

鼠尾草挥发性成分 GC-MS 分析

北京东西分析仪器有限公司 北京 100049

摘要: 本文建立了分析鼠尾草中挥发性成分的检测方法。采用同时蒸馏萃取法对鼠尾草中的挥发油进行提取,然后利用旋转蒸发仪浓缩, DB-5(30m×0.25mm×0.25μm) 石英毛细管柱分离, NIST 标准谱库检索进行组分的鉴定, 峰面积归一化法确定各组分的百分含量。

关键词: 鼠尾草, GC-MS, 同时蒸馏萃取, 峰面积归一化法

鼠尾草 (*Salvia officinalis*) 系唇形科鼠尾草属植物, 为多年生矮灌木, 具短木质茎, 分枝茂盛。原产于地中海地区, 现世界各地均有栽培, 在西方国家, 作为常见的芳香植物广泛用于烹调调味。新鲜的与干的鼠尾草也用于药用和制取精油, 鼠尾草与其精油常用于治疗各种疾病。鼠尾草提取物另外显著的特点是具有强的抗氧化活性, 其提取物在食品医药已经应用。用于提取精油的鼠尾草部位为其茎叶, 一年采收一次, 叶长 4~5cm, 灰绿色, 表面粗糙有绒毛, 含 1%~28%精油, 主要成分为 1,8-桉树脑、崖柏酮、崖柏酮和樟脑。目前高品质的鼠尾草及其精油主要来源于南斯拉夫和阿尔巴尼亚。鉴于芳香植物化学成分受产地、品种、生长环境等因素影响, 采用同时蒸馏萃取法, 对引种的 *S. officinalis* L 挥发成分进行提取, 应用 GCMS 技术分析鉴定了挥发油的化学成分, 并用峰面积归一化法计算了各成分的质量分数。

1 实验部分

1.1 仪器与材料

气质联用仪 (GC-MS3100), 同时蒸馏萃取装置, 旋转蒸发仪, 10μL 微量注射器。

鼠尾草样品

1.2 GC-MS 分析条件

色谱条件: DB-5MS 毛细管柱 (30m×0.25mm×0.25μm); 进样方式: 不分流进样, 50 秒后打开分流阀, 分流比: 1:60, 进样量: 1μL, 载气为 He (99.999%), 柱流量: 1.0ml/min; 进样口温度: 240℃; 柱箱: 80℃保持1min; 以 8℃/min 升温至230℃, 保持5min。

质谱条件: 离子源: EI源, 电子能量: 70ev, 离子源温度: 250℃, 接口温度: 230℃, 扫描方式: 全扫描, 扫描范围: 40 ~ 400amu, 扫描速度: 750 amu/s; 倍增器高压: 1000 V。

