

GC-MS 分析显脉金花茶脂溶性成分*

Analysis of Liposoluble Components in *Camellia euphlebia* Merr. ex Sealy by GC-MS

刘 鹏¹, 莫建光^{2**}, 刘布鸣³, 黄 艳³, 高 微³, 覃祖前¹

LIU Peng¹, MO Jian-guang², LIU Bu-ming³, HUANG Yan³, GAO Wei³, QIN Zu-qian¹

(1. 广西中医药大学, 广西南宁 530001; 2. 广西分析测试研究中心, 广西南宁 530022; 3. 广西中药质量标准研究重点实验室, 广西南宁 530022)

(1. Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning, Guangxi, 530001, China; 2. Guangxi Research Center of Analysis and Testing, Nanning, Guangxi, 530022, China; 3. Guangxi Institute of Traditional Medical and Pharmaceutical Science, Nanning, Guangxi, 530022, China)

摘要:采用硅胶柱层析提取分离显脉金花茶(*Camellia euphlebia* Merr. ex Sealy)石油醚部位脂溶性成分,用甲酯化方法对提取物预处理,用气相色谱-质谱方法分析其化学成分。结果共鉴定出显脉金花茶石油醚部位成分中的 20 种脂溶性化合物,占总量的 81%,主要化学成分是有机酸类,占 35.99%,其中 β -香树素(17.24%)、棕榈酸(14.57%)、 α -香树精(13.6%)含量最高。所得到的 20 种成分均为首次从显脉金花茶叶中鉴定出来。

关键词:成分分析 脂溶性成分 金花茶 色谱-质谱联用

中图分类号:O657.63 文献标识码:A 文章编号:1005-9164(2012)04-0358-03

Abstract: Liposoluble components from *Camellia euphlebia* Merr. ex Sealy were separated by silica gel column chromatography, and the extracted substances were pretreated by means of methyl esterification and analyzed by GC-MS. 20 of the separated components were identified, amounting for 81%. Organic acids were major chemical constituents, amounting for 35.99%. β -Amyrin was the main component, amounting for 17.24% of the total, followed by palmitic acid (14.57%) and α -Amyrin (13.6%). These 20 components were first identified from *Camellia euphlebia* Merr. ex Sealy.

Key words: chemical component, liposoluble component, *Camellia euphlebia* Merr. ex Sealy, GC-MS

金花茶[*Camellia chrysantha* (Hu) Tuyama]系山茶科山茶属金花茶组植物,为常绿灌木或小乔木,于 20 世纪 60 年代初在我国广西首次被发现,素有“茶族皇后”、“植物界的大熊猫”的美誉^[1]。近年来的药理实验研究表明,金花茶植物具有对移植性恶性肿瘤有抑制作用,还具有降血压、降血脂、降低胆固醇和防止动脉粥样硬化等作用,其植物含有黄酮类、茶多酚、茶多糖等多种生理活性成分,同时还含有丰富的天然有机锗、硒和锌等维持人体健康有益的微量元素,十分适宜制茶,并且它还是壮族民间的一种传统

中草药^[2]。而显脉金花茶(*Camellia euphlebia* Merr. ex Sealy)是金花茶的一个品种,目前国内对显脉金花茶脂溶性成分的研究尚未见报道。本文对显脉金花茶石油醚部位分离得到的脂溶性化学成分进行分析,鉴定出 20 个化合物,其中主要成分是有机酸类。

1 实验部分

1.1 材料与仪器

显脉金花茶于 2010 年采集于广西防城港,经广西中医药研究院赖茂祥研究员鉴定为显脉金花茶(*Camellia euphlebia* Merr. ex Sealy)。所用的石油醚(60~90℃)、乙酸乙酯、苯、无水硫酸钠等均为分析纯级。所用仪器主要有美国 Agilent 6890A 气相色谱-5973N 质谱联用仪。

