

岗松露化学成分与杀菌作用分析^{*}

刘布鸣^{1**}, 柴玲¹, 李军集², 陈家章³

(1. 广西中医药研究院, 广西中药质量标准研究重点实验室, 广西南宁 530022; 2. 广西林业科学研究院, 广西南宁 530002; 3. 广西天源岗松油有限公司, 广西防城港 538000)

摘要: 为了研究岗松露化学成分及其杀菌作用, 并与岗松(精)油的化学成分进行对比分析, 以便为岗松露的开发与利用提供科学依据。本研究采用气相色谱-质谱分析技术对岗松露中的挥发性化学成分进行分析鉴定, 并采用面积归一化法测定主要化学成分的相对含量, 最后通过消毒杀菌实验检测岗松露对菌落群数的影响。结果显示, 岗松露中含挥发性成分约 0.2%; 从岗松露中分离鉴定出 30 多种化学成分, 占色谱总馏出峰面积的 90% 以上; 岗松露能明显减少或消灭菌落群。岗松露具有杀菌作用, 可开发作为天然的医药保健、灭菌消毒、洗涤、清洁等新产品。

关键词: 岗松 岗松露 气相色谱-质谱联用仪 成分分析 杀菌作用

中图分类号: R284.1 文献标识码: A 文章编号: 1005-9164(2019)05-0490-07

0 引言

植物挥发油中的部分化学成分在水中能少量溶解而使其水溶液具有该挥发油的特有香气与功用, 这类芳香挥发性物质(多为挥发油)的饱和或近饱和水溶液, 通常称为露或芳香水, 《中国药典》2015 年版四部规定露剂系指含挥发性成分的饮片用水蒸气蒸馏法制成的芳香水剂^[1]。岗松 *Baekkea frutescens* L. 为桃金娘科植物, 主要分布于广西、广东、江西、福建等地, 《中华本草》记载, 松岗具有化痰止痛、清热解毒、利尿通淋、杀虫止痒之功效, 用于跌打瘀肿、肝硬化、热泻、热淋、小便不利、阴痒、脚气、皮肤瘙痒、疥癣、水火烫伤、虫蛇咬伤^[2]。岗松(精)油为岗松枝叶

经水蒸气蒸馏得到的挥发油, 为淡黄色至淡棕黄色的澄清液体, 气芳香, 具有特殊的香味^[3-4]。岗松(精)油作为广西地方习用中药材收载在《广西中药材标准》^[3], 广西壮族自治区《壮药质量标准》第一卷^[4], 具有杀虫止痒、清热利湿、祛痒止痛除湿的功效, 用于皮肤湿疹、瘙痒, 淋病, 疥疮, 滴虫性阴道炎, 脚癣^[3-4]。以岗松(精)油为主要原料制成的中成药有很好的抗菌杀虫疗效, 其作为香精香料使用, 也有很大的应用价值。目前岗松(精)油的生产采用水蒸气蒸馏工艺, 收集馏出液经油水分离, 油相部分为岗松(精)油产品, 其质量已有报道^[5], 主要化学成分为蒎烯、1,8-桉叶素、芳樟醇、石竹烯、萹草烯等^[6-7], 岗松(精)油标准收载在广西壮族自治区地方标准(DB 45/T 1064—

^{*} 广西林业科技推广示范项目(gl2017kt19)和防城港科技计划开发项目(防科攻 16052006)资助。

【作者简介】

刘布鸣(1956—), 男, 研究员, 主要从事中药、天然产物化学成分分析与质量标准研究, E-mail: liubuming@aliyun.com。

【** 通信作者】

【引用本文】

DOI:10.13656/j.cnki.gxkx.20191113.001

刘布鸣, 柴玲, 李军集, 等. 岗松露化学成分与杀菌作用分析[J]. 广西科学, 2019, 26(5): 490-496.

LIU B M, CHAI L, LI J J, et al. Chemical constituents and bactericidal action research of the distillate water of *Baekkea frutescens* L. [J]. Guangxi Sciences, 2019, 26(5): 490-496.

