

不同方法提取巴戟天挥发性成分的研究

伊勇涛¹, 杨振民^{1,2}, 胡军¹, 范坚强³, 洪祖灿³, 赵明月^{1*} (1. 郑州烟草研究院, 河南郑州, 450001; 2. 中国科学院大连化学物理研究所, 辽宁大连 116023; 3. 福建省龙岩烟草工业有限责任公司, 福建龙岩 364021)

摘要 采用水蒸气蒸馏萃取法(DSE)和同时蒸馏萃取法(SDE)提取巴戟天的挥发性成分,并用气相色谱-质谱仪(GC/MS)对提取成分进行定性、定量分析。结果表明,从DSE、SDE法提取的挥发性成分中分别鉴定出30(总含量58.24 μg/g)、26种化合物(总含量86.66 μg/g),2种方法共提取出36种化合物,其中十六酸含量最高,其次为亚油酸、油酸、邻苯二甲酸二异丁酯、间甲苯甲醛、龙脑。

关键词 巴戟天;挥发性成分;GC/MS

中图分类号 S567.1⁺9 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2009)24-11540-02

Study on Extraction of Volatile Components from *Morinda officinalis* How by Different Methods

YI Yong-tao et al (Zhengzhou Tobacco Research Institute, Zhengzhou, Henan 450001)

Abstract The volatile components in *Morinda officinalis* How were extracted by distillation extraction method (DSE) and simultaneous distillation extraction method (SDE). The extracted components were qualitatively and quantitatively analyzed by gas chromatography mass spectrometry (GC/MS). The results showed that 30 (total content), 26 compounds were identified from the volatile components extracted by DSE, SDE methods resp. 36 kinds of components were extracted by 2 methods in total, among them the content of hexadecanoic acid was the highest, and the following were those of linoleic acid, oleic acid, diisobutyl phthalate, 3-methyl-1-Benzaldehyde and borneol.

Key words *Morinda officinalis* How; Volatile components; GC/MS

巴戟天(*Morinda officina* How)又名巴戟,为茜草科多年生攀援木质藤本植物,其肉质根可入药^[1]。现代研究证明,巴戟天具有抗疲劳、抗抑郁、抗炎、抗氧化等作用^[2]。近年来,有关巴戟天化学成分的研究较多^[3]。巴戟天挥发性成分的提取方法主要为水蒸气蒸馏法^[4-5],笔者采用水蒸气蒸馏和同时蒸馏萃取2种方法提取巴戟天的挥发性成分,采用GC/MS技术分别对2种方法提取物的化学成分进行分离鉴定,同时采用内标法测定各化学成分的含量,以期为巴戟天化学成分的开发利用提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料 巴戟天药材(10年生),采自福建省永定县。主要仪器:气质联用仪(7890A/5975C)(安捷伦公司);旋转蒸馏蒸发器 RE-52AA(上海安亭实验仪器有限公司);水蒸气蒸馏装置;同时蒸馏萃取仪(自制)。试剂:二氯甲烷和无水硫酸钠均为国产分析纯;乙酸苯乙酯(AR,上海试剂总厂)(内标)。

1.2 方法

1.2.1 水蒸气蒸馏法(DSE)提取巴戟天化学成分。将巴戟天样品烘干,粉碎,过40目筛。称取25.0g巴戟天粉末和350ml蒸馏水置于1000ml圆底烧瓶中,用水蒸气蒸馏2h,得约500ml馏出液。将馏出液转移至1000ml分液漏斗中后,用500ml二氯甲烷萃取2次(250ml/次),合并萃取液,得500ml二氯甲烷萃取液。将二氯甲烷萃取液用无水硫酸钠干燥过夜,用旋转蒸发器浓缩至1ml,加入内标乙酸苯乙酯,进行GC/MS分析。

1.2.2 同时蒸馏萃取法(SDE)提取巴戟天化学成分。将巴戟天样品烘干,粉碎,过40目筛。称取25.0g巴戟天粉末和350ml水置于同时蒸馏萃取装置一端的1000ml圆底烧瓶中,用可控制电压的电炉进行加热。装置另一端为盛有40

ml二氯甲烷的100ml圆底烧瓶(在60℃水浴中加热),同时蒸馏萃取2h。二氯甲烷萃取液用无水硫酸钠干燥过夜,用旋转蒸发器浓缩至1ml,加入内标乙酸苯乙酯,进行GC/MS分析。

