昆明学院学报　2018，40（3）：95～99　ISSN 1674－5639　CN 53－1211/G4
Journal of Kunming University

同时蒸馏－萃取牛蒡子挥发油化学成分的 GC-MS 分析

胡珊珊[1]，梁梦洁[1]，徐兴梦[1]，宾　婕[2]，吴双凤[1]，林彦君[1]，郭亚东[1]，邓　亮[1*]
（1．昆明医科大学药学院 云南省天然药物药理重点实验室，云南 昆明 650500；
2．红河卫生职业学院，云南 蒙自 661199）

摘要：采用同时蒸馏－萃取方法提取云南产牛蒡子的挥发油，并使用气相色谱－质谱联用仪分析其化学成分，该联用仪工作条件：载气流速 1.0 mL/min；进样方式为分流进样，分流比 20∶1，进样口温度为 280℃；进样量为 1 μL；程序升温．然后通过计算机检索并结合谱图解析，鉴定了 89 个化合物的结构，占总挥发油的 97.55%．质量分数超过 10% 的成分包括叶绿醇、2，4-癸二烯醛、环丁基胺和己醛．

关键词：牛蒡子；同时蒸馏－萃取；挥发油；化学成分；GC-MS 方法
中图分类号：R284.2　**文献标识码**：A　**文章编号**：1674－5639（2018）03－0095－05
DOI：10.14091/j.cnki.kmxyxb.2018.03.019

GC-MS Analysis on the Chemical Components of *Arctium Lappa* L. Essential Oil by Simultaneous Distillation Extraction

HU Shanshan[1], LIANG Mengjie[1], XU Xingmeng[1], BIN Jie[2], WU Shuangfeng[1], LIN Yanjun[1], GUO Yadong[1], DENG Liang[1*]
（1．College of Pharmaceutical Sciences and Yunnan Key Laboratory of Pharmacology for Natural Products，Kunming Medical University，Kunming，Yunnan，China　650500；2．Honghe Health Vocational College，Mengzi，Yunnan，China　661199）

Abstract：The essential oil from *Arctium lappa* L. produced in Yunnan was extracted by simultaneous distillation extraction method and its chemical components were analyzed by Gas Chromatograph-mass spectrometry（GC-MS）with which the working conditions are：the rate of the carrier gas was 1.0 mL/min；the injection method was split-flow and the ratio of split-flow was 20∶1；the temperature of injection port was 280℃ and the sample size was 1 μL；the temperature of the programmed route increased. Then through computer retrieval with the spectrum analysis，the structures of 89 compounds were identified，taking up 97.55% of the total contents. The mass fractions exceed ten percent including Phytol，2，4-Decadienal；Cyclobutylamine and Hexanal.

Key words：*Arctium lappa* L.；simultaneous distillation extraction；essential oil；chemical components；gas chromatography-mass spectrometry（GC-MS）

牛蒡（*Arctium lappa* L.）是菊科牛蒡属植物，其根既可作为一种传统的药用植物，又可作为一种蔬菜[1-2]．牛蒡的种子叫牛蒡子，是一种传统中药材，味苦、辛，性寒，具有解毒消肿、疏散风热的作用，临床上多用于治疗风热咳嗽、咽喉肿痛、疮疡肿毒等症[3-4]．从牛蒡子中分离得到的化合物含木脂素、挥发油、脂肪酸及萜类等成分[5-6]．而辛味药材所含挥发油具有刺激汗腺分泌、清凉和解毒的作用．

提取挥发油的方法有水蒸气蒸馏法、超临界流体萃取法（SFE）及溶剂萃取法等[7]．而同时蒸馏萃取法是在同时蒸馏萃取装置中将水相与有机相充

收稿日期：2017－09－26
基金项目：云南省科技厅－昆明医科大学应用基础研究联合专项资金资助项目［2017FE468(-186)］；云南省教育厅科学研究基金资助项目（2015C016Y，2017ZDX074）；云南省高校功能分子分析与生物转化重点实验室开放基金．
作者简介：胡珊珊（1994—），女，贵州遵义人，硕士研究生，主要从事药物分析研究．
*通讯作者：邓亮（1979—），女，湖北恩施人，副教授，主要从事药物分析研究，E-mail：dengliangkmmc@163.com.