2014)^[8]。岗松露芳香香水是水蒸气蒸馏工艺生产精油同时得到的副产物,为无色的澄清水溶液,气微,具有岗松的芳香。研究岗松露化学成分及其杀菌作用,为岗松露的开发与利用提供科学依据。目前,岗松的研究主要集中于岗松(精)油的研究^[2-8],岗松露芳香水尚未受到关注,其化学成分分析与活性研究未见文献报道。为综合利用岗松油生产副产物,开发新产品,本研究对岗松露化学成分及其杀菌作用进行研究。采用GC-MS联用分析岗松露中的芳香化学组分,并与岗松(精)油的化学成分进行了对比,同时进行了消毒杀菌的试验,为进一步开发利用岗松植物提供科学基础。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

岗松植物来源于广西防城港,广西天源岗松油有限公司提供,经广西中医药研究院中药研究所赖茂祥研究员鉴定为桃金娘科植物岗松 *Baeckea frutescens* L.。

岗松枝叶经水蒸气蒸馏法分离提取,分别收集得到岗松(精)油和岗松露,广西天源岗松油有限公司生产并提供。

对比洗手液:医用洗手液(市售)。

Agilent 7890B-5977A 气相色谱-质谱联用仪、Agilent 7693A 自动进样器、Mass Hunter 质谱工作站、NIST 11 版质谱数据库、恒温培养箱(36±1)℃、普通营养琼脂、无菌棉塞、无菌镊子、无菌生理盐水、无菌培养皿、无菌试管、无菌吸管。

1.2 方法

1.2.1 岗松露中挥发性成分样品提取与测定

1.2.1.1 水蒸气蒸馏提取

取岗松露 1 000 mL,置 2 000 mL 烧瓶中,按《中国药典》2015 年版四部 2204 挥发油测定法提取^[1],测得挥发油含量为 0.2%,取测定液为供试品。

1.2.1.2 乙酸乙酯提取

取岗松露 1 000 mL,置 2 000 mL 烧瓶中,在提取收集器的上端加入乙酸乙酯 3 mL,按《中国药典》2015 年版四部 2204 挥发油测定法提取^[1],取有机相为供试品。

1.2.2 气相色谱-质谱分析条件

色谱条件:色谱柱 Agilent HP-INNOWax (30 m×250 μm×0.25 μm) 毛细管柱;初始温度 90℃(保持 10 min),以 10℃/min 升温到 120℃(保持

15 min),再以 5℃/min 升温到 250℃;进样量:0.2 μL;分流比为 200:1;流速:1.0 mL/min;进样口温度:250℃;传输线温度:280℃;离子源温度:230℃;四级杆温度:150℃;气化温度 250℃;EI 源:电子能量 70 eV;离子源温度:230℃;四级杆温度:150℃;质量扫描范围 m/z 35~450 amu。

1.2.3 消毒杀菌试验

1.2.3.1 检测采样操作

某医院 5 个临床科室医护人员 48 人,采用单纯随机抽样法抽取 16 人,集中采样。

洗手前采样:被检人员右手五指张开,将沾有无菌生理盐水采样液的棉拭子在被检人员右手每个手指掌面,用无菌生理盐水棉拭子往返涂抹 2 次,并随之转动采样棉拭子,剪去与手指接触部位,留样送检。

洗手后采样:洗手方法严格参照《消毒技术规范》要求,被检人员按六步洗手法,用岗松露认真搓揉双手及腕部,注意指间、指缝、关节等部位,用流水洗净,待其自然干燥约 2 min 后采样送检。

1.2.3.2 检测方法

将棉拭子放入有 10 mL 采集液的试管内振荡至少 80 次,用无菌吸管吸取 1 mL 样品接种于无菌平皿内,同时加入已熔化的营养琼脂 15~18 mL,每个棉拭样品制成 2 个平板,待凝固后置于(36±1)℃温箱内培养(48±2) h,检测菌落总数。