1.2.3 GC/MS分析。GC/MS分析测试条件:色谱柱为HP-5MS(30m×0.25mm×0.25μm);载气为He;流速为0.6ml/min;进样温度为250℃;进样量为2ul;分流比为5:1;程序升温:60℃保持1min(2℃/min)→260℃保持30min;接口温度为280℃;质谱扫描范围为30~400amu;离子源为EI源,电子能量为0.07keV;离子源温度为230℃;四极杆温度为150℃。

按上述条件对巴戟天挥发性成分进行分离鉴定,参考G1701EA化学工作站检索Nist05标准质谱图库确定化学组成,采用内标法对各化学成分进行分析(内标物为乙酸苯乙酯)。

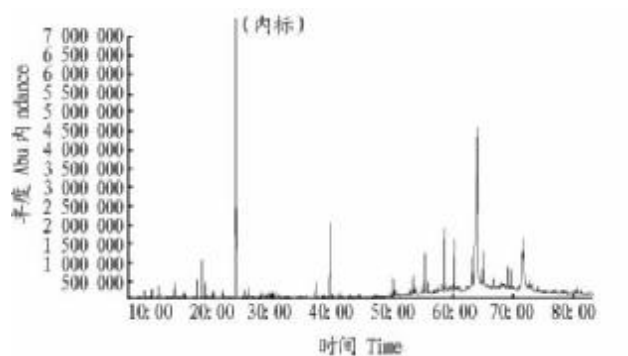


图1 巴戟天水蒸气蒸馏萃取成分总离子流

Fig. 1 Gas chromatogram of volatile compositions of Radix *Morinda officina* by DSE

2 结果与分析

由G1701EA化学工作站提供巴戟天挥发性成分的总离子流图,如图1,图2所示。根据图1、图2可确定巴戟天化学成分的组成,根据内标法测定结果可确定各化学成分的含量(表1)。

由图1、图2可知,水蒸气蒸馏法共提取鉴定出30种化

作者简介 伊勇涛(1982-),男,辽宁铁岭人,硕士研究生,研究方向:烟草化学。*通讯作者。

收稿日期 2009-04-20

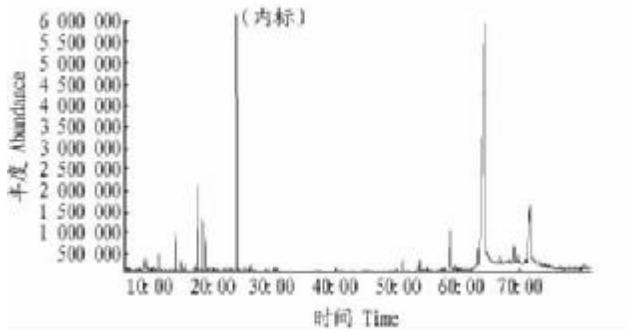


图2 巴戟天同时蒸馏萃取成分总离子流

Fig. 2 Gas chromatogram of volatile compositions of Radix Morindae officina by SDE

合物,而同时蒸馏萃取法共提取鉴定出 26 种化合物,同时蒸

馏萃取法适合于巴戟天低沸点物质的提取分析,而水蒸气蒸馏萃取法适合于巴戟天高沸点物质的提取分析。2 种方法提取挥发性成分时,提取温度、提取时间对一些低沸点成分影响较大。采用同时蒸馏萃取法提取时,萃取过程中温度较低且挥发性成分馏出后即可被二氯甲烷萃取,减少了挥发性成分的散失和某些热不稳定性及氧化成分的分解,有利于保存低沸点挥发性组分。而水蒸气蒸馏法提取过程中温度较高,且提取装置为开放系统,容易使一些低沸点化合物散失和热不稳定性及氧化成分遭到破坏^[6-7]。同时,烷烃类物质,如十五烷、十七烷、十八烷、十九烷和二十烷等只在水蒸气蒸馏萃取过程中得到,而同时蒸馏萃取对这些物质的提取效果不好。闫克玉等^[7-9]也发现同时蒸馏萃取法对烷烃类物质的提取不完全。

