

三种不同产地桉叶挥发油提取及其成分分析

陈燕銮,刘秋琼,林秋晓,陈妙芬,温 劲

(广东省人民医院,广东省医学科学院药学部,广州 510080)

[摘要] 目的 比较3种不同产地桉叶的挥发油提取率及挥发油中3种主要成分的含量。方法 采用水蒸汽蒸馏法提取挥发油,然后应用气相色谱-质谱(GC-MS)联用技术对挥发油中的3种主要成分进行分析。采用外标两点法标准曲线方程和峰面积计算出各成分的含量。结果 云南产蓝桉叶和大叶桉叶挥发油中, α -蒎烯,柠檬烯和桉油精的含量较接近,而四川产大叶桉叶挥发油中这3种成分的含量与前两者比较差异有显著性。前两者的桉油精含量最高,而后者是 α -蒎烯的含量最高。结论 不同产地桉叶挥发油化学成分含量有很大的差异。

[关键词] 桉叶;挥发油;成分分析

[中图分类号] R284.1

[文献标识码] A

[文章编号] 1004-0781(2009)07-0852-02

桉树原产于澳大利亚,是桃金娘科杯果木属、伞房属和桉树属3个属树木的总称。桉树用途广泛,是世界上极有价值的硬木资源之一。桉叶可提取桉叶油,是医药、香料和化学工业的重要原料,具有一定的药用价值^[1,2]。

不同种的桉树中挥发油的成分及含量有很大不同^[3]。蓝桉叶中含挥发油0.92%~2.89%,其主要成分为1,8-桉油素、 α -松油醇、 δ -及 α -蒎烯、乙酸松油脂、香橙烯、 τ -松萜醇等。大叶桉为桃金娘科桉属植物大叶桉,以叶入药。大叶桉叶中挥发油的含量为0.82%,单萜和含氧单萜是大叶桉叶精油的主要化学成分,其中单萜中的 α -蒎烯含量最多,占精油总量的46%~67%,除此之外还有桉油素、百里香酚、蓝桉醇、1-油酮、 α -水芹烯、 β -蒎烯等^[4,5]。其药理作用及临床应用与蓝桉相似。

由于桉叶的产地较多,对不同产地的桉叶挥发油的化学物质含量的报道较少,故笔者通过实验对3种不同产地的桉叶挥发油进行比较。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 气相色谱-质谱联用仪:FinniganGC-MS;标准挥发油提取器(上海玻璃仪器厂)。

1.2 试剂 蓝桉叶(云南省楚雄彝族自治州产);大叶桉叶(云南省楚雄彝族自治州产);大叶桉叶(四川省凉山州产);正己烷(分析纯试剂,天津红岩试剂厂,批号:20050903); α -蒎烯对照品(中国药品生物制品检定所;含量:99.6%;批号:20030201);柠檬烯对照品(中国药品生物制品检定所;含量:95%;批号:20030201);桉油精对照品(中国药品生物制品检定所;含量:99.6%;批号:20030201)。

2 方法与结果

2.1 挥发油的提取制备 参照《中华人民共和国药典》2005年版一部附录“挥发油测定法”的甲法:称取粉碎的药材粗粉[过(850±29) μ m(20目)筛]约60g,置于烧瓶中,加入600mL水(10倍量),振荡混合后,连接挥发油测定器,自测定器上端加水使充满刻度部分,并溢流入烧瓶时为止,然后连接回流冷凝管,

将烧瓶内容物加热至沸腾,微沸状态保持约5h,停止加热,静置,使油水分层,读出刻度,开启测定器下端活塞,缓缓放出水层,收集挥发油。所得挥发油均为淡黄色液体,并具有香味。每种药材提取3次,第1次用冷却水机提供冷凝水(水温10℃),第2和第3次用普通自来水做冷凝水(水温30℃)。

2.2 对照品溶液的配制 精密称取 α -蒎烯对照品18.07mg,柠檬烯对照品18.70mg,桉油精对照品19.75mg,置10mL量瓶中,加正己烷定容至刻度,即得对照品溶液。