1.2.3.3 结果计算及判定方法

参照 GB 15982—1995《医院消毒卫生标准》^[9]计算菌落数及判定结果。每个棉拭样品菌落总数结果为 2 个平皿菌落总数的平均值。

2 结果与分析

2.1 岗松(精)油、岗松露成分分析结果

在相同测试条件下对岗松露供试品和岗松(精)油进行 GC-MS 测试,总离子流(TIC)图分别见图 1~2。经 GC-MS 检测,所测成分的质谱图经计算机质谱数据库检索,按各色谱峰的质谱裂片图与文献核对,对基峰、质荷比和相对丰度等进行比较,并结合有关图谱解析,从而鉴定出岗松(精)油、岗松露中主要挥发性化学成分,主要为单萜及含氧单萜、倍半萜及含氧倍半萜、萜烯和醇类等化合物,试验从岗松露的挥发性成分中各分离鉴定出 30 多种成分,所鉴定的组分占挥发油色谱总峰面积的 90%以上,并与岗松(精)油的化学成分进行对比,分析鉴定结果见表 1。

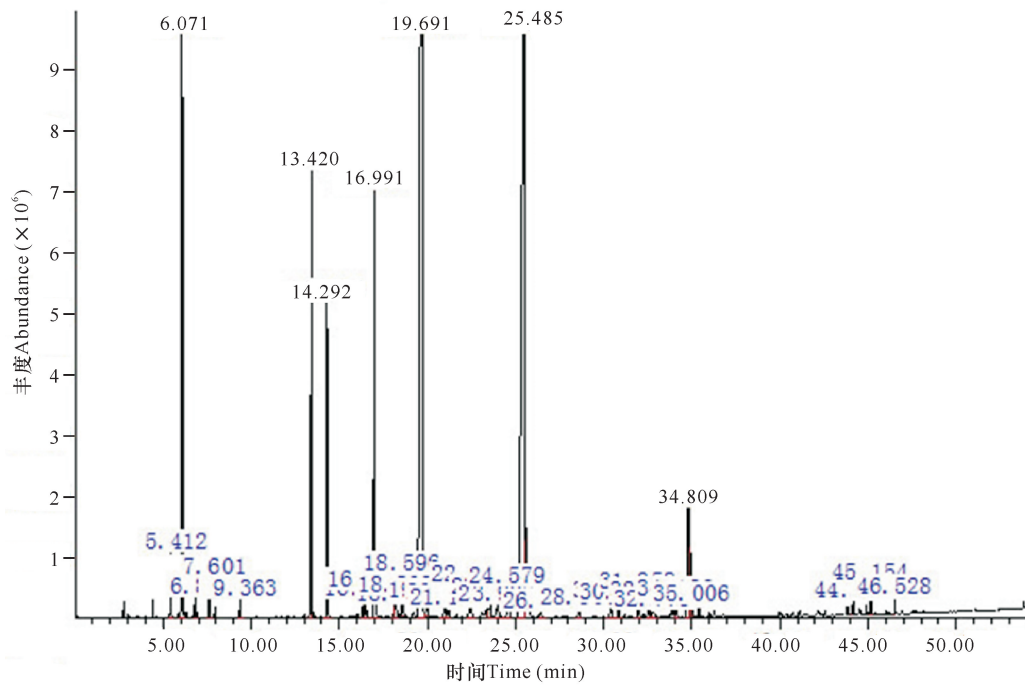


图1 岗松露挥发性成分总离子流图

Fig. 1 TIC of volatile compounds in the distillate medicinal water of essential oil from *Baeckea frutescens* L.