表 1 巴戟天挥发性化学成分及其含量

Table 1 Chemical composition and its contents of Radix Morindae officina

序号 Code	保留时间 Retention time	化合物 Compounds	分子式 Molecular formula	匹配度//% Matching degree	含量 Conent μg/g (DSE)	含量 Content μg/g (SDE)
1	7.947	Benzaldehyde	苯甲醛 C ₇ H ₆ O	87		0.16
2	8.833	Hexanoic acid	己酸 C ₆ H ₁₂ O ₂	83	0.28	1.39
3	10.427	Benzeneacetaldehyde	苯乙醛 C ₈ H ₈ O	92		0.32
4	11.139	Benzyl Alcohol	苯甲醇 C ₈ H ₁₀ O	98	0.65	1.04
5	13.835	Phenylethyl Alcohol	苯乙醇 C ₈ H ₁₀ O	94	0.77	1.70
6	14.757	Nonanal	壬醛 C ₉ H ₁₈ O	87		0.41
7	15.596	3,5,5-trimethyl-2-Cyclohexen-1-one	异佛尔酮 C ₉ H ₁₄ O	87		0.30
8	17.465	3-methyl-Benzaldehyde	间甲基苯甲醛 C ₈ H ₈ O	91	0.85	3.96
9	18.279	Borneol	龙脑 C ₁₀ H ₁₈ O	91	1.74	2.40
10	18.836	4-Methylbenzaldehyde	对甲基苯甲醛 C ₈ H ₈ O	91	0.69	1.61
11	21.645	Benzothiazole1,3,3-trimethyl-2-Oxabicyclo[2.2.2]octan-6-ol	苯并噻唑 C ₇ H ₅ NS	97	0.35	
12	21.813	1,3,3-三甲基-2-氧杂二环[2.2.2]	辛-6-醇 C ₁₀ H ₁₈ O ₂	97	0.23	0.29
13	25.251	Nonanoic acid	壬酸 C ₉ H ₁₈ O ₂	96		0.47
14	26.066	4-(1-methylethyl) Benzenemethanol	对异丙基苯甲醇 C ₁₀ H ₁₄ O	97	0.57	0.30
15	28.246	Pentadecane	正十五烷 C ₁₅ H ₃₂	91	0.22	
16	30.456	dihydro-5-pentyl-2(3H)-Furanoneγ-	壬内酯 C ₉ H ₁₆ O ₂	90	0.27	0.39
17	39.554	Butylated Hydroxytoluene2,6-(R)-3,4-dihydro-8-hydr	二叔丁基对甲基苯酚 C ₁₅ H ₂₄ O	98	3.03	
18	41.148	oxy-3- methyl-1H-2-Benzopyran-1-one 8-羟基-3-甲基-苯并二氢吡喃-1-酮	C ₁₀ H ₁₀ O ₃	98	0.32	
19	49.683	1-Heptadecene	十七烯 C ₁₇ H ₃₄	89		
20	50.078	Heptadecane	十七烷 C ₁₇ H ₃₆	98		
21	50.821	Tetradecanal	桃醛 C ₁₄ H ₂₈ O	98	0.19	
22	53.379	Phenanthrene	菲 C ₁₄ H ₁₀	96	0.76	
23	53.66	Tetradecanoic acid Octadecane	十四酸 C ₁₄ H ₂₈ O ₂	97	0.34	0.57
24	55.325		十八烷 C ₁₈ H ₃₈	98	1.05	0.44
25	55.798	2,6,10,14-tetram ethyl-Hexadecane 1,2-Benzenedicarboxylic	植烷 C ₂₀ H ₄₂	90	0.20	0.64
26	58.697	邻苯二甲酸二异丁酯	邻苯二甲酸二异丁酯 C ₁₆ H ₂₂ O ₄	90	1.85	
27	59.584	acid, bis(2-methylpropyl) ester (Z)-9,17-Octadecadienal, (9z,17z) -	十八碳二烯醛 C ₁₈ H ₃₂ O		0.96	
28	63.004	-Nonadecene	十九烯 C ₁₉ H ₃₈	97	3.06	3.20
29	60.327	Nonadecane	十九烷 C ₁₉ H ₄₀	97		0.33
30	63.238	Dibutyl phthalate	邻苯二甲酸二丁酯 C ₁₆ H ₂₂ O ₄	96	0.43	0.66
31	64.124	n-Hexadecanoic acid 十六酸	C ₁₆ H ₃₂ O ₂		99	2.01
32	65.106	Eicosane	二十烷 C ₂₀ H ₄₂	99	1.55	1.20
33	69.114	2-methyl-9,10-Anthracenedione	2-甲基蒽醌 C ₁₅ H ₁₀ O ₂	98	23.44	48.16
34	69.665	Heneicosane	正二十一烷 C ₂₁ H ₄₄	91	1.28	
35	71.539	(Z,Z)-9,12-Octadecadienoic acid 亚油酸	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	99	1.43	1.27
36	71.779	Oleic Acid	油酸 C ₁₈ H ₃₄ O ₂	99	0.89	0.52