分混合，通过加热把与水共沸腾的挥发性成分萃取到有机相中. 该方法综合了提取、蒸馏和萃取，具有步骤少、操作简单、快速的优点. 因此，本文采用同时蒸馏萃取方法，提取云南牛蒡子的挥发油成分，并使用 GC-MS 方法进行分析，鉴定了其中 89 种化合物的结构，为牛蒡子的进一步开发利用提供了一定的科学依据.

1 材料与方法

1.1 仪器和试剂

RE-52A 型旋转蒸发仪（瑞士 BUCHI 公司）；Clarus 600/Clarus 600T GC/MS 联用仪（美国 PE 公司）；超声提取器（HS-10260D，250 W，50 KHz）；电子天平（梅特勒 - 托利多 AL204，灵敏度 0.1 mg）；同时蒸馏萃取装置（自制）. 二氯甲烷（色谱纯）.

牛蒡子样品购自昆明新螺蛳湾中药材市场.

1.2 GC-MS 分析条件

气相色谱 - 质谱联用仪工作条件：石英毛细管柱 DB-5MS（30 m × 0.25 mm × 0.25 μm）；载气为高纯氦（纯度≥99.999%），流速 1.0 mL/min；进样方式为分流进样，分流比 20∶1，进样口温度 280℃；进样量 1 μL；程序升温条件为初始温度 50℃，保持 5 min，然后 8℃/min 升至 220℃，保持 25 min.

质谱条件：电离方式为 EI；离子化电压 70 eV；检测模式为全离子扫描监测，扫描范围为 40 ~ 450 amu；离子源温度为 200℃；传输线温度为 230℃. 谱图检索采用 WILEY 和 NIST08 谱库进行检索对化合物定性.

2 方法及结果

在同时蒸馏萃取装置的一端连接盛有 20 g 粉碎的牛蒡子样品和 350 mL 蒸馏水及沸石的 500 mL 圆底烧瓶，在另一端接 250 mL 圆底烧瓶，盛有 50 mL萃取液（二氯甲烷），60℃ 恒温水浴加热，同时蒸馏萃取 2.5 h. 萃取完后冷凝至有机相（二氯甲烷）不再往下滴. 用 10 mL 超纯水冲洗冷凝管，将萃取溶液转移至锥形瓶中，加入 10 g 无水硫酸钠（无水硫酸钠提前在 100℃ 的烘箱中烘 30 min，取出放在干燥器中冷却，备用），然后将锥形瓶放在冰箱的冷藏室内，过夜. 第 2 d 将有机相于 30℃ 水浴中旋转蒸发浓缩至 1 mL 左右，0.22 μm有机滤膜过滤，取样进行 GC-MS 分析.

按 1.2 的实验条件进样，得到牛蒡子挥发油的总离子流图（见图 1），对图中各峰经质谱扫描后得到质谱图，通过 WILEY 和 NIST08 质谱数据库进行计算机检索，结合人工谱图解析并与文献及标准谱图核对，鉴定了其中的 89 个成分，并利用峰面积归一化法确定各组分在挥发油中的相对质量分数，结果见文后表 1.

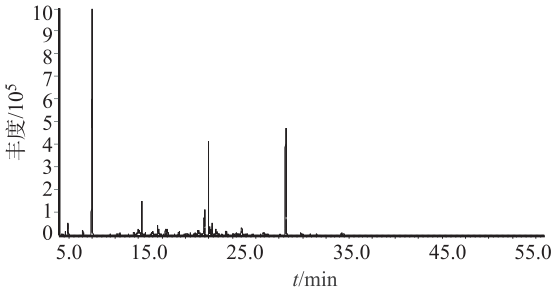

图1 牛蒡子挥发油的TIC图

3 讨论

由文后表 1 可见，由计算机检索和配合谱图解析并与相关文献对照共鉴定出 89 个化合物的结构，占总挥发油量的 97.55%. 牛蒡子挥发油的主要化学成分为叶绿醇、2，4-癸二烯醛、环丁基胺、己醛、2-正戊基呋喃、4，4，6-三甲基-环己-2-烯-1-醇、己酸、反-2-辛烯醛、2-十一烯醛、2-乙基己酸乙酯等，与文献［8］报道的在化合物种类和质量分数上差别较大，可能是不同产地的产品其所含挥发油在化合物种类和质量分数方面有较大差别，且提取方法不同所致.

［参考文献］

［1］ WANG B S，YEN G C，CHANG L W，et al. Protective effects of burdock（*Arctium lappa* L.）on oxidation of low-density lipoprotein and oxidative stress in RAW 264.7 macrophages［J］. Food Chem，2006，101（2）：729 - 738.

