

速生桉叶精油的质量标准研究*

Study on the Quality Standard of Essential Oil of *Eucalyptus grandis* × *E. urophylla*

林霄¹, 刘布鸣¹, 梁威¹, 蔡全玲¹, 莫建光², 杨辉², 白懋嘉³

LIN Xiao¹, LIU Bu-ming¹, LIANG Wei¹, CAI Quan-lin¹, MO Jian-guang², YANG Hui², BAI Mao-jia³

(1. 广西中医药研究院, 广西南宁 530022; 2. 广西分析测试研究中心, 广西南宁 530022; 3. 南宁万家辉香料有限公司, 广西南宁 530022)

(1. Guangxi Institute of Traditional Medical and Pharmaceutical Sciences, Nanning, Guangxi, 530022, China; 2. Guangxi Research Center of Analysis and Testing, Nanning, Guangxi, 530022, China; 3. Wan Jia Hui Spices Co., LTD, Nanning, Guangxi, 530022, China)

摘要:用水蒸气蒸馏法提取速生桉 (*Eucalyptus grandis* × *E. urophylla*) 叶精油, 对桉叶精油采用薄层色谱法进行定性鉴别, 并通过气相色谱测定不同产地速生桉精油中的主要成分。结果桉叶精油中 1,8-桉叶素相对百分含量为 34.84%~40.85%, α -蒎烯相对百分含量为 14.44%~39.96%, 其它成分还有: 对伞花烃、乙酸松油酯、 α -松油醇、松油醇-4 等, 共有峰面积占总峰面积的 95% 以上, 而且色谱行为基本一致。这些指标性成分可以为建立广西速生桉叶精油的质量标准提供方法和依据。

关键词:精油 叶片 速生桉 气相色谱法 质量标准

中图分类号: O657.71 文献标识码: A 文章编号: 1002-7378(2010)03-0223-02

Abstract: The essential oil was extracted from *Eucalyptus grandis* × *E. urophylla* leaves by steam distillation. The TLC method was adopted to analyze and identify the oil. GC-FID was used to determine the relative content of main components in the oil. The oil mainly consisted of 1,8-cineole (34.84%~40.85%), α -pinene (14.44%~39.96%), etc. The experiment provided a basis for the quality standard of oil of *E. grandis* × *E. urophylla*.

Key words: oil, leaf, *E. grandis* × *E. urophylla*, GC, quality standard

桉树又名洋草果树、杨草果树、有加利树、灰杨柳、玉树油树, 原产澳大利亚, 广西、四川、云南等地有栽培, 常作行道树^[1]。速生桉是广西桉树人工林的主要品种, 主要为巨叶桉和尾叶桉的杂交种 (*Eucalyptus grandis* × *E. urophylla*), 其生长周期快, 在广西境内大量栽种, 人们主要砍伐其树干用于造纸, 生产合成板等, 其枝叶则舍弃或仅作为柴火, 资源不能充分得到利用, 造成了巨大浪费。为了更好地综合利用广西的速生桉资源, 我们对速生桉叶中蒸馏提取得到的精油进行分析鉴定, 为建立速生桉

叶油的质量标准提供研究方法, 提高速生桉的经济价值。

1 实验部分

1.1 仪器

挥发油提取器, 日本岛津 GC-14B 型气相色谱仪, 威玛龙色谱工作站, SGE BP-10 毛细管色谱柱。

1.2 试药

速生桉枝叶 7 批, 分别编号为 1~7 号, 其中 1 号采自马山府城, 得油率为 0.40%; 2 号采自邕宁, 得油率为 0.35%; 3 号采自小董, 得油率为 0.24%; 4 号采自武鸣, 得油率为 0.40%; 5 号采自高峰, 得油率为 0.30%; 6 号采自那丽, 得油率为 0.46%; 7 号采自东门, 得油率为 0.63%。其他试剂, 如甲苯,

收稿日期: 2010-06-21

作者简介: 林霄 (1981-), 男, 助理研究员, 主要从事药物分析测试与质量标准研究。

* 广西科技基础条件平台建设项目 (09-090-10D) 资助。

乙酸乙酯,无水硫酸钠均为分析纯。

2 试验方法与结果

2.1 样品制备

将不同产地的新鲜桉叶粉碎成碎片状,分别置于5000ml的圆底烧瓶中,加水适量,按《中华人民共和国药典》2005年版一部附录XD中挥发油测定法的甲法水蒸气蒸馏法^[2],经水蒸气蒸馏5h并用无水硫酸钠脱水得到淡黄色,有特殊芳香气味的澄清液体为桉油样品。