水蒸气蒸馏萃取法和同时蒸馏萃取法提取的巴戟天挥发性成分的含量分别为 58.24、82.66 μg/g,可见,同时蒸馏萃取法提取的化学成分的得率较高。水蒸气蒸馏萃取法和

同时蒸馏萃取法提取的十六酸的含量分别为 23.44、48.16 μg/g,后者是前者的 2 倍多。

(下转第 11572 页)

贡水水系的充沛,致使此区域昆虫相当丰富,为蜘蛛繁育提供良好的条件。与赣东南其他区域相比,贵溪市际阳峰自然保护区有30科102属240种,资溪县的马头山自然保护区有27科72属167种,黎川县的岩泉自然保护区有25科72属148种,乐安县的老虎脑自然保护区有26科73属143种,永丰县水浆国家森林公园有14科48属111种^[15-19]。于都县蜘蛛多样性水平较高,直接反映在于都县蜘蛛科数最多,属数和种数中等,其中,属数依次为跳蛛科>园蛛科>球蛛科>暗蛛科>狼蛛科>蟹蛛科>妩蛛科,种数依次为园蛛科>跳蛛科>球蛛科>暗蛛科>狼蛛科>猫蛛科>肖蛸科,而暗蛛、妩蛛和猫蛛科为地方特殊科属,棒络新妇、尖斑银鳞蛛、前齿肖蛸、斜纹猫蛛和机敏漏斗蛛为常见优势种。

参考文献

- [1] 于都县志编纂委员会. 于都县志[N]. 北京: 新华出版社, 1991.
- [2] 宋大祥, 朱明生, 张锋. 中国动物志, 蛛形纲, 蜘蛛目, 平腹蛛科[M]. 北京: 科学出版社, 2004.
- [3] 朱明生, 宋大祥, 张俊霞. 中国动物志, 蛛形纲, 蜘蛛目, 肖蛸科[M]. 北京: 科学出版社, 2003.
- [4] 宋大祥, 朱明生, 陈军. 河北动物志——蜘蛛类[M]. 河北科技出版社, 2001.
- [5] SONG D X, ZHU M S, CHEN J. The spiders of China[M]. Shijiazhuang: Hebei Science and Technology Publishing House, 2000.
- [6] WANG X P, 2002 A generic-level revision of the spider subfamily Coelotinae (Araneae, Amaurobiidae)[J]. Bulletin of the American Museum of Natural History, 2002, 269: -150.
- [7] 朱明生. 中国动物志, 蛛形纲, 蜘蛛目, 球蛛科[M]. 北京: 科学出版社,

1998.

