

虎耳草石油醚提取物的化学成分分析

陈晨^{1,2}, 赵晓辉¹, 文怀秀¹, 陶燕铎¹, 邵赞^{1*}, 梅丽娟¹

(1. 中国科学院西北高原生物研究所, 青海 西宁 810008; 2. 中国科学院研究生院, 北京 100049)

摘要 目的: 对虎耳草微波辅助-石油醚提取物的化学成分进行研究。方法: 采用气相色谱-质谱-数据系统联用技术对虎耳草微波辅助-石油醚提取物的化学成分进行分析鉴定。结果: 石油醚提取物共鉴定出102种成分。结论: 采用气相色谱-质谱-数据系统联用技术能够对低极性部位的化学成分快速、简便、准确分析。

关键词 虎耳草; 石油醚提取物; 气相色谱-质谱-数据系统联用技术

中图分类号: R284 **文献标识码**: A **文章编号**: 1006-9690(2011)04-0057-04

Analysis of Chemical Constituents of *Saxifraga stolonifera* Meerb. Extract from Poplar Bud

Chen Chen^{1,2}, Zhao Xiaohui¹, Wen Huaixiu¹, Tao Yanduo¹, Shao Yun^{1,*}, Mei Lijuan¹

(1. Northwest Institute of Plateau Biology Chinese Academy of Sciences, Xining 810008, China; 2. Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract Objective: To investigate the components of the petrol ether extract from *Saxifraga stolonifera* Meerb. GC/MS/DS were used, Results: 102 compounds were separated and identified from the petrol ether extract. GC/MS/DS is a good simple and accurate method for the analysis of chemical constituents of the petrol ether extract from *Saxifraga stolonifera* Meerb.

Key words *Saxifraga stolonifera* Meerb; petrol ether extract; GC/MS/DS

虎耳草(*Saxifraga stolonifera* Meerb.)为虎耳草属植物。性味: 辛、苦、寒; 小毒。有疏风清凉血解毒之功效。用于风热咳嗽, 急性中耳炎、急性鼓膜炎, 风疹瘙痒等疾病治疗。其主要成分有白菜素、鼠李糖苷、槲皮素、原儿茶酸、没食子琥珀酸、反甲基丁烯二酸等^[1-5]。而对虎耳草的石油醚中提取物分析研究较少。作者采用微波辅助石油醚提取法提取虎耳草中的脂溶性成分, 利用气相色谱-质谱联用技术对其化学成分进行分析, 为

虎耳草的开发利用提供科学依据。

1 仪器与试剂

1.1 分析仪器

GC6890N/MSD5973N 联用仪; N-1001 旋转蒸发仪(上海爱朗仪器有限公司); AG204 电子分析天平(梅特勒公司)。

1.2 虎耳草药材

于2010年8月采自青海省玉树州。经中国科学院西北高原生物研究所梅丽娟高级工程师鉴定为虎耳草(*Saxifraga stolonifera* Meerb.), 全株清洗后用去离子水冲洗, 然后自然阴干, 粉碎后备用。

1.3 脂溶性成分的提取

称取粉碎后的虎耳草 30 g, 加入 150 mL 石油醚, 用微波提取 30 min, 过滤, 残渣加石油醚 50 mL, 微波提取 10 min, 过滤, 滤液合并, 减压蒸馏去除溶

收稿日期: 2010-12-06

基金项目: 国家科技支撑计划项目(2007BAI45B00)

作者简介: 陈晨(1984-), 男, 安徽淮北人, 中国科学院西北高原生物研究所硕士研究生。E-mail: chenchen19841014@163.com

通讯作者: 邵赞(1962-), 女, 副研究员, 从事天然药物化学工作, E-mail: shaoyun11@126.com

剂至干,得到黑色半油状固体物 2.02 g,得率为 6.73%。将石油醚提取物用小柱分成 3 部分既得极性馏分、弱极性馏分、非极性馏分。然后将 3 个馏分分别用乙醚溶剂,作为测定的样品。

