

气相色谱—质谱联用测定广西不同产地磨盘草的挥发油成分

陈勇 魏后超 农莉 李怡萱 刘鼎

【摘要】 目的 采用气相色谱—质谱联用技术分析三个不同产地磨盘草挥发油的化学成分, 为其质量评价提供依据。**方法** 采用水蒸气蒸馏法提取磨盘草挥发油, 经正丙醇萃取后, 采用 GC-MS 法分析鉴定磨盘草中主要挥发油的化学成分, 并进行比较。**结果** 三个不同产地的磨盘草挥发油中, 共鉴定出 6 种相同成分, 主要包括植物醇, 棕榈酸, 2-十五烷酮-6, 10, 14-三甲基, 油酸酰胺, 二十四烷, 正二十五烷。**结论** 本实验为开发利用磨盘草药用资源提供了实验参考依据。

【关键词】 磨盘草; 挥发油; 气相色谱—质谱

【中图分类号】 R284.1 **【文献标识码】** A doi:10.3969/j.issn.1674-1749.2013.08.004

Analysis of Volatile Oil in *Abutilon indicum* (L.) Sweet from Various Habitats by GC-MS CHEN Yong, WEI Hou-chao, NONG Li, et al. School of Pharmacy, Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530001, China

Corresponding author: CHEN Yong, E-mail: cy6381@163.com

【Abstract】 Objective To analyze the chemical components of the essential oil of the *Abutilon indicum* (L.) Sweet from various habitats and provide scientific basis for its quality control. **Method** The essential oil was extracted by water-steam distillation. The relative content of chemical components was identified by GC-MS method. **Result** Three batches of *Abutilon indicum* (L.) Sweet from various habitats were determined and 6 common characteristic compounds were identified, mainly including the Phytol, the n-Hexadecanoic acid, the 2-Pentadecanone, 6, 10, 14-trimethyl-, the 9-Octadecenamide, (Z)-, the Tetracosane and the Pentacosane. **Conclusion** Provide a basis for the science choice for medicinal purposes spot.

【Key words】 *Abutilon indicum* (L.) Sweet; Volatile oil; GC-MS

磨盘草, 又名金花草、唐挡草、耳响草等, 系锦葵科苘麻属植物磨盘草 *Abutilon indicum* (L.) Sweet 的全草。曾收载于《生草药性备要》、《岭南采药录》、《全国中草药汇编》、《广西本草选编》、《桂本草》等文献^[1]。国外主产于巴基斯坦、印度等地, 国内多分布于广西、广东、福建、台湾、海南、贵州、云南、新疆等地。本品甘, 淡, 性凉, 归肺、肾经。具有疏风清热、益气通窍、祛痰利尿等功效, 用于感冒高烧不退, 流行性腮腺炎、淋病、耳鸣耳聋、疝气疝肿

等症^[2]。国内目前对该药材已经作了生药学、理化鉴别和化学成分的研究^[3-6], 药理研究主要集中在抗炎利尿方面^[7], 尚未见对其质量控制方面的研究。本实验采用气相色谱—质谱 (Gas Chromatograph-Mass Spectrometer-computer, GC-MS) 联用技术对广西不同产地磨盘草全草中的挥发油化学成分进行了分析比较研究, 为扩大磨盘草药用资源, 提高资源利用率, 以及药材的质量控制等方面提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 药材

磨盘草药材, 分别采收于 3 个不同产地, 经广西中医药大学药物分析教研室陈勇教授鉴定为锦葵科苘麻属植物磨盘草 *Abutilon indicum* (L.) Sweet 的

基金项目: 国家自然科学基金 (81260673); 广西中医药大学重点课题 (ZD12012); 广西教育厅课题 (GXTSZY014)

作者单位: 530001 广西中医药大学药学院 [陈勇、农莉、李怡萱、刘鼎 (硕士研究生)]; 南方医科大学附属柳州医院药剂科 (魏后超)