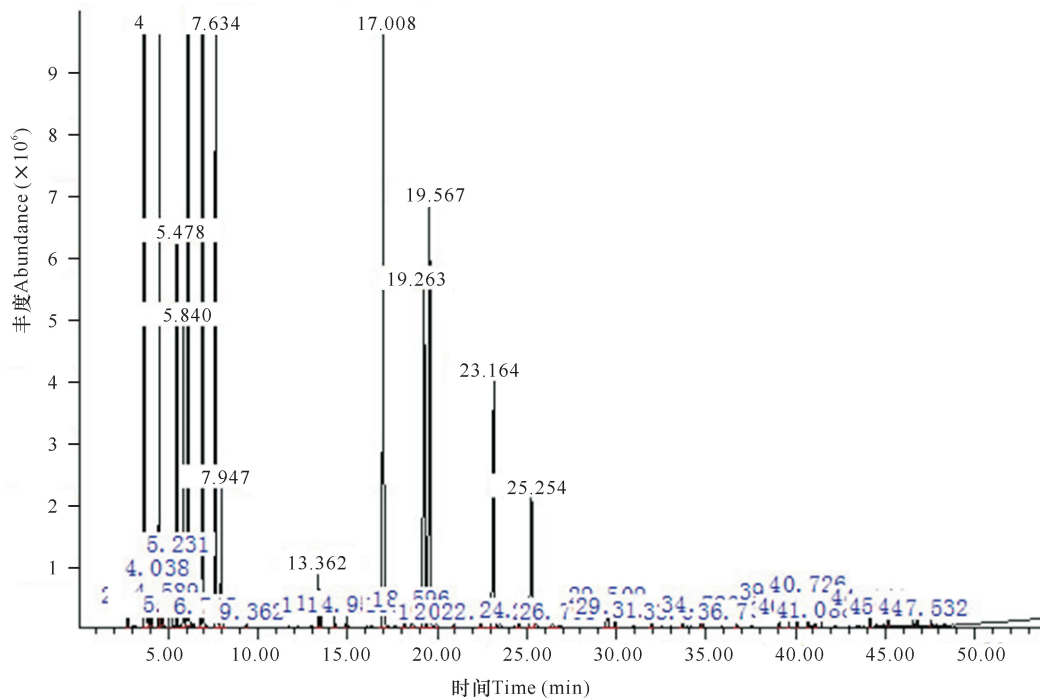


图2 岗松(精)油总离子流图

Fig. 2 TIC of the essential oil from leaves of *Baeckea frutescens* L.

表1 岗松(精)油和岗松露化学成分分析结果

Table 1 Chemical compounds of the distillate medicinal water and the essential oil from *Baeckea frutescens* L.

峰号 No.	保留时间 Retention time (min)	中文名称 Chinese name	英文名称 English name	分子式 Molecular formula	分子量 Molecular weight	相对百分含量 Relative percentage content (%)		
						岗松(精)油 Oil of <i>Baeckea frutescens</i> L.	岗松露(水蒸 气提取) Distillate me- dicinal water of <i>Baeckea frutescens</i> L. (Steam distillation)	岗松露(乙酸 乙酯提取) Distillate me- dicinal water of <i>Baeckea frutescens</i> L. (Ethyl ac- etate extrac- ted)
1	3.64	α -蒎烯	α -pinene	C ₁₀ H ₁₆	136	18.08		
2	4.04	莰烯	Camphene	C ₁₀ H ₁₆	136	0.25		
3	4.50	β -蒎烯	β -pinene	C ₁₀ H ₁₆	136	11.13		
4	4.59	β -水芹烯	β -phellandrene	C ₁₀ H ₁₆	136	0.16		
5	5.23	α -水芹烯	α -phellandrene	C ₁₀ H ₁₆	136	0.50		
6	5.48	α -松油烯	α -terpinene	C ₁₀ H ₁₆	136	2.83		
7	5.84	柠檬烯	Limonene	C ₁₀ H ₁₆	136	2.41		
8	5.41	1,4-桉叶素	1,4-cineole	C ₁₀ H ₁₈ O	154		0.617	0.95
9	6.07	1,8-桉叶素	1,8-cineole	C ₁₀ H ₁₈ O	154	9.97	7.177	9.50
10	6.75		3-dodecyne	C ₁₀ H ₁₈	138		0.150	0.21
11	6.86	γ -松油烯	γ -terpinene	C ₁₀ H ₁₆	136	9.41	0.221	0.42
12	7.60	对伞花烃	p-cymene	C ₁₀ H ₁₄	134	8.56	0.480	0.69
13	7.94	异松油烯	Terpinolene	C ₁₀ H ₁₆	136		0.134	0.26
14	7.95	(+)-4-萜烯	(+)-4-carene	C ₁₀ H ₁₆	136	1.46		
15	9.36		Artemiseole	C ₁₀ H ₁₆ O	152		0.277	0.28
16	13.36	2-甲基-1-苯丙烯苯	Benzene, (2-methyl-1-propenyl)-	C ₁₀ H ₁₂	132	0.70		
17	13.42		α -methyl- α -[4-methyl-3-pentenyl] oxiranemethanol	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170		5.461	6.12
18	13.49	侧柏酮	Thujone	C ₁₀ H ₁₆ O	152	0.11		
19	14.28	α -古巴烯	α -copaene	C ₁₅ H ₂₄	204	0.15		
20	14.29		ethyl-2-(5-methyl-5-vinyltetrahydrofuran-2-yl)propan-2-yl carbonate	C ₁₃ H ₂₂ O ₄	240	0.12	3.810	4.80
21	16.36	苯甲醛	Benzaldehyde	C ₇ H ₆ O	106		0.260	0.37
22	16.50	2-甲氧基-4-甲基-1-(1-甲基乙基)苯	Benzene, 2-methoxy-4-methyl-1-(1-methylethyl)-	C ₁₁ H ₁₆ O	164		0.390	0.11
23	16.99	芳樟醇	Linalool	C ₁₀ H ₁₈ O	154	8.87	6.670	6.10
24	18.13		Propanoic acid, 2-methyl-3-cyclohexen-1-ol, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	C ₄ H ₈ O ₂	88		0.210	0.40
25	18.21		3-cyclohexen-1-ol, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	C ₁₀ H ₁₈ O	154		0.380	0.13
26	18.60	葑醇	Fenchyl alcohol	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.27	0.920	0.85
27	19.20	(-)-异石竹烯	(-)-isocaryophyllene	C ₁₅ H ₂₄	204	0.18	0.160	0.14
28	19.26	石竹烯	Caryophyllene	C ₁₅ H ₂₄	204	6.00		
30	19.69	4-松油烯-醇	Terpinene-4-ol	C ₁₀ H ₁₈ O	154	7.14	32.410	30.75
31	20.99		Cyclohexanol, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	C ₁₀ H ₁₈ O	154		0.370	0.26