1.4 气相色谱-质谱-计算机联用分析条件

GC 汽化室温度 250 °C, 美国 J&WHP-5(30 m

× 0.25 mm × 0.25 μm) 弹性石英毛细管柱,以 4 °C/min 的升温速率由 80 °C 程序升温至 290 °C,恒温 10 min,载气为 99.999% 高纯氮。MSD 离子源为电子轰击源,离子源温度 230 °C,电子能量 70 eV;使用美国 NIST02 谱库。

表 1 虎耳草石油醚提取物中极性馏分化学成分

峰号	分子式	相对分子质量	化合物名称
1	C ₁₅ H ₃₀ O ₂	242	Tetradecanoic acid, methyl ester 正十四烷酸
2	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	Pentadecanoic acid, methyl ester 正十五烷酸
3	C ₁₈ H ₃₆ O	268	Nor - Pristan - 2 - one 降姥鲛 - 2 - 酮
4	C ₁₇ H ₃₂ O ₂	268	9 - Hexadecenoic acid, methyl ester 9 - 正十六烯酸
5	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270	Hexadecanoic acid, methyl ester 正十六烷酸
6	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284	Heptadecanoic acid, methyl ester 正十七烷酸
7	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	298	Octadecanoic acid, methyl ester 正十八烷酸
8	C ₂₀ H ₃₈ O ₄	342	10 - Hydroxy, 6 - methoxy, 10 - octadecenoic acid, methyl ester (Z) 反式 - 10 - 羟基 - 6 - 甲氧基 - 10 - 十八烯酸
9	C ₂₀ H ₃₈ O ₄	342	11 - Hydroxy, 5 - methoxy, 11 - octadecenoic acid, methyl ester (Z) 反式 - 11 - 羟基 - 5 甲氧基 - 11 - 十八烯酸
10	C ₂₀ H ₃₈ O ₄	342	10 - Hydroxy, 6 - methoxy, 10 - octadecenoic acid, methyl ester (E) 顺式 - 10 - 羟基 - 6 - 甲氧基 - 10 - 十八烯酸
11	C ₂₀ H ₃₈ O ₄	342	11 - Hydroxy, 5 - methoxy, 11 - octadecenoic acid, methyl ester (E) 顺式 - 11 - 羟基 - 5 甲氧基 - 11 - 十八烯酸
12	C ₂₁ H ₄₂ O ₄	358	8, 10 - Dimethoxy, octadecanoic acid, methyl ester 8, 10 - 二甲氧基 - 十八烷酸
13	C ₂₁ H ₄₂ O ₂	326	Eicosanoic acid, methyl ester 正二十烷酸
14	C ₂₃ H ₄₄ O ₄	384	9, 14 - Dimethoxy, 12 - eicosenoic acid, methyl ester 9, 14 - 二甲氧基 - 12 - 二十烯酸
15	C ₂₃ H ₄₄ O ₄	384	10, 15 - Dimethoxy, 13 - eicosenoic acid, methyl ester 10, 15 - 二甲氧基 - 13 - 二十烯酸
16	C ₂₃ H ₄₆ O ₂	354	Doeicosanoic acid, methyl ester 正二十二烷酸
17	C ₂₄ H ₄₈ O ₂	368	Tricosanoic acid, methyl ester 正二十三烷酸
18	C ₂₅ H ₅₀ O ₂	382	Tetracosanoic acid, methyl ester 正二十四烷酸
19	C ₂₆ H ₅₂ O ₂	396	Pentacosanoic acid, methyl ester 正二十五烷酸
20	C ₂₇ H ₅₄ O ₂	410	Hexacosanoic acid, methyl ester 正二十六烷酸
21	C ₂₈ H ₅₆ O	398	a - Homocholest - 4a - 3 - one a - 升 - 胆甾烯(4a) - 3 - 酮
22	C ₂₉ H ₅₈ O ₂	438	Octacosanoic acid, methyl ester 正二十八烷酸
23	C ₂₈ H ₄₂ O	394	Anthiaergostan - 5, 7, 9 - trien - 15 - one 葱状 - 麦角甾 - 5, 7, 9 - 三烯 - 15 - 酮