作者简介: 陈勇 (1961 -), 本科, 教授, 硕士生导师。研究方向: 药物分析、中药及其制剂质量分析。E-mail: cy6381@163.com

干燥全草。

表 1 三种磨盘草样品的来源

药材编号	药材来源	采收日期
1 号药材	广西博白	2010. 10
2 号药材	广西南宁	2010. 10
3 号药材	广西玉林	2010. 09

1.2 仪器

Agilent 6890N/5973NGC-MS 联用仪, 美国 Agilent 公司; 色谱柱 HP-5MS (5% Phenyl Methyl Siloxane, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm) 弹性石英毛细管柱; 挥发油提取器。

1.3 试剂

蒸馏水, 正丙醇, 无水硫酸钠。

1.4 挥发油成分的提取

根据 2010 年版《中华人民共和国药典(一部)》(附录)XD 挥发油测定法^[8], 分别取广西不同产地的磨盘草干燥全草, 粉碎。各取 200 g, 置于 2000 ml 圆底烧瓶中, 加入蒸馏水至烧瓶 1/2 处, 用挥发油提取器提取 6 小时, 分别得到有淡黄色油状物少许, 用正丙醇溶解, 加入少量无水硫酸钠, 备用。

1.5 挥发油成分的 GC-MS 分析

1.5.1 GC-MS 分离分析条件 色谱条件: HP-5MS (5% Phenyl Methyl Siloxane, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm) 弹性石英毛细管柱; 载气为高纯氦气, 流速:

1 ml/min; 进样口温度: 250℃; 电离方式: EI 源; 电子能量: 70 eV; 离子源温度: 230℃; 发射电流: 0.25 mA; 质量分析器: 四极杆, 温度 150℃; 质量扫描范围: 30 ~ 500 amu。

1.5.2 磨盘草挥发油成分分离的升温程序 挥发油样品液分别取 1.0 μl 注入仪器, 分流比为 20:1, 升温过程为: 80℃ 保持 5 分钟, 以 10℃/min 的速度升温至 200℃, 保持 1 分钟, 再以 5℃/min 的速度升温至 250℃, 保持 3 分钟。

1.5.3 样品的分析 经气相色谱分离分析得到的组分, 用峰面积归一化法测定各组分的百分含量, 并检测其成分的 GC-MS 总离子流色谱, 通过美国国家标准与技术研究所谱库 (National Institute of Standards and Technology, NIST02) 检索, 并结合有关文献谱图分析所得质谱图, 利用各峰的质谱裂片图与文献资料进行比对。

2 结果

分别从磨盘草 1 号药材挥发油中分离分析出 31 个组分, 鉴定出 17 个化合物 (占挥发油总质量的 98.50%), 2 号药材挥发油中分离分析出 24 个组分, 鉴定出 15 个化合物 (占挥发油总质量的 98.98%), 3 号药材挥发油中分离分析出 38 个组分, 鉴定出 26 个化合物 (占挥发油总质量的 95.86%)。其中共有成分主要有 2-十五烷酮-6, 10, 14-三甲基, 棕榈酸, 植物醇, 油酸酰胺, 二十四烷, 正二十五烷, 分析和鉴定结果见图 1 ~ 3 和表 2 ~ 4。