2.3 外标两点法标准曲线的制备 精密量取对照品溶液1.0mL,分别置于2,100mL量瓶中,加正己烷定容至刻度。分别吸取1 μ L进行GC-MS分析。根据两种高低浓度的对照品及其峰面积得出标准曲线方程, α -蒎烯: $Y=3 \times 10^{-6} + 4.1093$;柠檬烯: $Y=3 \times 10^{-6} + 5.4287$;桉油精: $Y=3 \times 10^{-6} + 4.9354$ 。 α -蒎烯线性范围18.00~899.89ng,柠檬烯线性范围17.77~888.25ng,桉油精线性范围为19.67~983.55ng。

2.4 挥发油供试品溶液的制备 精密称取提取的挥发油约10mg,置10mL量瓶,用正己烷定容至刻度,摇匀,即得。吸取1 μ L进行GC-MS分析。

2.5 挥发油的气相色谱-质谱联用(GC-MS)分析

2.5.1 色谱条件 色谱柱:DB-WAX石英毛细管柱(30m \times 0.25mm,0.25 μ m);升温程序:初始温度50℃,保持4min后以2℃ \cdot min⁻¹升至65℃,保持1min后再以10℃ \cdot min⁻¹升至220℃,保持7min;进样口温度:220℃;进样量:1 μ L;载气(He)流量:1mL \cdot min⁻¹;分流比为30:1。

2.5.2 质谱条件 离子源:EI;离子源温度:230℃;传输线温度:230℃;扫描范围(m/z):29~400。

2.6 结果

2.6.1 挥发油的收率 结果见表1。

供试药材	1#	2#	3#
云南产蓝桉叶	5.00	3.70	3.58
云南产大叶桉叶	3.17	2.50	2.52
四川产大叶桉叶	1.00	0.91	0.85

2.6.2 各药材挥发油中三种指标成分的定量分析 按照上述色谱以及质谱分析条件,测出3种对照品的保留时间和峰面积,其离子流色谱图见图1,对3种药材的3批挥发油提取物进

[收稿日期] 2008-07-10

[作者简介] 陈燕銮(1978-),女,广东汕头人,药师,学士,从事医院药剂工作。电话:(0)13922195357, E-mail:chenyanluan666@163.com。

行 GC-MS 分析,其总离子流色谱图见图 2~4。通过对各色谱峰的质谱数据以及保留时间与化学对照品(α -蒎烯、柠檬烯、桉油精)进行比较,通过外标两点法进行定量,其含量结果见表 1。