2 结果与讨论

2.1.1 极性馏分 GC - MS 分析

采用分辨率高、质谱数据库庞大、分析结果准确的 GC - MS 联机法进行分离、鉴定。经分离得到 23 个峰,通过各组分的质谱碎片解离规律以及与美国 NIST02 数据库的标准谱图对照分析,确定其中主要的 23 种成分。极性馏分的总离子图和测定结

果见表 1。

虎耳草极性馏分中主要的化学成分有正十六烷酸含量高达(41%), 8, 10 - 二甲氧基 - 十八烷酸(15%), 反式 - 11 - 羟基 - 5 甲氧基 - 11 - 十八烯酸(5.5%), 反式 - 10 - 羟基 - 6 - 甲氧基 - 10 - 十八烯酸(5.1%), 顺式 - 10 - 羟基 - 6 - 甲氧基 - 10 - 十八烯酸(5.1%), 顺式 - 11 - 羟基 - 5 甲氧基 - 11 - 十八烯酸(2.5%), 10, 15 - 二甲氧基 - 13 - 二十烯酸(2.3%)。

1.2 弱极性馏 GC-MS 分析

采用分辨率高、质谱数据库庞大、分析结果准确可靠的 GC-MS 联机法进行分离、鉴定。经分离得到 49 个峰,通过各组分的质谱碎片解离规律以及与美国 NIST02 数据库的标准谱图对照分析,确定其中

