在 800~2300 的组分进行鉴定, 鉴定出苯乙醇、(E,E)-法尼烯、苯甲醇、紫丁香醛 C、肉桂醇、紫丁香醇 A、2-甲氧基-4-乙烷基苯酚等 64 种物质, 总相对含量为 95.79%。

### 参考文献:

- [1] 李月华, 刘建斌, 高润清, 等. 华北紫丁香丁香花芽生长过程中蛋白质和核酸含量变化研究[J]. 北京农学院学报, 2000, 15(2):24-27.
- [2] 杨虹, 赵晨曦, 方洪壮, 等. 紫丁香挥发油的化学成分研究[J]. 中草药, 2007, 38(11): 1613-1619.
- [3] 回瑞华, 李铁纯, 侯冬岩, 等. GC-MC 分析紫丁香花与叶中的挥发性化学成分[J]. 质谱学报, 2002, 23(4): 211-213.
- [4] 李祖光, 曹慧, 刘力, 等. 紫丁香鲜花香气化学成分的研究[J]. 浙江林学院学报, 2006, 23(2): 159-162.
- [5] LI Z G, LEE M R, SHEN D L. Analysis of volatile compounds emitted from fresh *Syringa oblata* flowers in different florescence by headspace solid-phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry[J]. Analytica Chimica Acta, 2006, 576(1): 43-49.
- [6] 卢丹, 卢爱平, 李平亚. 丁香属紫丁香挥发油成分的研究[J]. 特产研究, 2003(4): 41-42.
- [7] ZHAO C X, LIANG Y Z, FANG H Z, et al. Temperature-programmed retention indices for gas chromatography-mass spectroscopy analysis of plant essential oils[J]. Journal of Chromatography A, 2005, 1096(1/2): 76-85.
- [8] VAN DEN DOOL H, KRATZ P D. A generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas-liquid partition chromatography[J]. J Chromatogr, 1963(11): 463-471.
- [9] 孙宝国, 何坚. 香料化学与工艺学[M]. 2版. 北京: 化学工业出版社, 2004.