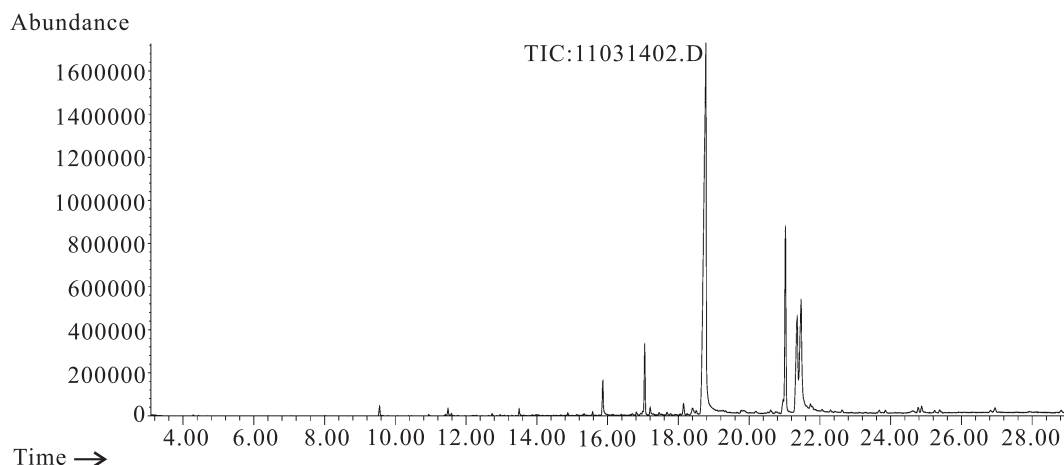


图 1 广西博白产磨盘草挥发油的总离子色谱

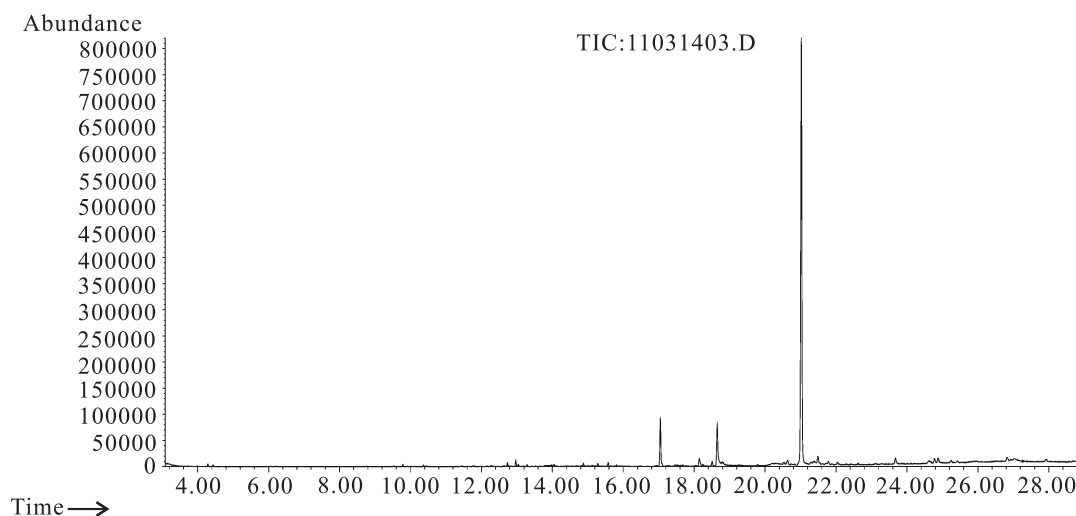


图 2 广西南宁产磨盘草挥发油的总离子色谱

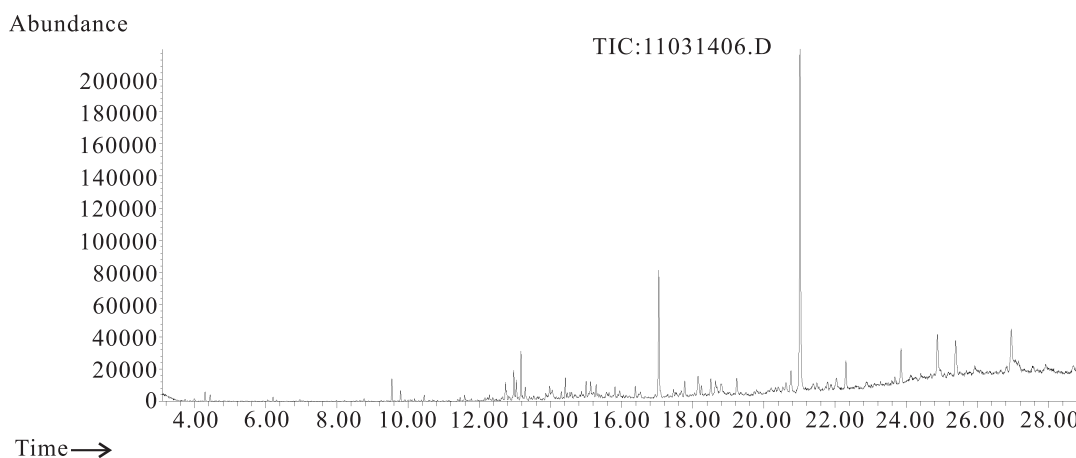


图 3 广西玉林产磨盘草挥发油的总离子色谱

表 2 广西博白产磨盘草挥发油鉴定表

峰号	分子式	分子量	名称	保留时间(min)	百分含量(%)
1	C ₉ H ₁₈ O ₂	158	正壬酸 Nonanoic acid	9.56	0.56
2	C ₁₁ H ₂₀ O ₂	184	反-2-十一烯酸 trans-2-undecenoic acid	11.49	0.42
3	C ₁₈ H ₃₈	254	正十八烷 Octadecane	13.29	0.80
4	C ₂₇ H ₅₆	380	正二十七烷 Heptacosane	13.38	0.23
5	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	200	正十二烷酸 dodecanoic acid	13.50	0.36
6	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	228	十四酸 Tetradecanoic acid	15.87	2.18
7▲	C ₁₈ H ₃₆ O	268	2-十五烷酮-6,10,14-三甲基 2-Pentadecanone, 6,10,14-trimethyl-	17.05	3.99
8	C ₁₅ H ₃₀ O ₂	242	十五烷酸 Pentadecanoic acid	17.20	0.56
9	C ₁₈ H ₃₀ O	262	法尼基丙酮 5,9,13-Pentadecatrien-2-one, 6,10,14-trimethyl-, (E,E)-	18.15	0.92
10	C ₁₆ H ₃₀ O ₂	254	(Z)-7-十六烯酸 Z-7-Hexadecenoic acid	18.40	0.55

续表

峰号	分子式	分子量	名称	保留时间(min)	百分含量(%)
11▲	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	棕榈酸 n-Hexadecanoic acid	18.77	49.38
12▲	C ₂₀ H ₄₀ O	296	植物醇 Phytol	21.03	13.15
13	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	280	亚油酸 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-	21.35	10.47
14	C ₁₈ H ₃₀ O	262	9,12,15-Octadecatrienal	21.47	13.88
15▲	C ₁₈ H ₃₅ NO	281	油酸酰胺 9-Octadecenamide, (Z)-	24.88	0.58
16▲	C ₂₄ H ₅₀	338	二十四烷 Tetracosane	25.20	0.13
17▲	C ₂₅ H ₅₂	352	正二十五烷 Pentacosane	26.76	0.34

