

GC-MS 法测定罗勒中芳香成分

李建文 陈贵林

(河北农业大学园艺学院 保定 071001)

何洪巨

(北京市农林科学院蔬菜中心 北京 100089)

摘要 通过“同时蒸馏-萃取”装置(SDE)提取药用植物罗勒中的挥发性物质,经 GC-MS 分析初步判定,罗勒中含有 27 种芳香性成分。用峰面积归一化法确定相对百分含量较多的化合物为 β -芳樟醇、对烯丙基苯甲醚、丁子香酚、桉树脑。

关键词 气质联用仪 罗勒 芳香成分 同时蒸馏-萃取

0 前言

罗勒(*Ocimum basilicum* L.),别名九层塔、毛罗勒、零陵菜等,为唇形科罗勒属一年生草本植物。原产于以印度为中心的亚洲热带。我国中部、南部、东部有栽培,以河南、安徽等省栽培较多。早在北魏《齐民要术》就有罗勒栽培、加工的记录。作为药用植物,罗勒有疏风行气、发汗解表、散瘀止痛之功效¹。目前在欧美各国,罗勒是一种常用的香辛调味蔬菜,在西餐中沙拉的调香菜。作为药食兼用植物,罗勒日益成为国内外医疗保健食品、化工领域的研究热点。但对罗勒的芳香性化学成分近年来报导较少^{2,3}。本试验采用“同时蒸馏-萃取方法”(Simultaneous Distillation and Extraction, SDE)提取其中的芳香性成分,并初步确定了化合物的化学组成和相对百分含量。

1 试验部分

1.1 试验材料

罗勒种子来自国家蔬菜系统工程技术研究中心种质资源库,于 2002 年 3 月 27 日播种,5 月 8 日定植于露地,7 月 8 日选取植株同一部位的可食嫩叶切碎,速冻于 -40°C 冰箱中待测。

1.2 芳香成分提取

称取 150g 冻样,捣碎后置于 500mL 蒸馏瓶中,加入等量去离子水,接到萃取装置的一端,控制温度保持沸腾。另取 40mL 正戊烷(AR)于 100mL 单颈萃取烧瓶中,接到 SDE 装置的另一端,恒温加热,连续萃取 2 h。萃取液以氮气吹近干,除去溶剂。得到具有浓郁香味的淡黄色透明液体,密封保存、备用。

1.3 测定条件

岛津 GCMS-QP5050A GC/MS 气质联用仪。

毛细管柱(DB-5MS):30m \times 0.25mm;膜厚度 0.25 μm ;载气为高纯 He;流速 1mL/min;进样量 1 μL ;程序升温:60 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2min,以 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温到 220 $^{\circ}\text{C}$,保持 20min;进样口温度 250 $^{\circ}\text{C}$;EI 离子源电子能量 70eV,质量范围 30~550u。

2 结果讨论

对罗勒样品萃取液进行 GC-MS 谱测定。得到罗勒的总离子流图(见图 1)。通过岛津工作站对总离子流图进行处理,峰面积归一化法测量了各组分的百分含量,各组分的谱图在 NIST107 和 NIST21 谱库中自动检索后选用高相关的检索结果,初步分离确定出 27 个化合物。鉴定的各成分、相对含量见表 1。

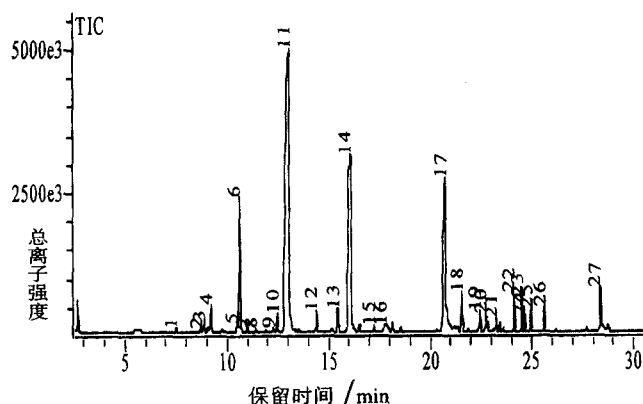


图 1 罗勒芳香成分的总离子流图

从鉴定结果来看,罗勒中 27 种芳香性成分中主要为 β -芳樟醇(43.81%)、对烯丙基苯甲醚(18.38%)、丁子香酚(14.02%)、桉树脑(6.08%)等。其挥发油中主要成分均为萜烯类化合物。研究证明罗勒的多数挥发性成分都是经过莽草酸途径和甲瓦龙酸途径的次生代谢产物²。罗勒特殊的辛香味主要与 β -芳樟醇存在有关。本研究发现不同罗