2 分析结果与讨论

2.1 鼠尾草精油的提取

取鼠尾草茎叶按文献提供的方法进行蒸馏萃取。

2.2 鼠尾草精油的 GC-MS 测定

提取液在上述分析条件下进行测定。TIC 如下图所示，色谱分离良好。

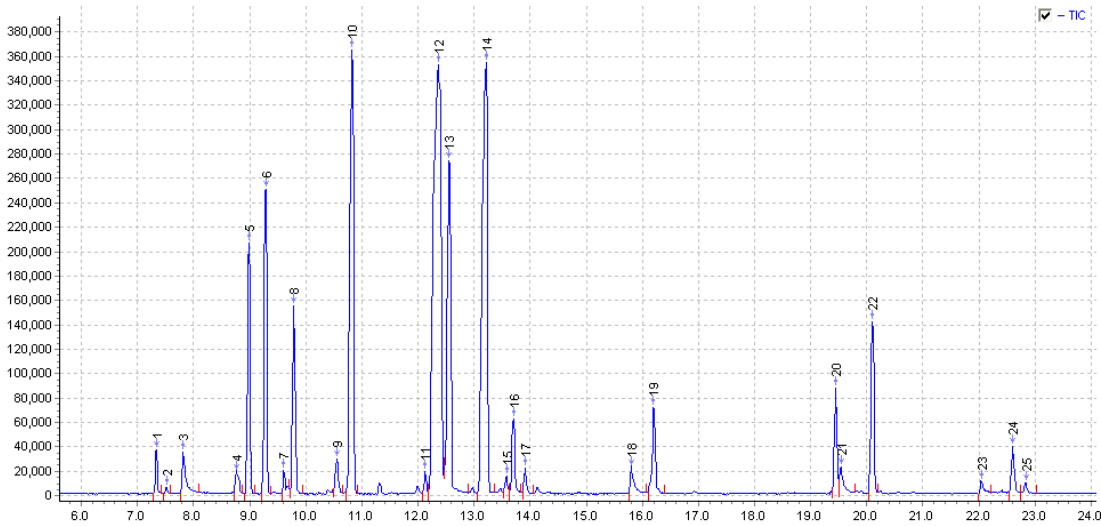


图 1 鼠尾草全扫描总离子流色谱图

采用 NIST 标准库进行检索，结合人工解谱，进行定性鉴定。按峰面积积分获得各组分的相对百分含量，结果见表 1。

表 1 鼠尾草挥发性成分 GC-MS 分析结果

峰号	化合物名称	保留时间	相对含量	相似度
1	Cyclopropane, 1,1-dimethyl-2-(2-methyl-2-propenyl)-	7.34	0.74	88
2	Cycloheptane, 1-methyl-4-methylene-	7.53	0.08	86
3	Camphor	7.81	1.20	80
4	Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 2-methyl-5-(1-methylethyl)-	8.77	0.59	81
5	3-Carene	8.99	5.43	90
6	Bicyclo[2.2.1]heptane, 2,2-dimethyl-3-methylene-, (1S)-	9.29	6.31	92
7	Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-	9.60	0.49	80
8	Bicyclo[2.2.1]heptane, 7,7-dimethyl-2-methylene-	9.79	3.98	85
9	Benzene, 1-methyl-2-(1-methylethyl)-	10.55	0.63	81
10	Eucalyptol	10.82	13.05	92
11	1,6-Octadien-3-ol, 3,7-dimethyl-	12.13	0.34	80
12	1,4-Undecadiene, (E)-	12.36	26.74	93

13	Thujone	12.56	9.59	90
14	Bicyclo[2.2.1]heptan-2-one, 1,7,7-trimethyl-,	13.22	17.45	88
15	Bicyclo[3.1.0]hexan-3-ol, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-	13.58	0.25	83
16	Bicyclo[2.2.1]heptan-2-ol, 1,7,7-trimethyl-, (1S-endo)-	13.70	1.64	84
17	3-Cyclohexen-1-ol, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-	13.90	0.43	80
18	cetane	15.81	0.79	79
19	Bicyclo[2.2.1]heptan-2-ol, 1,7,7-trimethyl-, acetate, (1S-endo)-	16.20	2.01	83
20	Caryophyllene	19.45	2.06	86
21	.alpha.-Caryophyllene	20.10	3.93	87
22	Ledol	22.61	0.98	83

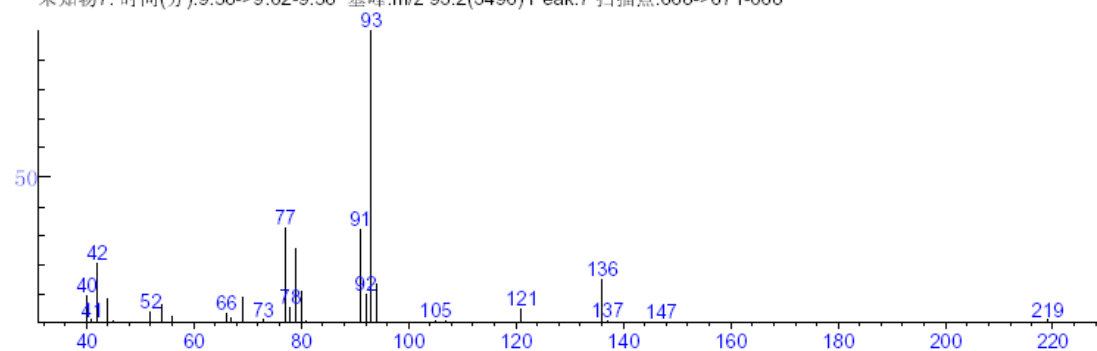
初步鉴定 22 个化合物。提取物中主要成分是 1,4-十一碳二烯（26.74%）、Bicyclo[2.2.1]heptan-2-one, 1,7,7-trimethyl-,（17.45）、桉叶油素（13.05）侧柏酮（9.59%）。ISO9909 标准中给出的鼠尾草精油主要成分为： α -崖柏酮(18%~43%)、 β -崖柏酮(3%~85%)、樟脑(45%~245%)、1,8 桉树脑(55%~13%)、蒎烯(1%~65%)、茨烯(15%~7%)、蒎烯(05%~3%)、乙酸冰片酯(0~25%)。本文检测结果与 ISO9909 有出入，可能是因为提取过程温度过高造成了成份的分解，还有就是鼠尾草品种，产地，采集时期等影响，导致检测结果有偏差。还有定量方法问题。