注:标示有▲的为三地共有的成分

表3 广西南宁产磨盘草挥发油鉴定表

峰号	分子式	分子量	名称	保留时间(min)	百分含量(%)
1	C ₁₅ H ₃₂	212	正十五烷 Pentadecane	12.74	0.52
2	C ₁₄ H ₂₂ O	206	2,4-二(1,1-二甲乙基)-6-甲酚 Phenol, 2,4-bis(1,1-dimethylethyl)-	12.97	0.66
3	C ₁₄ H ₂₈	196	(E)-3-十四碳烯 3-Tetradecene, (E)-	15.58	0.57
4▲	C ₁₈ H ₃₆ O	268	2-十五烷酮-6,10,14-三甲基 2-Pentadecanone, 6,10,14-trimethyl-	17.05	7.10
5	C ₁₀ H ₂₁ N	155	Cyclohexene, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-	18.15	1.38
6	C ₂₀ H ₄₀ O	296	异植物醇 Isophytol	18.51	0.64
7▲	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	棕榈酸 n- Hexadecanoic acid	18.65	7.22
8▲	C ₂₀ H ₄₀ O	296	植物醇 Phytol	21.02	73.89
9	C ₈ H ₁₇ PO ₄	208	Phosphoric acid, diethyl 1-methylenepropyl ester	21.39	1.17
10	C ₁₁ H ₁₈ O ₂	182	Cyclopentanone, 2-(5-oxohexyl)-	21.49	1.44
11	C ₁₈ H ₃₆	252	十八烯 1-Octadecene	23.68	1.35
12	C ₂₁ H ₄₀ O ₂	324	4,8,12,16-Tetramethylheptadecan-4-olide	24.78	0.95
13▲	C ₁₈ H ₃₅ NO	281	油酸酰胺 9-Octadecenamide, (Z)-	24.88	1.38
14▲	C ₂₄ H ₅₀	338	二十四烷 Tetracosane	25.27	0.36
15▲	C ₂₅ H ₅₂	352	正二十五烷 Pentacosane	26.89	0.35

注:标示有▲的为三地共有的成分

表4 广西玉林产磨盘草挥发油鉴定表

峰号	分子式	分子量	名称	保留时间(min)	百分含量(%)
1	C ₁₀ H ₁₈ O	154	(E)-2-癸烯醛 2-Decenal, (E)-	9.54	1.49
2	C ₁₄ H ₂₂ O	206	2,4-二叔丁基苯酚 Phenol, 2,4-bis(1,1-dimethylethyl)-	12.97	2.44
3	C ₁₅ H ₂₄ O	220	2,6-二叔丁基对甲基苯酚 Butylated Hydroxytoluene	13.04	1.69
4	C ₁₁ H ₁₂ O ₃	192	肉豆蔻醚 1,3-Benzodioxole, 4-methoxy-6-(2-propenyl)-	13.17	3.93
5	C ₁₈ H ₃₈	254	正十八烷 Octadecane	13.29	1.20
6	C ₁₂ H ₁₄ O ₄	222	洋芹脑 Apiol	14.42	1.68
7	C ₁₂ H ₂₀ O	180	2H-Benzocyclohepten-2-one, decahydro-4a-methyl-, trans-	14.99	1.21
8	C ₁₇ H ₃₆	240	十七烷 Heptadecane	15.13	1.47
9	C ₃₁ H ₆₄	436	正三十一烷 Hentriacontane	15.28	1.57 百分含量(%)
10▲	C ₁₈ H ₃₆ O	268	2-十五烷酮-6,10,14-三甲基 2-Pentadecanone, 6,10,14-trimethyl-	17.04	10.53
11	C ₂₆ H ₅₄	366	正二十六烷 Hexacosane	17.77	1.41
12	C ₁₃ H ₂₂ O ₂	210	Acetic acid, 1,3,7-trimethylocta-2,6-dienyl ester	18.15	2.30

续表

峰号	分子式	分子量	名称	保留时间 (min)	
13	C ₁₃ H ₂₂ O	194	橙化基丙酮 5,9-Undecadien-2-one, 6,10-dimethyl-, (Z)-	18.23	2.24
14	C ₁₁ H ₁₂ O ₃	192	p-Butyryloxybenzaldehyde	18.36	1.42
15	C ₂₀ H ₄₀ O	296	异植物醇 Isophytol	18.51	1.52
16▲	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	棕榈酸 n- Hexadecanoic acid	18.64	1.59
17	C ₂₀ H ₄₂	282	二十烷 Eicosane	19.24	1.56
18	C ₂₁ H ₄₄	296	正二十一烷 Heneicosane	20.75	2.55
19▲	C ₂₀ H ₄₀ O	296	植物醇 Phytol	21.01	32.40
20	C ₂₂ H ₄₆	310	二十二烷 Docosane	22.30	1.92
21	C ₂₈ H ₅₈	394	正二十八烷 Octacosane	23.85	1.55
22▲	C ₁₈ H ₃₅ NO	281	油酸酰胺 9-Octadecenamide, (Z)-	24.87	6.49
23▲	C ₂₄ H ₅₀	338	二十四烷 Tetracosane	25.39	2.63
24▲	C ₂₅ H ₅₂	352	正二十五烷 Pentacosane	26.95	3.04
25	C ₁₃ H ₁₁ NO	197	N-Methyl-1-hydroxycarbazole	27.16	0.88
26	C ₃₂ H ₆₆	450	Docosane, 11-decyl-	28.82	3.84