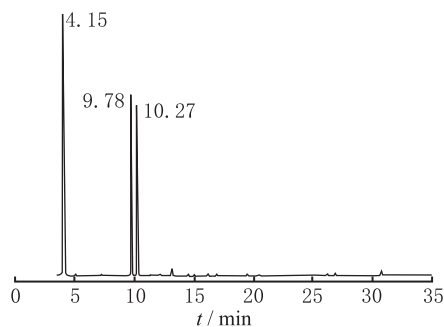


图 1 对照品的 GC-MS 分析的总离子流色谱图

4.15 min 为 α -蒎烯,9.78 min 为柠檬烯,10.27 min 为桉油精

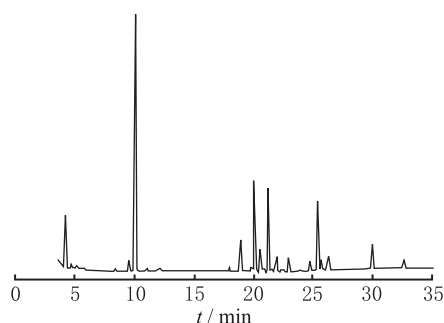


图 2 蓝桉(云南产)挥发油的 GC-MS 分析的总离子流色谱图

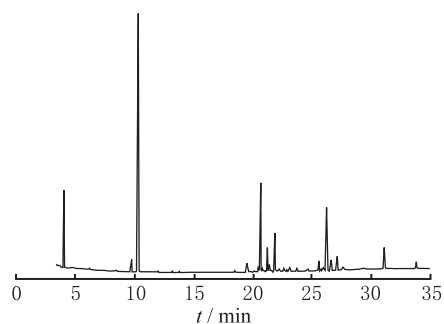


图 3 大叶桉(云南产)挥发油的 GC-MS 分析的总离子流色谱图

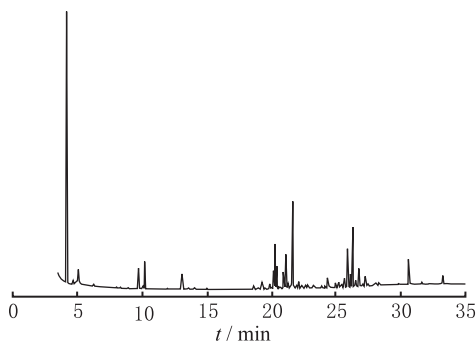


图 4 大叶桉(四川凉山州)挥发油的 GC-MS 分析的总离子流色谱图

表 2 各药材挥发油中三种化学成分的含量

药材	化学成分	含量/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)		平均含量/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	RSD/ %	1#含量/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
		2#	3#			
蓝桉(云南产)	α -蒎烯	1.66	1.35	1.51	14.56	2.81
	柠檬烯	1.02	0.87	0.94	11.22	1.38
	桉油精	10.77	10.47	10.62	2.00	11.03
大叶桉(云南产)	α -蒎烯	2.21	2.13	2.17	2.61	2.48
	柠檬烯	0.98	0.97	0.98	0.72	1.19
	桉油精	10.86	10.79	10.83	0.46	10.20
大叶桉(四川产)	α -蒎烯	6.68	6.23	6.46	4.93	8.09
	柠檬烯	1.32	1.10	1.21	12.86	1.39
	桉油精	1.58	1.44	1.51	6.56	1.06

3 讨论

通过挥发油中 3 种代表物质的含量及其在总挥发油的百分比的比较发现:在云南产的蓝桉叶和大叶桉叶挥发油中,这 3 种物质的含量接近,而四川产大叶桉叶挥发油则有较大的差异;前两者的挥发油中桉油精的含量最高,而后者则是 α -蒎烯的含量最高,桉油精的含量最低。说明产地不同,挥发油化学成分的含量也有很大的差异。 α -蒎烯,柠檬烯,桉油精是标准桃金娘油的主要成分^[6],本实验为标准桃金娘油的提取提供了一定的科学数据。

用蒸馏法提取挥发油时,实验发现冷凝水的温度不同,挥发油的提取率方面也不同,用 10 $^{\circ}\text{C}$ 冷凝水比用 30 $^{\circ}\text{C}$ 的冷凝水提取率高,且前者的 α -蒎烯和柠檬烯的含量比后者高。冷凝水的最佳提取温度有待进一步研究。

GC-MS 法作为挥发性成分的一种研究方法,在国内外已有报道^[7]。本实验也再次证明用 GC-MS 联用技术测定挥发油的成分是一种成熟的方法,而且该方法具有简便,准确和快速等优点。

[DOI] 10.3870/yydb.2009.07.010

[参考文献]

- [1] 林 政. 我国桉树专题文献研究[J]. 农业图书情报学刊, 2006, 18 (1): 152-154.
- [2] 林 政. 我国桉树研究人员计量分析[J]. 农业图书情报学刊, 2006, 18 (4): 155-158.
- [3] 田玉红. 广西桉叶挥发性成分分析及抗菌抗氧化性能研究[D]. 南宁: 广西大学, 2006.
- [4] 郭向群, 曹建民. 蓝桉和大叶桉不同部位中的挥发油含量测定[J]. 卫生职业教育, 2003, 21 (2): 124.
- [5] 叶 舟. 大叶桉叶精油化学成分及其抑菌活性[J]. 福建林学院学报, 2007, 27 (1): 48-51.
- [6] 谢胜新. 吉诺通的药理作用与临床应用[J]. 中国医院药学杂志, 2006, 26 (1): 8.
- [7] 刘玉明, 柴逸峰, 吴玉田, 等. GC-MS 对蓝桉果实及大叶桉果实挥发油成分研究[J]. 药物分析杂志, 2004, 24 (1): 24-26.