表 1 罗勒中芳香性成分鉴定结果

编号	化合物中文名称	英文名称	保留时间 /min	相似度 /%	分子量	相对百分含量 /%
1	α -蒎烯	alpha-Pinene	7.50	92	136	0.24
2	桉烯	sabinene	8.70	93	136	0.19
3	β -蒎烯	beta-Pinene	8.85	95	136	0.46
4	β -香叶烯	beta-myrcene	9.20	92	136	0.95
5	D-柠檬烯	D-lemonene	10.48	94	136	0.39
6	桉树脑	Eucalyptol	10.62	87	154	6.08
7	罗勒烯	Ocimene	11.00	90	136	0.15
8	γ -萜品烯(松油烯)	gamma-Terpinene	11.40	90	136	0.15
9	1-甲基-4-(1-甲基亚乙基)-环己烯	Cyclohexene,1-methyl-4-(1-methylethylidene)-	12.27	90	136	0.18
10	L-小茴香酮	L-Fenchone	12.46	96	152	0.79
11	β -芳樟醇	beta-Linalool	13.07	94	154	43.81
12	菑酮	Camphor	14.39	97	152	0.91
13	4-甲基-1-(1-甲基乙基)-3-环己烯-4-醇	3-Cyclohexen-1-ol,4-methyl-1-(1-methylethyl)-	15.43	94	154	1.25
14	对-烯丙基苯甲醚	p-Allylanisole	16.07	95	148	18.38
15	β -柠檬醛	beta-Citral	17.22	91	152	0.35
16	顺-牻牛儿醇	cis-Geraniol	17.78	92	154	0.95
17	丁子香酚	Eugenol	20.74	96	164	14.02
18	1-乙烯基-1-甲基-2,4-二(1-甲基乙基)-环己烷	Cyclohexane,1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-	21.56	95	204	1.60
19	石竹烯	Caryophyllene	22.43	94	204	0.80
20	2-正蒎烯	2-Norpinene	22.73	91	204	0.73
21	β -金合欢烯	beta-Farnesene	23.23	95	204	0.48
22	大根香叶烯 D	Germacrene D	24.12	93	204	1.62
23	大根香叶烯 B	Germacrene B	24.50	93	204	1.23
24	1,4-二甲基-7-(1-甲基乙基)-1,2,3,5,6,7,8,8a-八氢萘	Azulene-1,2,3,5,6,7,8,8a-Octahydro-1,4-dimethyl-7-1-methylethenyl-	24.64	96	204	0.65
25	7-甲基-4-甲叉-1(1-甲基乙基)-1,2,3,4,4a,5,6,8a-八氢化萘	Naphthalene,1,2,3,4,4a,5,6,8a-octahydro-7-methyl-4methylene-1-(1-methylethyl)-	24.95	94	204	0.73
26	α -石竹烯	alpha-Caryophyllene	25.60	88	204	0.85
27	τ -杜松醇	tau-Cadinol	28.34	87	222	2.08

勒品种的芳香性成分构成相同,但是 β -芳樟醇的含量多少影响了罗勒的风味。对烯丙基苯甲醚、丁子香酚还具有杀菌、消炎等作用³。

本试验采用同时蒸馏萃取法提取罗勒挥发性成分,和常规蒸馏方法相比,提取率高、且溶剂用量少。以二氧化碳超临界提取法提取罗勒挥发性成分及影响因素,有待与进一步研究。

3 结论

应用“同时蒸馏-萃取”装置提取植物罗勒中的挥发性物质,经GC-MS分析技术对其挥发油中化学组分进行了分离。通过检索NIST107和NIST21

谱图库,初步判定罗勒中含有27种芳香性成分。用峰面积归一化法确定相对百分含量较多的化合物为 β -芳樟醇、对烯丙基苯甲醚、丁子香酚、桉树脑。对罗勒的辛香味形成机理及产品开发提供了科学依据。