注:标示有▲的为三地共有的成分。

3 讨论

广西博白产磨盘草的挥发油中含有主要化学成分为棕榈酸(49.38%),9,12,15-Octadecatrienal(13.88%),植物醇(13.15%),亚油酸(10.47%)。广西南宁产磨盘草的挥发油中含有主要化学成分为植物醇(73.89%),棕榈酸(7.22%),2-十五烷酮-6,10,14-三甲基(7.10%)。广西玉林产磨盘草的挥发油中含有主要化学成分为植物醇(32.40%),2-十五烷酮-6,10,14-三甲基(10.53%),油酸酰胺(6.49%)。由上可见,三个产地的磨盘草的挥发油中含有主要化学成分是有很大差异的。

三个产地的磨盘草的挥发油的共有成分为植物醇,棕榈酸,2-十五烷酮-6,10,14-三甲基,油酸酰胺,二十四烷,正二十五烷,但各化合物的相对含量差异较大,如植物醇,在三个产地的磨盘草挥发油中的相对含量分别为13.15%、73.89%、32.40%。

对于挥发性成分和脂溶性、分子质量小等物质的提取分离,超临界二氧化碳流体提取法为目前最先进的方法之一,它能防止对热不稳定的成分被破坏和逸散,前期曾做过超临界二氧化碳流体提取,与本研究水蒸气提取法相比差异较大。采用超临界二氧化碳流体萃取法提取磨盘草挥发油成分与本研究挥发油成分研究有所不同,其原因可能是药材产地及提取工艺不同。本方法可供磨盘草药材的成分分析及质量控制提供实验参考。

一般新鲜全草类药材的挥发油含量较高,能比

较有代表性的说明磨盘草的挥发油成分,因此挥发油成分的研究应注意药材的不同采收期和不同产地的区别,在今后的研究工作中,可对不同采收期和不同产地磨盘草药材的挥发油成分进行分析和比较。本文选自三个不同产地的磨盘草进行研究,成分分析鉴定的结果不尽相同,可能与各地气候条件、土壤状况、纬度、海拔高度、日照强度、栽培条件和采集季节等因素有关。由于不同产地药材挥发油成分及含量存在差异,可作为不同产地该药材品种及产地的鉴别依据。

参 考 文 献

- [1] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草(第十四卷)[M]. 上海科学技术出版社,1999:335-336.
- [2] 广西壮族自治区卫生厅. 广西中药材标准(1990年版)[M]. 广西科学技术出版社,1992:94;295.
- [3] 姜建平,廖月葵,林安平,等. 磨盘草的生药鉴定[J]. 长春中医药大学学报,2006,16(2):53-54.
- [4] 刘娜,贾凌云,孙启时. 中药磨盘草的化学成分[J]. 沈阳药科大学学报,2009,26(3):96-197.
- [5] 陈勇,杨晨,魏后超,等. 磨盘草化学成分研究[J]. 时珍国医国药,2010,21(9):2245-2246.
- [6] 陈勇,杨晨,魏后超,等. 磨盘草挥发油化学成分的 GC-MS 分析[J]. 中国民族民间医药,2009,25-26.
- [7] 陈勇,杨晨,魏后超,等. 磨盘草药材醇提物抗炎、利尿作用实验研究[J]. 亚太传统医药,2009,5(12):19-21.
- [8] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:附录 XD 63.

(收稿日期:2013-06-07)

(本文编辑:董历华)