收稿日期:2012-10-08

作者简介:刘 鹏(1987-),男,硕士,主要从事中药质量控制研究。

* 广西科技基础条件平台建设计划项目(编号:11-114-14B),广西壮族自治区重点实验室支持项目资助。

** 通讯作者。

1.2 实验方法

1.2.1 供试品制备

称取显脉金花茶新鲜药材 10 kg, 粉碎, 95% 乙醇回流提取 3 次, 过滤, 合并提取液, 滤过减压回收乙醇, 得总浸膏(480g), 加水混悬, 依次用石油醚、氯仿、乙酸乙酯、水饱和正丁醇萃取, 回收溶剂后得提取物分别为 122g、46g、18g、79g。石油醚部位提取物(100 g)经硅胶柱层析, 石油醚-乙酸乙酯(100:0→95:5)梯度洗脱, 得 95 个流分。进一步硅胶柱分离得到半固体油状物 I, 经定性分析, 主要成分为长链脂肪烃和长链有机酸。取油状物 1200 mg 置于 50 ml 具塞烧瓶中, 加石油醚(60~90℃)-苯(1:1, V/V) 20 ml 使其溶解, 加 0.4 mol/L KOH-MeOH 溶液 10 ml, 摇匀, 于 45℃ 恒温水浴 1 h, 停止加热, 加纯净水 20 ml, 振摇, 待分层清晰后分取上清液, 经无水硫酸钠脱水, 过滤, 滤液作为供试品。

1.2.2 气相色谱-质谱分析条件

气相色谱条件: 色谱柱为 HP-5MS 石英毛细管色谱柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm); 升温程序: 初始温度 70℃, 保持 2 min, 以 13℃/min 升温至 230℃, 保持 3 min, 再以 8℃/min 升温至 280℃, 保持 12min; 载气为 He; 进样量 1 μl, 分流比为 50:1。

质谱条件: 电离方式 EI, 电离能量 70 eV, 进样口温度 250℃, 离子源温度 250℃, 扫描质量范围为 35~500 amu, 柱流量 1.0 ml/min。

1.2.3 分析方法

取 1.0 μl 供试品, 采用 GC-MS 分析, 所得的质谱

表 1 显脉金花茶脂溶性成分分析结果

Table 1 Liposoluble constituents of *Camellia euphlebia* Merr. ex Sealy

序号 No.	化合物 Compound	时间 Time (min)	分子式 Molecular formula	分子量 Molecular weight	相对含量 Relative content (%)	匹配度 Matching degree(%)
1	紫罗兰酮 4-(2,6,6-Trimethylcyclohex-2-en-1-yl)but-3-en-2-one	10.12	C ₁₃ H ₂₀ O	192	0.12	92
2	6,10-二甲基-5,9-十一双烯-2-酮 Geranylacetone	10.30	C ₁₃ H ₂₂ O	194	0.42	90
3	月桂酸 Dodecanoic acid	10.95	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	200	0.34	97
4	十四酸 Tetradecanoic acid	12.75	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	228	1.30	99
5	7,10-二烯十六烷酸 7,10-Hexadecadienoic acid	14.16	C ₁₆ H ₂₈ O ₂	252	0.24	98
6	(Z)-十六烯酸 Cis-9-Hexadecenoic acid	14.20	C ₁₆ H ₃₀ O ₂	254	0.12	99
7	棕榈酸 Palmitic acid	14.39	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	14.57	98
8	十七酸 Heptadecanoic acid	15.23	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270	0.32	99
9	亚油酸 Linoleic acid	15.95	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	280	5.9	99

图通过 HPMSD 化学工作站 NIST98 标准质谱数据库检索, 并把主要色谱峰的质谱裂片图与文献[2]核对, 按峰面积归一化法计算各化合物的百分含量。

2 结果与分析

在上述条件下对供试品进行 GC-MS 测试, 得到显脉金花茶石油醚部位脂溶性成分的总离子流(TIC)如图 1 所示。对总离子流图中各峰经质谱扫描, 得到的成分质谱图经 HPMSD 化学工作站 NIST98 标准质谱数据库检索, 并把主要色谱峰的质谱裂片图与文献[2]核对, 按峰面积归一化法计算各化合物的百分含量如表 1 所示。共从样品中鉴定出 20 个成分, 占总量的 81%, 主要化学成分是有机酸类, 占 35.99%, 其中 β-香树素(17.24%)、棕榈酸(14.57%)、α-香树精(13.6%)为含量最高者, 经过文献[3]检索发现, 所得到的 20 种成分均为首次从显脉金花茶叶中鉴定出来。