［2］ DUH P D. Antioxidant activity of burdock（*Arctium lappa* L.）：its scavenging effect on free-radical and active oxygen［J］. Journal of the American Oil Chemists Society，1998，75（4）：455 - 461.

［3］ 赵华. 药用植物牛蒡化学成分和药理活性研究述要［J］. 辽宁中医学院学报，2005，7（2）：128 - 129.

［4］ 徐朝晖，赵爱华，高先富，等. 具降糖活性的牛蒡子提

取物的化学成分［J］. 中国天然药物，2006，11（4）：444－447.
［5］王海燕，杨峻山. 牛蒡子化学成分的研究［J］. 药学学报，1993，28（2）：9111－9114.
［6］蔡恩博，郭雪，赵岩，等. 牛蒡子化学成分研究进展［J］. 人参研究，2015，27（1）：45－48.
［7］温悦. 挥发油提取方法研究概况［J］. 中国药业，2010，19（12）：84－85.
［8］罗永明，朱英，李斌，等. 牛蒡子挥发油成分的 GC-MS 分析［J］. 中药材，1997，20（12）：621－623.

表 1　牛蒡子挥发油化学成分及相对质量分数

编号	保留时间/min	化合物名称	分子式	$w_{相对}$/%
1	4.190	异戊醛 3-methyl-Butanal	$C_5H_{10}O$	0.026
2	4.208	丙烷 Propane	C_3H_8	0.024
3	4.314	反式-2-己烯-1-醇（E）-2-Hexen-1-ol	$C_6H_{12}O$	0.027
4	4.332	2-氨基-5-甲基庚烷 5-methyl-2-Heptanamine	$C_8H_{19}N$	0.039
5	4.430	氰乙酰胺 Acetamide，2-cyano-	$C_3H_4N_2O$	0.014
6	4.596	环己烯 Cyclohexene	C_6H_{10}	0.681
7	4.861	戊醛 Pentanal	$C_5H_{10}O$	0.634
8	4.879	β-丁内酯 Butyrolactone	$C_4H_6O_2$	0.927
9	6.503	正戊醇 1-Pentanol	$C_5H_{12}O$	0.257
10	6.521	氰胺 Cyanamide	CH_2N_2	0.177
11	6.539	3-丁烯-1-醇 3-Buten-1-ol	C_4H_8O	0.083
12	7.439	己醛 Hexanal	$C_6H_{12}O$	11.256
13	7.457	环丁基胺 Cyclobutylamine	C_4H_9N	14.808
14	9.028	反式-2-己烯醛；（E）-2-Hexenal	$C_6H_{10}O$	0.052
15	9.434	3-甲基-1-戊醇 3-methyl- 1-Pentanol	$C_6H_{14}O$	0.061
16	10.034	2-庚酮 2-Heptanone	$C_7H_{14}O$	0.045
17	10.069	4-（1-甲基乙基）环己醇 4-（1-methylethyl）-Cyclohexanol	$C_9H_{18}O$	0.045
18	10.087	2-正丁基呋喃 2-n-Butyl furan	$C_8H_{12}O$	0.154
19	10.422	庚醛 Heptanal	$C_7H_{14}O$	0.354
20	11.376	双环［3.1.1］庚-2-烯，3，6，6-三甲基-3，6，6-trimethyl- Bicyclo［3.1.1］hept-2-ene	$C_{10}H_{16}$	0.120
21	11.676	羟甲基环丙烷 Cyclopropyl carbinol	C_4H_8O	0.026
22	11.958	顺-2-庚烯醛（Z）-2-Heptenal	$C_7H_{12}O$	0.419
23	12.188	苯甲醛 Benzaldehyde	C_7H_6O	0.054
24	12.223	庚酸 Heptanoic acid	$C_7H_{14}O_2$	0.026
25	12.470	己酸 Hexanoic acid	$C_6H_{12}O_2$	1.865
26	12.488	异丁醇；1-Propanol，2-methyl-	$C_4H_{10}O$	0.615
27	12.612	左旋-beta-蒎烯（1S）-Bicyclo［3.1.1］heptane，6，6-dimethyl-2-methylene-	$C_{10}H_{16}$	0.577
28	12.629	2，3-辛二酮 2，3-Octanedione	$C_8H_{14}O_2$	0.119
29	12.664	乙酰肼 Acetic acid，hydrazide	$C_2H_6N_2O$	0.067
30	12.837	2-正戊基呋喃 Furan，2-pentyl-	$C_9H_{14}O$	5.862
31	13.159	正辛醛 Octanal	$C_8H_{16}O$	0.267
32	13.371	2-甲基-1-乙烯基-1，5-二甲基-4-己烯醇丙酸酯 Linalyl isobutyrate	$C_{14}H_{24}O_2$	0.016
33	13.777	邻-异丙基苯，1-methyl-2-（1-methylethyl）- Benzene	$C_{10}H_{14}$	0.081
34	13.890	双戊烯 Limonene	$C_{10}H_{16}$	0.601

