

紫丁香叶挥发性化学成分季节性变化的 GC/MS 研究

回瑞华, 侯冬岩, 李铁纯, 刘晓媛, 李学成

(鞍山师范学院化学系, 辽宁 鞍山 114007)

摘要: 采用水蒸气蒸馏法提取不同季节紫丁香叶挥发性化学成分, 用气相色谱法分离, 质谱法鉴定其结构, 对不同季节紫丁香叶挥发性化学成分变化进行研究。结果表明, 紫丁香叶挥发油成分和含量在不同季节有很大的变化, 5 月份紫丁香叶的挥发油中主要成分为萜类化合物, 而 6、7 月份紫丁香叶的挥发油中主要成分为青叶醇、 α -绿叶烯和香叶芳樟醇。

关键词: 紫丁香叶; 挥发油; 不同季节; 气相色谱-质谱

中图分类号: O 657.63 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-2997(2008)01-18-03

Study on the Volatile Constituents in Leaf of *Syringa Oblata* Lindl. at Different Season

HUI Rui-hua, HOU Dong-yan, LI Tie-chun, LIU Xiao-yuan, LI Xue-cheng

(Department of Chemistry, Anshan Normal University, Anshan 114007, China)

Abstract: Variation of the volatile components from leaf of *Syringa Oblata* Lindl. at different season was described. The volatile substances from leaves of *Syringa Oblata* Lindl. were extracted by hydro-distillation. The components were separated by gas chromatography and identified by gas chromatography-mass spectrometry (GC/MS). The results show that the yield and composition of the volatile oil at different season are notably varied. The major compounds of the volatile oil from leaves of *Syringa Oblata* Lindl. are terpene constituents in May. The major compounds of the volatile oil from leaves of *Syringa Oblata* Lindl. are 3-hexen-1-ol, α -patcholene and geranyllinalool in June and July.

Key words: leaf of *Syringa Oblata* Lindl.; volatile oil; different season; GC/MS

紫丁香 (*Syringa Oblata* Lindl.) 系木犀科 (Oleaceae) 丁香属植物, 英文名 Lilac, 为落叶灌木。它抗逆性强、分布广, 主要分布在我国吉林、辽宁、河北、山东、山西、内蒙古等地, 垂直分布在海拔 800~1 500 m 之间, 在海拔 1 200 m

以下生长良好, 在海拔 350 m 左右人工栽培的紫丁香也能正常生长。紫丁香花和叶具有浓郁的香气并含有挥发油^[1-2], 挥发油中主要成分均为萜类化合物, 具有很强的杀菌、防腐能力^[3]。关于紫丁香叶的挥发油中化学成分的研究少见

报道,本工作对紫丁香叶挥发性化学成分季节性变化进行研究,将为紫丁香叶在医学、食品等领域的应用提供科学依据。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

HP 6890-5973 型气相色谱-质谱联用仪;美国惠普公司产品;R2-201 型旋转蒸发器;上海中科机械研究所产品;无水硫酸钠;分析纯;紫丁香叶;2005 年 4~8 月采自中国辽宁千山的新鲜紫丁香鲜叶,阴干粉碎(过孔径为 0.3 mm 筛)备用。

1.2 紫丁香叶挥发油的提取

分别取取自 4~8 月的 50 g 粉碎的干燥紫丁香叶置于 1 000 mL 圆底烧瓶中,加入 400 mL 去离子水浸泡。水蒸气蒸馏 5 h,馏出液用乙醚连续萃取 3 次,旋转蒸发器除去乙醚,得到黄色透明液体。用活化过的无水硫酸钠脱水,提取率列于表 1。

表 1 不同月份的紫丁香叶挥发油提取率

Table 1 Extraction rate of volatile oil of leaf in *Syringa Oblata* Lindl. at different months

月份	4 月	5 月	6 月	7 月	8 月
提取率	0.90	1.25	1.20	0.85	0.56

1.3 气相色谱-质谱测定

1.3.1 色谱条件 色谱柱:HP-5 弹性石英毛细管柱 25 m×0.25 mm×0.33 μm;升温程序:初始温度 60 °C,以 5 °C·min⁻¹升至 200 °C,保持 2 min;汽化温度:230 °C;进样量:0.2 μL;溶剂延迟:3 min;载气(He)流量:2 mL·min⁻¹;分流比:20:1。

1.3.2 质谱条件 电子轰击(EI)离子源;离子源温度:200 °C;电子能量:70 eV;发射电流:34.6 μA;电子倍增器电压:1 200 V;接口温度 230 °C;质量扫描范围 m/z 20~500。

1.4 测定方法

分别取 4~8 月采摘的紫丁香叶挥发油样品各 0.2 μL,用气相色谱-质谱联用仪进行分析鉴定。通过 G170LBA 化学工作站数据处理系统,

检索 Nist98 谱图库,并分别与八峰索引及 EPA/NIH 质谱图集的标准谱图进行对照,复合,再结合有关文献进行人工谱图解析^[4-5],确认其挥发油的各个化学成分。通过 G1701BA 化学工作站数据处理系统,按面积归一化法进行定量分析,分别求得各化学成分在挥发油中的相对百分含量。