参考文献

- 1 饶璐璐.名特优新蔬菜129种,北京:中国农业出版社,2000
- 2 姚雷等.罗勒在盐胁迫条件下水分生理及精油含量的变化,上海农学院学报2000,2(18):77~84
- 3 Grayer R. J., Intraspecific Taxonomy and Essential Oil Chemotypes in Sweet Basil, *Ocimum basilicum*, phytochemistry, 1996,5(43):1033~1039

(上转第14页)

- illary chromatographic and capillary electrochromatographic enantioseparations using cellulose tris (3,5-dichloro-phenyl-carbamate). *J Sep Sci*, 2001,24 : 635
- 17 K Krause, B Chankvetadze, Y Okamoto, G Blaschke, Chiral separations in capillary high-performance liquid chromatography and nonaqueous capillary electrochromatography using helically chiral poly (diphenyl-2-pyridylmethyl methacrylate) as chiral stationary phase. *Electrophoresis*, 1999, 20 : 2772
- 18 Wikström H, Svensson L A, Immobilisation and evaluation of a vancomycin chiral stationary phase for capillary electrochromatography. *J Chromatogr A*, 2000, 869(1/2) : 395
- 19 Lommerhofer M, Tobler E, Lindner W, Chiral anion exchangers applied to capillary electrochromatography enantioseparation of oppositely charged chiral analytes: investigation of stationary and mobile phase parameters. *J Chromatogr A*, 2000, 887 : 421
- 20 Girod M, Chankvetadze B, Blaschke G, Highly efficient enantioseparations in non-aqueous capillary electrochromatography using cellulose tris(3,5-dichlorophenylcarbamate) as chiral stationary phase. *J Sep Sci*. 2001,24 : 27
- 21 Mayer S, Schurig V, Enantiomer separation by electrochromatography in open tubular columns coated with Chirasil-Dex. *J Liq Chromatogr*, 1993, 16 : 915

A review on chiral capillary electrochromatography technique

Wang Xiuling¹ Zhou Ailing¹ Gao Ruyu²

(1 life science college of nankai university, Tianjin 300071)

(2 State key laboratory, Institute of Element-Organic Chemistry, Nankai University, Tianjin 300071)

Abstract This review summarizes recent developments in enantioseparations by capillary electrochromatography (CEC). Selected fundamental aspects of CEC are discussed in order to stress those features which may allow the success of this technique in the competitive fields of enantioseparations. In addition, the comparative characteristics of the different modes of chiral CEC and the stationary phases are presented. The effects of the characteristics of the stationary and liquid phases and operational conditions on the separation results are discussed. Finally, some future trends are briefly addressed. 59 references are involved.

Key words Enantioseparations Capillary electrochromatography Chiral stationary phase Review

(上接第 9 页)

(5) 相对展伸不确定度的评价 取包含因子 $K=2$, 得相对展伸不确定度为:

$$U = K \times U_x = 4.8\%$$

4 小结

用原子荧光光谱法测定食品中汞含量的相对

展伸不确定度为: 4.8%。

参考文献

- 1 JJF1059-1999, 测量测量不确定度评定与表示, 北京: 中国计量出版社
- 2 测量测量不确定度评定与表示实例, 北京: 中国计量出版社

Uncertainty of determination of mercury in food using atomic fluorescence spectrometry

Yan Jun Xu Chaoyi Jin Yuqin

(Beijing Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau of P.R.C., Beijing 100029)

Abstract Determination of mercury in food using Atomic Fluorescence Spectrometry was addressed. The analysis of step diluted element standard solution was carried out. The source of uncertainty and quantized uncertainty component were researched.

Key words Atomic Fluorescence Spectrometry Food Mercury Uncertainty

(下接第 20 页)

Analysis of volatile components of *Ocimum basilicum* L. by GCMS

Li Jianwen¹ Chen Guilin¹ He Hongju²

(1 Department of Horticulture, Hebei Agricultural University, Baoding 071001)

(2 Beijing Vegetable Research Center, Beijing 100089)

Abstract The simultaneous distillation-Extraction is used for extracting the volatile substances in *Ocimum basilicum* L. 27 kinds of chemical components were identified by gas chromatography-mass spectrometry (GCMS). The main compounds extracted are beta-Linalool, p-Allylanisole, Eugenol and Eucalyptol.

Key words GCMS *Ocimum basilicum* L. Volatile components Simultaneous distillation-extraction