续表 1

编号	保留时间/min	化合物名称	分子式	$w_{相对}$/%
35	14.006	3，5-辛二烯-2-醇 3，5-Octadien-2-ol	$C_8H_{14}O$	0.719
36	14.236	苯乙醛 Benzeneacetaldehyde	C_8H_8O	0.160
37	14.395	2-乙基-3-甲基-氧杂环丁烷 Oxetane，2-ethyl-3-methyl-	$C_6H_{12}O$	0.092
38	14.518	反-2-辛烯醛（E）-2-Octenal	$C_8H_{14}O$	1.548
39	14.606	N-乙酰基-丙酰胺 N-acetyl-Propanamide	$C_5H_9NO_2$	0.054
40	15.348	2-乙基己酸乙酯 n-Butyric acid 2-ethylhexyl ester	$C_{12}H_{24}O_2$	1.017
41	15.454	8，11，14 二十碳三烯酸甲酯（Z，Z，Z）-8，11，14-Eicosatrienoic acid，methyl ester	$C_{21}H_{36}O_2$	0.025
42	15.578	壬醛 Nonanal	$C_9H_{18}O$	0.916
43	16.301	反式-3-壬烯-2-酮 trans-3-Nonen-2-one	$C_9H_{16}O$	0.030
44	16.707	1，7，7-三甲基二环［2.2.1］庚烷-2-酮 Camphor	$C_{10}H_{16}O$	0.034
45	16.796	反式-2-壬烯醛；（E）-2-Nonenal	$C_9H_{16}O$	0.719
46	17.360	4-甲基-1-（1-甲基乙基）-3-环己烯-1-醇 4-methyl-1-（1-methylethyl）-3-Cyclohexen-1-ol	$C_{10}H_{18}O$	0.127
47	17.537	顺式-3-甲基环己醇 cis-3-Methylcyclohexanol	$C_7H_{14}O$	0.139
48	17.572	3-丁酮酸叔丁酯 3-oxo-Butanoic acid-1，1-dimethylethyl ester	$C_8H_{14}O_3$	0.022
49	17.731	癸醛 Decanal	$C_{10}H_{20}O$	0.131
50	17.978	（E，E）-2，4-壬二烯醛（E，E）-2，4-Nonadienal	$C_9H_{14}O$	0.334
51	18.384	（1，1′联环戊基）-2-酮［1，1′Bicyclopentyl］-2-one	$C_{10}H_{16}O$	0.130
52	18.702	壬酸 Nonanoic acid	$C_9H_{18}O_2$	0.030
53	18.773	精氨酸 Arginine	$C_6H_{14}N_4O$	0.015
54	18.861	2-癸烯醛，2-Decenal	$C_{10}H_{18}O$	0.922
55	18.984	1-甲基-2-环己烯-1-醇，1-methyl-2-Cyclohexen-1-ol	$C_7H_{12}O$	0.343
56	19.214	4-（1H-1，2，3，4-四唑-1-基）-苯乙酸，4-（1H-1，2，3，4-tetrazol-1-yl）-Benzeneaceticacid	$C_9H_8O_2$	0.096
57	19.249	N-乙酰-L-蛋氨酸 N-Acetylmethionine	$C_7H_{13}NO_3S$	0.022
58	19.408	1-甲氧基-4-［（Z）-1-丙烯基］苯 1-methoxy-4-（1-propenyl）-Benzene	$C_{10}H_{12}O$	0.414
59	19.497	2，4-癸二烯醛 2，4-Decadienal	$C_{10}H_{16}O$	4.722
60	19.955	反式-2，4-癸二烯醛；（E，E）-2，4-Decadienal	$C_{10}H_{16}O$	16.398
61	20.114	三醋精 Triacetin	$C_9H_{14}O_6$	0.104
62	20.150	L-乳酸 L-（+）-Lactic acid	$C_3H_6O_3$	0.134
63	20.362	4，4，6-三甲基-环己-2-烯-1-醇 4，4，6-Trimethyl-cyclohex-2-en-1-ol	$C_9H_{16}O$	2.279
64	20.750	2-十一烯醛 2-Undecenal	$C_{11}H_{20}O$	1.038
65	21.050	（E，E）-2，4-十一烷二烯（E，E）-2，4-Undecadienal	$C_{11}H_{18}O$	0.195
66	21.350	花生四烯酸甲酯（all-Z）-5，8，11，14-Eicosatetraenoic acid，methyl ester	$C_{21}H_{34}O_2$	0.089