2 结果与结论

2.1 实验结果

将确认的不同月份紫丁香叶挥发油中的化学成分及求得的各化学成分在挥发油中相对百分含量列于表 2。

2.2 结论

从 4 月份紫丁香叶的挥发油中鉴定出 11 种化合物,其主要成分为:紫丁香醛(20.88%),青叶醇(14.64%),2-戊醇(7.62%), α -杜松醇(5.70%), α -绿叶烯(3.28%);从 5 月份紫丁香叶的挥发油中鉴定出 12 种化合物,其主要成分为: α -蒎烯(14.93%), β -水芹烯(7.37%), β -蒎烯(4.25%), α -绿叶烯(5.56%),香叶芳樟醇(9.06%);从 6 月份紫丁香叶的挥发油中鉴定出 12 种化合物,其主要成分为:青叶醇(19.85%), α -绿叶烯(13.04%),乙酸芳樟醇酯(2.49%),2-戊醇(5.14%),香叶芳樟醇(2.32%);从 7 月份紫丁香叶的挥发油中鉴定出 14 种化合物,其主要成分为:青叶醇(18.31%),2-戊醇(6.05%),紫丁香醛(7.40%), α -绿叶烯(7.17%),香叶芳樟醇(2.68%);从 8 月份紫丁香叶的挥发油中鉴定出 8 种化合物,其主要成分为:己酸(16.91%), α -绿叶烯(4.00%),香叶芳樟醇(10.76%)。结果表明,紫丁香叶挥发油成分和含量在不同季节有很大的变化,紫丁香叶挥发油的主要成分是青叶醇(3.09%~19.85%), α -蒎烯(1.21%~14.93%), α -绿叶烯(3.28%~13.04%),香叶芳樟醇(2.32%~10.76%)。

由分析结果可知,5 月份紫丁香叶的挥发油中主要成分为萜类化合物,萜类化合物是重要的香料成分。而 6、7 月份紫丁香叶的挥发油中主要成分为青叶醇、 α -绿叶烯和香叶芳樟醇,它们均具有很强的杀菌、防腐能力。

表 2 不同月份的紫丁香叶挥发油中化学成分鉴定结果

Table 2 Identified components of volatile oil of leaf in *Syringa Oblata* Lindl. at different monthes

序号	保留时间	化合物	质量百分含量/%					相对分子质量	相似度/%
			4月	5月	6月	7月	8月		
1	3.48	2-戊醇 2-Pentanol	7.62	—	5.14	6.06	—	88	92
2	3.52	青叶醇 3-Hexen-1-ol	14.64	—	19.85	18.31	3.09	100	95
3	3.70	苯甲醛 Benzenemethanol	—	—	—	4.38	—	106	96
4	3.73	环己烯-3-甲醛 3-Cyclohexene-carboxaldehyde	4.71	—	3.84	—	—	110	90
5	4.70	1,3-二氧戊环-2-甲醇 1,3-Dioxolane-2-methanol	—	—	—	1.56	—	104	94
6	5.10	α -蒎烯 α -Pinene	1.28	14.93	1.21	—	—	136	95
7	5.24	胡薄荷酮 Pulegone	—	—	—	1.49	—	152	92
8	5.43	蒎烯 β -水芹烯 Camphene	—	3.28	—	—	—	136	97
9	6.05	β -蒎烯 β -Phellandrene	—	7.37	—	—	—	136	91
10	6.14	β -蒎烯 β -Pinene	—	4.25	0.75	—	—	136	95
11	6.69	己酸 Hexanoic acid	—	—	—	—	16.91	116	90
12	7.60	柠檬油精 Limonene	—	1.46	—	—	—	136	94
13	7.90	丁香酚 1,2-Dimethoxy-4-(2-propeny1) benzene	—	—	—	1.77	—	108	95
14	8.12	苯乙醛 Benzeneacetaldehyde	—	—	3.17	—	—	120	83
15	10.30	紫丁香醛 Lilac aldehyde	20.88	—	—	7.40	—	122	94
16	12.80	4-三甲基-3-环己烯-1-甲醇 4-Trimethyl-3-cyclohexene-1-methanol	—	—	—	0.97	—	154	86
17	15.98	α -绿叶烯 α -Patcholene	3.28	5.56	13.04	7.17	4.00	194	92
18	16.31	2,6,10,10-四甲基-1-氧杂-螺环[4,5] 癸-6-烯 2,6,10,10-Tetramethyl-1-oxa- spiro[4,5]dec-6-en	1.78	3.62	3.88	2.79	—	194	92
19	19.08	乙酸芳樟醇酯 Linalyl acetate	—	—	2.49	—	—	196	94
20	19.58	十四烷 Tetradecane	—	0.96	—	—	—	198	92
21	22.62	十五烷 Pentadecane	—	2.53	—	2.01	1.87	204	96
22	25.53	十六烷 Hexadecane	1.11	6.11	1.94	3.55	6.69	204	97
23	26.90	α -杜松醇 α -Cadonol	5.70	—	—	—	—	254	90
24	28.29	十七烷 Heptadecane	2.86	10.44	3.20	6.23	10.76	252	96
25	28.44	香叶芳樟醇 Geranyllinalol	2.76	9.06	2.32	2.68	10.76	256	96
26	29.80	十六酸 Hexadecanoic acid	—	—	—	—	2.46	194	93

参考文献:

- [1] 薛敦渊, 李兆琳, 陈耀祖. 华北紫丁香花香气成分的研究[J]. 兰州大学学报:自然科学版, 1992, 38(3): 81-85.
- [2] 回瑞华, 魏倩, 肇虹岩. 辽宁紫丁香花挥发油化学成分的研究[J]. 辽宁大学学报:自然科学版, 1993, 20(2): 94-96.
- [3] 回瑞华, 侯冬岩, 李铁纯. GC/MS 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): 210-213.

- [4] HELLER S R, MILNE G W A. EPA / NIH mass spectral data base[M]. Washington: US Government Printing Office, 1978.
- [5] 江苏新医学院. 中药大辞典(附编)[M]. 上海:上海科学技术出版社, 1979: 305-587.