续表 1

Continued table 1

峰号 No.	保留时间 Retention time (min)	中文名称 Chinese name	英文名称 English name	分子式 Molecular formula	分子量 Molecular weight	相对百分含量 Relative percentage content (%)		
						岗松(精)油 Oil of <i>Baeckea frutescens</i> L.	岗松露(水蒸 气提取) Distillate me- dicinal water of <i>Baeckea frutescens</i> L. (Steam distillation)	岗松露(乙酸 乙酯提取) Distillate me- dicinal water of <i>Baeckea frutescens</i> L. (Ethyl ac- etate extrac- ted)
32	21.19		Sabina ketone	C ₉ H ₁₄ O	138		0.180	0.19
33	22.43	6,6-二甲基-2-亚甲基 二环[3.1.1]-3-庚醇	Bicyclo[3.1.1]heptan-3- ol,6,6-dimethyl-2-meth- ylene-, [1S-(1.alpha.,3. alpha.,5.alpha.)]-	C ₁₀ H ₁₆ O	152		0.870	0.76
34	23.10	葎草烯	Humulene	C ₁₅ H ₂₄	204	5.51	0.110	0.12
35	23.36		2-cyclohexen-1-one,4-(1- methylethyl)-	C ₉ H ₁₄ O	138		0.140	
36	23.50	L-α-松油醇	L-α-terpineol	C ₁₀ H ₁₈ O	154		0.440	
37	23.99		5,7-Octadien-2-ol,2,6- dimethyl-	C ₁₀ H ₁₈ O	154		0.430	
38	24.58	柠檬醛	Citral	C ₁₀ H ₁₆ O	152	0.123	0.820	0.73
39	25.50	α-松油醇	α-terpineol	C ₁₀ H ₁₈ O	154	2.924	29.220	26.62
40	25.59	龙脑	Endo-borneol	C ₁₀ H ₁₈ O	154			
41	26.42	反式-香芹醇	Trans-(-)-pinocarveol	C ₁₅ H ₂₄	204	0.104		
42	26.43		Carvenone	C ₁₀ H ₁₆ O	152		0.180	0.15
43	29.51	δ-杜松烯	δ-cadinene	C ₁₅ H ₂₄	204	0.453		
44	29.95		4-hexen-1-ol,5-methyl-2- (1-methylethenyl)-, ace- tate	C ₁₅ H ₂₄	204	0.174		
45	30.41	氧化芳樟醇	Linalool oxide	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170		0.350	0.66
46	30.84	对甲基苯乙酮	Ethanone,1-(4-methyl- phenyl)-	C ₉ H ₁₀ O	134		0.360	0.80
47	31.95	(-)-桃金娘烯醇	(-)-myrtenol	C ₁₀ H ₁₆ O	152		0.530	0.30
48	32.53	橙花醇	Nerol	C ₁₀ H ₁₈ O	154		0.300	0.45
49	34.73	香叶醇	Geraniol	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.144		
50	34.81	对甲基苯异丙醇	Benzenemethanol, α- alpha., alpha.,4-trimeth- yl-	C ₁₀ H ₁₄ O	150		2.830	0.22
51	39.06	氧化石竹烯	Caryophyllene oxide	C ₁₅ H ₂₄ O	220	0.275		
52	40.73		Humulene oxide II	C ₁₅ H ₂₄ O	220	0.339		
53	44.14	丁香酚	Eugenol	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	164	0.199		