3 结论

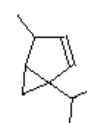
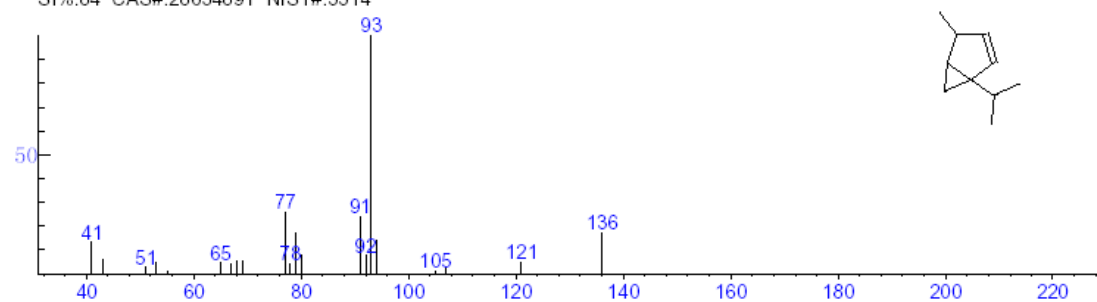
本文对鼠尾草的同时蒸馏萃取所得的精油进行了 GC-MS 分析。该提取物主要含 1,4-十一碳二烯（26.74%）、Bicyclo[2.2.1]heptan-2-one, 1,7,7-trimethyl-,（17.45）、桉叶油素（13.05）侧柏酮（9.59%）等，与 ISO9909 中的规定有出入，其原因可能为同时蒸馏萃取条件造成的精油成分分解，或者是由于产地的不同造成的精油组成的差别。

附录:

未知物7: 时间(分):9.58->9.62-9.58 基峰:m/z 93.2(3496) Peak:7 扫描点:668->671-668

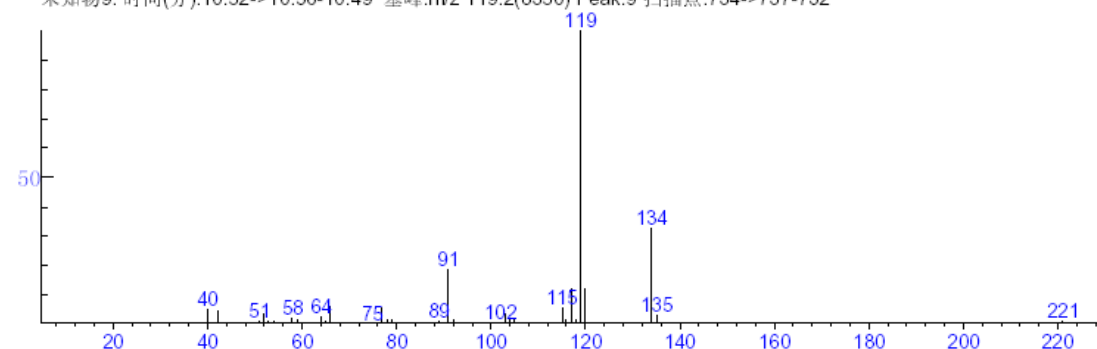


Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-
LibID:-1 分子式:C₁₀H₁₆ 分子量:136 离子数量:21
SI%:84 CAS#:28634891 NIST#:3314

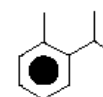
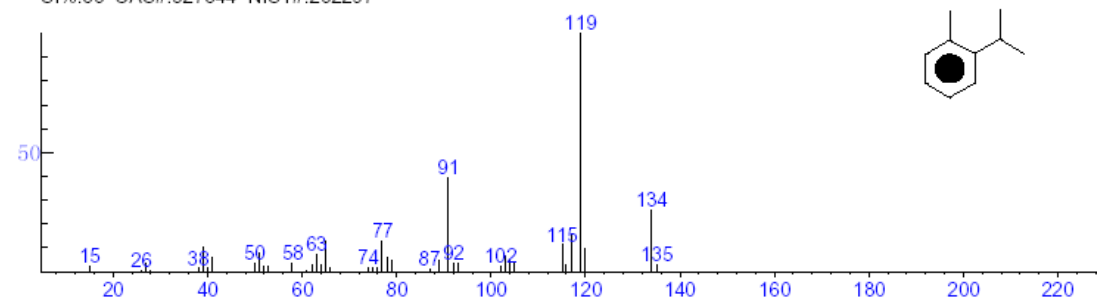


附图1 7号峰质谱图及检索结果

未知物9: 时间(分):10.52->10.56-10.49 基峰:m/z 119.2(8350) Peak:9 扫描点:734->737-732



Benzene, 1-methyl-2-(1-methylethyl)-
LibID:-1 分子式:C₁₀H₁₄ 分子量:134 离子数量:41
SI%:83 CAS#:527844 NIST#:232297



附图2 9号峰质谱图及检索结果