续表 1

编号	保留时间/min	化合物名称	分子式	$w_{相对}$/%
67	21.880	1，7-二甲基-7-（4-甲基-3-戊烯基）-三环［2.2.1.0（2，6）］庚烷，1，7-dimethyl-7-（4-methyl-3-pentenyl）-tricyclo［2.2.1.0（2，6）］heptane	$C_{15}H_{24}$	0.715
68	22.003	香橙烯 Aromadendrene	$C_{15}H_{24}$	0.193
69	22.550	2-乙基丁烯酸丙酯 Allyl 2-ethyl butyrate	$C_9H_{16}O_2$	0.019
70	22.656	α-蒎烯 α-pinene	$C_{15}H_{24}$	0.171
71	22.851	A-姜黄烯 1-（1，5-dimethyl-4-hexenyl）-4-methyl-Benzene	$C_{15}H_{22}$	0.158
72	22.939	（3R-反式）-4-乙烯基-4-甲基-3-（1-甲基乙烯基）-1-（1-甲基乙基）-环己烯 1-（1，5-dimethyl-4-hexenyl）-4-methyl-Benzene	$C_{15}H_{24}$	0.239
73	23.151	1，2，4a，5，6，8a-六氢-4，7-二甲基-1-（1-甲基乙基）-萘，1，2，4a，5，6，8a-hexahydro-4，7-dimethyl-1-（1-methylethyl）-Naphthalene	$C_{15}H_{24}$	0.202
74	23.786	5-烯丙基-1，2，3-三甲氧基苯 1，2，3-trimethoxy-5-（2-propenyl）- Benzene	$C_{12}H_{16}O_3$	0.051
75	23.892	（+）-α-柏木萜烯 Di-epi-cedrene	$C_{15}H_{24}$	0.060
76	24.033	3，7，11-三甲基-1，6，10-十二烷三烯-3-醇乙酸酯；Nerolidyl acetate	$C_{17}H_{28}O_2$	0.047
77	24.121	γ-榄香烯 Elemene	$C_{15}H_{24}$	0.155
78	25.499	氧化石竹烯；Caryophyllene oxide	$C_{15}H_{24}O$	0.013
79	25.552	叶酸 Folic Acid	$C_{19}H_{19}N_7O_6$	0.026
80	25.834	beta-桉叶醇 decahydro-4a-trimethyl-8-methylene-，［2R-（24a8a］-2-Naphthalenemethanol	$C_{15}H_{26}O$	0.585
81	28.235	叶绿醇 3，7，11，15-Tetramethyl-2-hexadecen-1-ol	$C_{20}H_{40}O$	19.877
82	29.876	十六烷酸甲酯 Hexadecanoic acid，methyl ester	$C_{17}H_{34}O_2$	0.417
83	30.018	4-十八烯 4-Octadecenal	$C_{18}H_{34}$	0.052
84	34.201	（E，E）-9，12-十八碳二烯酸甲酯（E，E）-9，12-Octadecadienoic acid，methyl ester	$C_{19}H_{34}O_2$	0.645
85	34.395	4-十八碳烯酸甲酯 4-Octadecenoic acid，methyl ester	$C_{19}H_{36}O_2$	0.406
86	38.138	9-己基十七烷，9-hexyl-Heptadecane	$C_{23}H_{48}$	0.016
87	38.173	L-精氨酸 Arginine	$C_6H_{14}N_4O_2$	0.024
88	43.221	1，4-二甲基-2-十八烷基环己烷 1，4-dimethyl-2-octadecyl- Cyclohexane	$C_{26}H_{52}$	0.021
89	43.257	四十四烷 Tetratetracontane	$C_{44}H_{90}$	0.029