2.2 岗松露杀菌结果

岗松露与医用洗手液洗手前后菌落群数检测结果显示,使用岗松露洗手后菌落群数明显减少或消

灭,具有一定的杀灭菌作用,并与医用洗手液效果相当(表 2~3)。

表 2 岗松露洗手前后菌落群数对比

Table 2 Comparison of bacterial colonies before and after hand washing with distillate medicinal water of *Baekkea frutescens* L.

样品 Sample	洗手前检测数据 Test data before hand washing (CFU/cm ²)	洗手后检测数据 Test data after hand washing (CFU/cm ²)
1	1.32	0.17
2	6.50	0.00
3	2.40	0.00
4	8.35	1.67
5	5.01	1.67
6	2.17	0.00
7	8.35	1.67
8	3.20	0.84
9	1.51	0.00
10	3.20	0.84
11	6.50	0.00
12	2.40	0.00
13	5.01	1.67
14	2.17	0.00
15	1.32	0.17
16	1.51	0.00

表 3 医用洗手液洗手前后菌落群数对比

Table 3 Comparison of bacterial colonies before and after hand washing with medical hand sanitizer

样品 Sample	洗手前检测数据 Test data before hand washing (CFU/cm ²)	洗手后检测数据 Test data after hand washing (CFU/cm ²)
1	1.32	0.00
2	1.51	0.00
3	3.20	0.00
4	2.40	0.00
5	1.32	0.00
6	6.50	0.00
7	1.51	0.00
8	3.20	0.00

采用 SPSS16.0 统计软件进行统计学分析, 实验结果以 $\bar{x} \pm s$ 表示, 各组间采用 One-way ANOVA 进行统计学分析, 显著性界值 $P=0.05$ (表 4)。

表 4 统计学分析结果

Table 4 Statistical analysis results

组别 Groups	<i>n</i>	检测结果 Testing result (CFU/cm ²)
洗手前 Before hand washing	16	8.62±11.13
岗松露 <i>Baekkea frutescens</i> L.	16	0.50±0.70*
医用 Medical	8	0.98±0.63

注: * 与洗手前组比较, $P<0.05$, 无显著性差异

Note: * Compared with test data before hand washing, $P<0.05$, indicates no significant difference