2.2 薄层色谱鉴别

取上述速生桉油样品适量置于1ml的容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度,混匀即得供试品溶液,按照薄层色谱法(《中国药典》2005年版一部附录VB)试验^[2],用毛细管分别吸取上述溶液适量点于同一含羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯(9.5:0.5)为展开剂,展开,取出晾干,喷以2%香草醛硫酸溶液,烘干至显色。薄层色谱鉴别结果(图1)显示,不同产地桉叶油的色谱带相似,斑点位置基本相同,表明不同来源的桉叶油的主要成分相同。

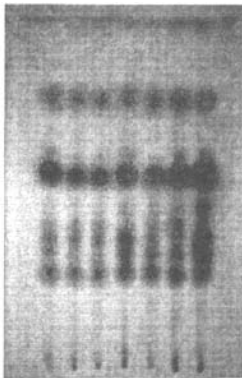


图1 薄层层析图谱

1. 府城, 2. 邕宁, 3. 小董, 4. 武鸣, 5. 高峰, 6. 那丽, 7. 东门。

2.3 主成分定性鉴别

运用气质联用分析并参考文献^[3],结合对照品的气相色谱图进行比对,鉴别出速生桉油的主要成分为1,8-桉叶素、 α -蒎烯、对伞花烃、乙酸松油酯、 α -松油醇、松油醇-4、龙脑,含量占总峰面积的95%以上,GC色谱图见图2。

2.4 气相色谱定量分析

2.4.1 色谱条件

SGE BP-10 毛细管色谱柱(30m×0.25mm×

0.25 μ m),检测器FID,高纯氮气(>99.99%),空气50kPa,氢气60kPa,分流比60:1,进样量0.4 μ l,进样口温度250 $^{\circ}$ C,检测器温度250 $^{\circ}$ C,柱温程序升温,升温程序为初始温度82 $^{\circ}$ C,保持20min,以20 $^{\circ}$ C/min升至110 $^{\circ}$ C,再以2 $^{\circ}$ C/min的速率升至180 $^{\circ}$ C,保持5min。特征色谱图见图2。

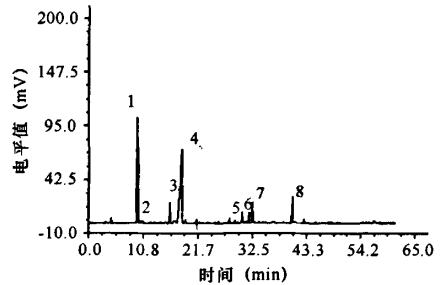


图2 速生桉叶油典型GC图谱

1. α -蒎烯, 2. 萜烯, 3. 对伞花烃, 4. 1,8-桉叶素, 5. 龙脑, 6. 松油醇-4, 7. α -松油醇, 8. 乙酸松油酯。

2.4.2 精密度及稳定性试验

采集产自邕宁的桉叶油进样获取色谱图,记录其8个主要成分的相对含量,计算得出的RSD值均小于3%,表明实验仪器的精密度及稳定性良好。

2.4.3 不同产地的桉叶油相对含量测定

按照2.4.1的色谱条件对不同产地的桉叶油进行分析测定,分析各图谱,以归一化法测定不同产地桉叶油主要共有成分的相对含量结果(表1)显示,不同产地桉叶油的色谱成分基本相同,但是成分的相对含量有差异,如 α -蒎烯,马山府城采集的相对含量为25.67%,而在武鸣采集的则高达39.96%,说明由于气候、环境或采集时间等因素不同可导致不同产地桉叶油的成分及其相对含量发生改变。因此桉叶油的生产需确定药材的来源和采集时间以保证其质量的稳定性。

表1 不同产地的桉叶油主要共有成分相对含量测定结果

产地	α -蒎烯 (%)	萜烯 (%)	对伞花烃 (%)	1,8-桉叶素 (%)	龙脑 (%)	松油醇-4 (%)	α -松油醇 (%)	乙酸松油酯 (%)
府城	25.67	1.08	4.88	40.85	0.46	2.94	5.78	4.61
邕宁	36.14	0.62	4.41	39.41	0.33	1.30	5.06	5.29
小董	29.29	1.09	4.52	39.60	0.89	2.77	4.98	4.97
武鸣	39.96	0.57	4.46	34.84	0.21	1.50	4.92	7.66
高峰	33.30	0.58	5.10	37.31	1.54	1.79	5.51	6.62
那丽	14.44	1.60	3.52	40.48	1.91	6.30	5.72	3.53
东门	24.62	1.98	0.25	39.70	3.81	1.18	9.26	1.50

3 结论

(1)不同产地来源的桉叶油的主要成分相同。不

(下转第227页)