主要的 47 种成分。弱极性馏分的总离子图和测定结果见表 2。

虎耳草弱极性馏分中主要的化学成分有十六烷酸乙酯含量高达(21.3%),新植二烯(8.4%),反式-油酸乙酯(5.8%),降姥鲛-2-酮(4.2%)。

表 2 虎耳草石油醚提取取物中弱极性馏分化学成分

峰号	分子式	相对分子质量	化合物名称
1	C ₁₀ H ₂₀ O ₃	172	Octanoic acid, ethyl ester 辛酸乙酯
2	C ₁₀ H ₁₆ O	152	2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl- 3,7-二甲基-辛二烯(2,6)醛
3	C ₁₀ H ₁₆ O	152	2,4-Decadienal 2,4-癸二烯醛(Z,Z)
4	C ₁₀ H ₁₆ O	152	2,4-Decadienal 2,4-癸二烯醛(E,E)
5	C ₁₅ H ₃₂	212	Farnesane 法呢烷
6	C ₁₆ H ₃₄	226	Tridecane, 2,6,10-trimethyl- 2,6,10-三甲基,十三烷
7	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	200	Nonanoic acid, 9-oxo-, ethyl ester 9-羧基-壬酸乙酯
8	C ₁₄ H ₁₀	178	Phenanthrene 菲
9	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	Tetradecanoic acid, ethyl ester 正十四烷酸乙酯
10	C ₂₀ H ₃₈	278	Neopytadiene 新植二烯
11	C ₁₈ H ₃₆ O	268	Nor-Pristan-2-one 降姥鲛-2-酮
12	C ₂₀ H ₃₈	278	Neopytadiene 新植二烯
13	C ₂₀ H ₃₈	278	Neopytadiene 新植二烯
14	C ₂₀ H ₃₆ O	292	3-Methyl-2-(3,7,11-trimethyldodecyl) furane 3-甲基-2-法呢烷基呋喃
15	C ₂₀ H ₄₀ O	296	Isopytol 异-植醇
16	C ₂₀ H ₃₆ O	292	3-(4,8,12-trimethyltridecyl) furan 3-十六类异戊二烯烷基-呋喃
17	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284	Hexadecanoic acid, ethyl ester 十六烷酸乙酯
18	C ₁₆ H ₁₀	202	Fluoranthene 荧蒽
19	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	298	Heptadecanoic acid, ethyl ester 正十七烷酸乙酯
20	/	/	未知
21	C ₁₉ H ₃₈ N ₂	294	1H-Imidazole, 2-heptadecyl-4.5-dihydro-2-十六烷基-二氢咪唑
22	C ₂₀ H ₃₆ O ₂	308	9,12-Octadecadienoic acid, ethyl ester 亚油酸乙酯
23	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	310	9-Octadecenoic acid(Z), ethyl ester 反式-油酸乙酯
24	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	310	9-Octadecenoic acid(E), ethyl ester 顺式-油酸乙酯
25	C ₂₀ H ₄₀ O ₂	312	Hexadecanoic acid, butyl ester 正十六烷酸丁酯
26	C ₂₀ H ₄₀ O ₂	312	Octadecanoic acid, ethyl ester 正十八烷酸乙酯
27	C ₂₂ H ₄₂ O ₂	338	Heneicosenoic acid, methyl ester 正二十一烯酸甲酯
28	C ₂₂ H ₄₄ O ₂	340	Eicosanoic acid, ethyl ester 正二十烷酸乙酯
29	C ₂₃ H ₄₆ O ₂	354	Docosanoic acid, methyl ester 正二十二烷酸甲酯
30	C ₂₄ H ₄₆ O ₂	366	Docosenoic acid, ethyl ester 正二十二烯酸乙酯
31	C ₂₄ H ₄₈ O ₂	368	Docosanoic acid, ethyl ester 正二十二烷酸乙酯
32	C ₂₅ H ₄₈ O ₂	380	Tricosanoic acid, methyl ester 正二十三烯酸乙酯
33	C ₂₅ H ₅₀ O ₂	382	Tricosanoic acid, ethyl ester 正二十三烷酸乙酯
34	C ₂₅ H ₅₀ O ₂	382	Tetra cosanoic acid, methyl ester 正二十四烷酸甲酯
35	C ₂₆ H ₅₀ O ₂	394	Tetra cosenoic acid, ethyl ester 正二十四烯酸乙酯
36	C ₂₆ H ₅₂ O ₂	396	Tetra cosanoic acid, ethyl ester 正二十四烷酸乙酯
37	C ₃₀ H ₅₀	410	Squalene 角鲨烯
38	C ₂₇ H ₅₄ O ₂	410	Docosanoic acid, isopentyl ester 二十二烷酸异戊酯
39	C ₂₇ H ₅₄ O ₂	410	Pentacosanoic acid, ethyl ester 正二十五烷酸乙酯
40	C ₂₇ H ₅₄ O ₂	410	Hexacosanoic acid, methyl ester 正二十六烷酸甲酯
41	C ₂₈ H ₅₆ O ₂	424	Hexacosanoic acid, ethyl ester 正二十六烷酸乙酯
42	C ₂₉ H ₅₈ O ₂	438	Tetra cosanoic acid, isopentyl ester 正二十四烷酸异戊酯
43	C ₂₉ H ₄₆	394	Stigmasta-3,5,22-triene 豆甾-3,5,22-三烯

(续表2)

峰号	分子式	相对分子质量	化合物名称
44	/	/	未知
45	C ₃₀ H ₆₀ O ₂	452	Octacosanoic acid, ethyl ester 二十八烷酸乙酯
46	C ₃₂ H ₆₄ O ₂	480	Triacontanoic acid, ethyl ester 三十烷酸乙酯
47	C ₂₉ H ₄₆ O	410	Stigmasta-3,5-dien-7-one 豆甾-3,5-二烯-7-酮
48	C ₃₄ H ₆₈ O ₂	508	Hexadecanoic acid, octadecyl ester 正十六烷酸十八酯
49	C ₃₆ H ₇₂ O ₂	536	Hexadecanoic acid, eicosyl ester 正十六烷酸二十酯