3 讨论

采用水蒸气蒸馏工艺生产岗松(精)油与岗松露, 其中岗松露含挥发性成分约为 0.2%, 对同一植物来源的岗松露和岗松(精)油进行分析与比较, 从图 1~2 可知其色谱图基本相同, 分析鉴定结果大部分化学成分与文献报道基本相同, 岗松露和岗松(精)油挥发性成分中, 主要化学组成基本一致, 露的成分与油的成分比较存在差异, 露的成分相对较少, 在确认的成分中, 部分化学成分既存在于露中也存在于油中, 但相对百分含量不尽相同, 其中 1,8-桉叶素、芳樟醇和 4-松油烯醇为主要成分但含量有较大差异, 油中蒎烯、桉叶素、芳樟醇为主要成分, 而露中则以松油烯醇为主要成分。在水蒸气蒸馏法提取挥发油的生产中产生大量的芳香水, 芳香水中含有挥发性成分, 因而生产工艺采用部分水相返回系统的复馏工艺, 回收溶于水中的挥发性组分以提高得油率, 是科学合理的, 但一部分水相也可以考虑直接开发成为芳香水产品即露剂, 溶于(或微溶于)水的挥发性组分医药上常作芳香水(露)使用, 杀菌试验表明岗松露具有杀菌作用, 可开发作为天然的医药保健、灭菌消毒、美容护肤、洗涤、清洁等新产品, 具有理想的效果和前景。本研究结果揭示了岗松露的化学成分与杀菌活性, 为提高岗松生产、综合利用和新产品开发提供了科学实验基础。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 四部[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015.
- [2] 国家中医药管理局中华本草编委会. 中华本草: 第五册[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1999: 625.
- [3] 广西壮族自治区卫生厅. 广西中药材标准: 第二册[M]. 南宁: 广西科学技术出版社, 1996: 124.
- [4] 广西壮族自治区食品药品监督管理局. 广西壮族自治区壮药质量标准: 第一卷[M]. 南宁: 广西科学技术出版社, 2008: 119.
- [5] 刘布鸣, 林霄, 白懋嘉, 等. 岗松(精)油质量标准研究[J]. 香精香料化妆品. 2013(5): 13-16.
- [6] 刘布鸣, 赖茂祥, 梁凯妮, 等. 岗松油的质量分析研究[J]. 中国中药杂志, 2004, 29(6): 539-542.
- [7] 刘布鸣, 赖茂祥, 梁凯妮, 等. 岗松油的气相色谱指纹图谱研究[J]. 中草药, 2005, 36(5): 695-696.
- [8] 广西壮族自治区质量技术监督局. 岗松(精)油: DB 45/T 1064-2014 [S]. 南宁: 广西壮族自治区质量技术监督局, 2014.

[9] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家
标准化管理委员会. 医院消毒卫生标准: GB 15982 -

1995 [S]. 北京: 中华人民共和国卫生部, 1995.

Chemical Constituents and Bactericidal Action Research of the Distillate Water of *Baeckea frutescens* L.

LIU Buming¹, CHAI Ling¹, LI Junji², CHEN Jiazhang³

(1. Guangxi Key Laboratory of Traditional Chinese Medicine Quality Standards, Guangxi Institute of Traditional Medical and Pharmaceutical Sciences, Nanning, Guangxi 530022, China; 2. Guangxi Academy of Forestry Sciences, Nanning, Guangxi, 530002, China; 3. Guangxi Tianyuan Oleum Baeckea Co., Ltd., Fangchenggang, Guangxi, 538000, China)

Abstract: The chemical constituents and bactericidal effects of the distillate medicinal water of *Baeckea frutescens* L. were studied and compared with the chemical constituents of the essential oil from *Baeckea frutescens* L., which provided a scientific foundation for the development and utilization of the distillate medicinal water of *Baeckea frutescens* L.. The volatile chemical constituents in the distillate medicinal water of *Baeckea frutescens* L. were analyzed and identified by gas chromatography-mass spectrometry. The relative contents of the main constituents were determined by area normalization method. Through the disinfection experiment, the effect of the distillate medicinal water of *Baeckea frutescens* L. on the number of colonies was examined. The results showed that the volatile ingredients in the distillate water of *Baeckea frutescens* L. were 0.2% approximately and more than 30 constituents were isolated and identified from the distillate medicinal water, accounting for over 90% of the total peak area of the chromatogram. The distillate medicinal water of *Baeckea frutescens* L. could significantly reduce or eliminate the number of colonies. The distillate medicinal water of *Baeckea frutescens* L. has a bactericidal effect and could be developed as a natural healthcare medicine, sterilizing, washing, cleaning and other new products.

Key words: *Baeckea frutescens* L., distillate medicinal water of *Baeckea frutescens* L., GC-MS, chemical constituent analysis, bactericidal effect

责任编辑: 陆 雁



微信公众号投稿更便捷

联系电话: 0771-2503923

邮箱: gxkx@gxas.cn

投稿系统网址: <http://gxkx.ijournal.cn/gxkx/ch>