- [8] 尹长民, 王家福, 朱明生等. 中国动物志, 蛛形纲, 蜘蛛目, 园蛛科[M]. 北京: 科学出版社, 1997.
- [9] 宋大祥, 朱明生. 中国动物志, 蛛形纲, 蜘蛛目, 蟹蛛科, 逍遥蛛科[M]. 北京: 科学出版社, 1997.
- [10] 尹长民, 彭贤锦, 谢莉萍等. 中国狼蛛[M]. 长沙: 湖南师范大学出版社, 1997.
- [11] 彭贤锦, 谢莉萍, 肖小芹. 中国跳蛛[M]. 长沙: 湖南师范大学出版社, 1993.
- [12] 陈樟福, 张贞华. 浙江动物志——蜘蛛类[M]. 杭州: 浙江科学技术出版社, 1991.
- [13] 陈孝恩, 高君川. 四川农田蜘蛛彩色图册[M]. 成都: 四川科学技术出版社, 1990.
- [14] 张志升. 中国漏斗蛛科和暗蛛科的分类研究(蛛形纲: 蜘蛛目)[M]. 保定: 河北大学, 2003.
- [15] ZHANG ZHI SHENG, ZHU MING SHENG, SONG DA XIANG. On *Agelena labyrinthica* (Clerck, 1757) and some allied species, with descriptions of two new species of the genus *Agelena* from China (Araneae: Agelenidae)[J]. Zootaxa, 2005, 1021: 45-63.
- [16] ZHANG ZHI SHENG, ZHU MING SHENG, SONG DA XIANG. A new genus of funnel-web spiders, with notes on relationships of five genera from China (Araneae: Agelenidae)[J]. Oriental insects, 2006, 40: 77-89.
- [17] 陈连水, 袁凤辉, 周谷春, 等. 江西贵溪际阳峰自然保护区蜘蛛资源的研究[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(10): 4522-4524, 4853.
- [18] 陈连水, 袁凤辉, 饶军, 等. 江西马头山自然保护区蜘蛛初步名录[J]. 蛛形学报, 2004, 13(2): 119-124.
- [19] 袁凤辉, 陈连水, 饶军, 等. 江西黎川岩泉自然保护区蜘蛛研究初报[J]. 江西农业大学学报, 2004, 26(4): 512-516.
- [20] 袁凤辉, 刘细明, 陈连水, 等. 江西老虎脑自然保护区蜘蛛研究初报[J]. 江西农业学报, 2005, 17(1): 25-30.
- [21] 陈连水, 袁凤辉, 饶军, 等. 江西水浆自然保护区蜘蛛资源的初步研究[J]. 安徽农业科学, 2008, 36(5): 2014-2015.

(上接第11541页)

2种方法提取的相同的化学成分有20种,其中,十六酸含量最高,其次为亚油酸、油酸、邻苯二甲酸二异丁酯、间甲基苯甲醛、龙脑等。这与刘文炜等^[5]的研究结果不同,而与林励等^[4]报道的十六酸为巴戟天提取物主要化学成分的结论相同。同时,巴戟天提取物中还含有苯甲醛、苯乙醛、龙脑、2,6-二叔丁基对甲基苯酚、十七烷、十四酸、十八烷、十六酸,这与林励等^[4]和刘言炜等^[5]的研究结果相同。

3 结论

该研究首次采用同时蒸馏萃取法提取巴戟天的挥发性成分,结果表明,该方法较水蒸气蒸馏法保留了更多的低沸点成分,且萃取成分的含量远高于水蒸气蒸馏萃取物,但该方法对一些烷烃类物质的提取效果不好。另外,同时蒸馏萃取法较水蒸气蒸馏法简化了试验步骤,大大节省了有机溶剂

用量,减少了工作量,缩短了分析时间。

参考文献

- [1] 唐肖洪. 巴戟天的研究进展[J]. 中国现代中药, 2006, 8(11): 29-30.
- [2] 胡疆, 张卫东, 柳润辉, 等. 巴戟天化学成分及其生理活性研究进展[J]. 药学实践杂志, 2004, 22(4): 196-199.
- [3] 王卫平. 巴戟天化学成分和药理作用研究概况[J]. 时珍国医国药, 2000, 11(7): 665-666.
- [4] 林励, 徐鸿华, 王淑英, 等. 巴戟天挥发性成分的GC-MS分析. 广州中医药大学学报[J]. 1992, 9(4): 208-210.
- [5] 刘文炜, 高玉琼, 刘建华, 等. 巴戟天挥发性成分研究[J]. 生物技术, 2005, 15(6): 59-61.
- [6] 李西林, 须丽茵, 栾晶. 北苍术挥发油的提取与成分分析[J]. 上海中医药大学学报, 2008, 22(1): 59-61.
- [7] 闫金玉, 贾玉红, 闫洪洋. 水蒸气蒸馏萃取法和同时蒸馏萃取法提取款冬花挥发油的比较[J]. 河南农业科学, 2008, (7): 91-93.
- [8] 张怡莎, 周欣, 陈华国, 等. 不同方法提取的蓝布正挥发油的化学成分研究[J]. 药物分析杂志, 2008, 28(2): 263-266.
- [9] 陈屹, 姚卫蓉. 槐花精油的提取及其抗菌作用研究[J]. 安徽农业科学, 2008, 36(11): 4379-4381.