表3 虎耳草石油醚提取物中非极性馏分化学成分

峰号	分子式	相对分子质量	化合物名称
1	C ₁₄ H ₃₀	198	Tetradecane 正十四烷
2	C ₁₅ H ₃₂	212	Pentadecane 正十五烷
3	C ₁₆ H ₃₄	226	Hexadecane 正十六烷
4	C ₁₇ H ₃₆	240	Heptadecane 正十七烷
5	C ₁₉ H ₄₀	268	Pristane 姥鲛烷
6	C ₁₈ H ₃₈	254	Octadecane 正十八烷
7	C ₂₀ H ₄₂	282	Phytane 植烷
8	C ₂₀ H ₃₈	278	Neophytadiene 新植二烯
9	C ₂₀ H ₃₈	278	Neophytadiene 新植二烯
10	C ₂₀ H ₃₈	278	Neophytadiene 新植二烯
11	C ₁₉ H ₄₀	268	Nonadecane 正十九烷
12	C ₂₀ H ₄₂	282	Eicosane 正二十烷
13	C ₂₁ H ₄₂	294	Heneicosene 二十一烯
14	C ₂₁ H ₄₄	296	Heneicosane 正二十一烷
15	C ₂₂ H ₄₆	310	Docosane 正二十二烷
16	C ₂₃ H ₄₆	322	Tricosene 二十三烯
17	C ₂₃ H ₄₈	324	Tricosane 正二十三烷
18	C ₂₄ H ₅₀	338	Tetracosane 正二十四烷
19	C ₂₅ H ₅₀	350	Pentacosene 二十五烯
20	C ₂₅ H ₅₂	352	Pentacosane 正二十五烷
21	C ₂₆ H ₅₄	366	Hexacosane 正二十六烷
22	C ₂₇ H ₅₄	378	Heptacosene 二十七烯
23	C ₂₇ H ₅₆	380	Heptacosane 正二十七烷
24	C ₂₈ H ₅₈	394	Octacosane 正二十八烷
25	C ₂₉ H ₅₈	406	Nonacosene 二十九烯
26	C ₂₉ H ₆₀	408	Nonacosane 正二十九烷
27	C ₃₀ H ₆₂	422	Triacontane 正三十烷
28	C ₃₁ H ₆₄	436	Hentriacontane 正三十一烷
29	C ₃₂ H ₆₆	450	Dotriacontane 正三十二烷
30	C ₃₃ H ₆₈	464	Tritriacontane 正三十三烷

2.1.3 非极性馏 GC-MS 分析

采用分辨率高、质谱数据库庞大、分析结果准确

可靠的 GC-MS 联机法进行分离、鉴定。经分离得到 30 个峰,通过各组分的质谱碎片解离规律以及与美国 NIST02 数据库的标准谱图对照分析,确定其中主要的 30 种成分。非极性馏分的总离子图和测定结果见表 3。

虎耳草非极性馏分中主要的化学成分有正二十九烷含量高达(60%),正二十七烷(19.2%),正三十一烷(4.9%),正二十五烷(2.6%)。

3 讨论

本文采用微波提取虎耳草具有省时、省溶剂、操作简便、提高产率等优点。采用气相色谱-质谱-数据系统联用技术能够对挥发油和极性部位的化学成分快捷、简便、准确的分析。

参考文献:

- [1] 贵州省药品监督管理局. 贵州省中药材、民族药材质量标准[M]. 贵阳:贵州科技出版社,2003:235.
- [2] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上海:上海科学技术出版社,1977:1335.
- [3] 罗厚蔚,吴葆金,陈节庵,等. 虎耳草有效成分的研究[J]. 中国药科大学学报,1988:19(1):1-3.
- [4] 岳美娥,姜廷福,师彦平,等. 高效毛细管电泳测定虎耳草属植物中虎耳草素含量[J]. 分析测试技术与仪器,2005,11(1):7-9.
- [5] 张秋海,丁家欣,张玲,等. 不同产地与采收季节虎耳草中原儿茶素的含量测定[J]. 现代中药研究与实践,2004,18(4):30-31.