《中国药典》2005年版一部附录V A紫外分光光度法进行试验。以乙醇、甲醇、正丁醇、石油醚和乙酸乙酯作空白对照,分别在200~800nm波长范围内测定光谱。结果乙醇和甲醇提取液在278nm,411nm,468nm,664nm处有吸收峰;正丁醇提取液在270nm,412nm,666nm处有吸收峰;石油醚提取液在217nm,411nm,664nm处有吸收峰;乙酸乙酯提取液在252nm,409nm,665nm处有吸收峰。图1~5结果说明地桃花成分中可能存在 α,β -不饱和双键,结合成分试验结果,可能为甾体或三萜类成分的紫外吸收。

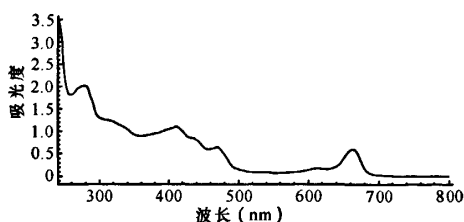


图1 乙醇提取液 UV-VIS 吸收光谱

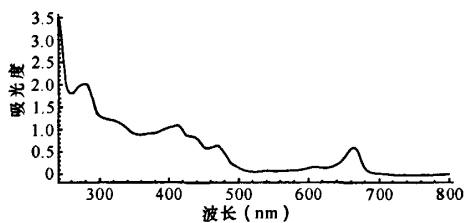


图2 甲醇提取液 UV-VIS 吸收光谱

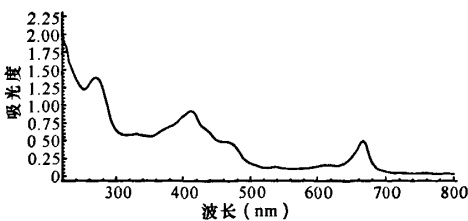


图3 正丁醇提取液 UV-VIS 吸收光谱

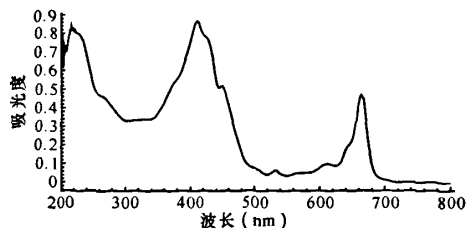


图4 石油醚提取液 UV-VIS 吸收光谱

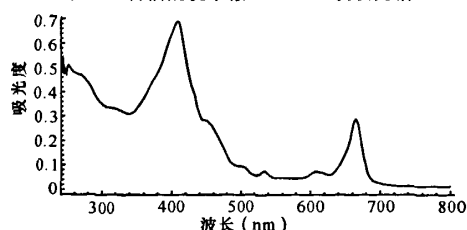


图5 乙酸乙酯提取液 UV-VIS 吸收光谱

3 结束语

通过预试验,初步确定地桃花中含有氨基酸和蛋白质、糖类、皂苷、鞣质、酚类、有机酸类、黄酮类成分;可能含有三萜类、甾体类等成分。这为地桃花生物活性成分的提取、分离研究提供了实验基础。

经紫外-可见光谱扫描发现,地桃花全草在不同溶剂中具有不同的特征吸收峰,这对地桃花生药学的鉴别有一定意义,为该药的品种鉴定、品质评价和资源的开发利用提供了一定的科学依据。

参考文献:

- [1] 广西壮族自治区卫生厅. 广西中药材标准[M]. 1990年版. 南宁:广西科学技术出版社,1992:42,180.
- [2] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草:第十四卷[M]. 上海:上海科学技术出版社,1999:372-373.

(责任编辑:韦廷宗)

(上接第224页)

同产地桉叶油的薄层色谱的重现性好,薄层色谱鉴别可以作为桉叶油的定性鉴别方法。

(2)不同产地来源的桉叶油主要成分的相对含量有差异,不同气候、环境或采集时间等因素条件下,桉叶油的成分及其相对含量会发生改变,因此,桉叶油的生产需确定药材的来源和采集时间以保证其质量的稳定性。

(3)速生桉精油中主要共有:1,8-桉叶素、 α -蒎烯、对伞花烃、乙酸松油酯、 α -松油醇、松油醇-4等成分,共有峰面积占总峰面积的95%以上,而且色谱

行为基本一致,这些指标性成分可以为建立桉叶油的质量标准提供可行的科学参考依据。

参考文献:

- [1] 国家中医药管理局. 中华本草:第五册[M]. 上海:上海科学技术出版社,1999:942.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[S]. 北京:化学工业出版社,2005:附录X D, VI B.
- [3] 田玉红,刘雄民,陶明有. 巨尾桉叶挥发性成分的提取及成分分析[J]. 广西科学院学报,2006,22(S):466-468.

(责任编辑:邓大玉)