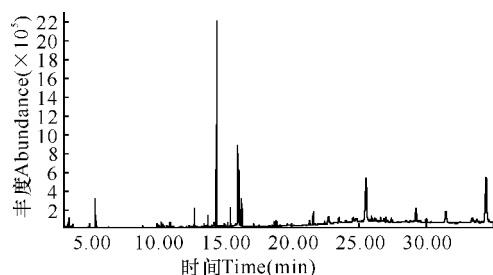


图 1 显脉金花茶脂溶性成分总离子流

Fig. 1 TIC of the liposoluble constituents of *Camellia euphlebia* Merr. ex Sealy

续表 1

Continue table 1

序号 No.	化合物 Compound	时间 Time (min)	分子式 Molecular formula	分子量 Molecular weight	相对含量 Relative content (%)	匹配度 Matching degree(%)
10	7-十八碳烯酸 7-Octadecenoic acid	16.00	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	330	9.1	99
11	叶绿醇 Phytol	16.14	C ₂₀ H ₄₀ O	296	1.5	90
12	十八碳酸 Octadecanoic acid	16.25	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284	2.58	99
13	邻苯二甲酸单(2-乙基己基)酯 Phthalic acid, mono-(2-ethylhexyl) ester	21.58	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278	1.52	91
14	1,2-环氧十九烷 1,2-Epoxyonadecane	22.68	C ₁₉ H ₃₈ O	282	2.48	94
15	α-香树精 α-Amyrin	25.50	C ₃₀ H ₅₀ O	426	13.6	92
16	十八醛 Octadecanal	27.37	C ₁₈ H ₃₆ O	268	0.88	91
17	天然维生素 E Vitamin E	29.19	C ₂₉ H ₅₀ O ₂	430	3.39	99
18	1,2-环氧十八烷 1,2-Epoxyoctadecane	31.41	C ₁₈ H ₃₆ O	268	3.44	91
19	5α-Stigmasta-7,16-dien-3β-ol	33.37	C ₂₉ H ₄₈ O	412	1.94	95
20	β-香树素 β-Amyrin	34.41	C ₃₀ H ₅₀ O	426	17.24	94

3 结束语

本次实验通过气相色谱-质谱联用分析,首次鉴定出显脉金花茶石油醚部位成分中的 20 种脂溶性化合物,占总量的 81%,主要是有机酸类,占 35.99%,其中 β-香树素(17.24%)、棕榈酸(14.57%)、α-香树精(13.6%)含量最高。本次对显脉金花茶脂溶性成分的分析研究,可以为显脉金花茶资源的开发利用,以及进一步成分研究提供科学基础和参考数据。

参考文献:

- [1] 陈月圆,黄永林,文永新.金花茶植物化学成分和药理作用研究进展[J].广西热带农业,2009(1):14-15.
- [2] 丛浦珠,李笋玉.天然有机质谱学[M].北京:中国医药科技出版社,2003.
- [3] 陈全斌,湛志华,张巧云,等.金花茶叶中黄酮甙元的分离提纯及其表征[J].广西热带农业,2005(6):10-11.

(责任编辑:邓大玉)

中国合成迄今最大长径比超细铂纳米线

金属铂性能优异,用途广泛,但是其资源却非常有限。为了解决此问题,人们采用铂的纳米化来提高其性能,减少用量。铂纳米线因具有较大的长径比、较少的缺陷位点、较少的晶界以及较多的表面原子,呈现出很高的催化活性,可以极大地减少铂催化剂的用量,在燃料电池、生物传感器、石油化工等领域具有十分广阔的应用前景。合成高质量的铂纳米线、最大限度地提高铂催化剂的性价比已经成为世界科学研究的热点和工业竞争的焦点。然而,国际上合成的铂纳米线存在直径较粗或长径比较小、产率不高等不足,制备既有超细直径又具高长径比的高质量铂纳米线仍然面临极大挑战。最近,中国科研人员研究提出一种基于生物蛋白分子诱导控制合成超细铂纳米线的新方法,利用胰岛素纤维的线性结构以及特定的活性基团诱导合成了直径仅为 1.8nm、长径比大于 104 的超细、超长铂纳米线。这是国际上首次合成如此大数值长径比的超细铂纳米线。该大数值长径比的超细铂纳米线经循环伏安测定,对甲醇氧化反应的单位面积催化活性相比于市售的铂碳催化剂提高了 18%,显示出优良的催化活性,在工业催化和分析检测等领域具有广阔的应用前景。

(据科学网)