

唇香草脂肪酸的 GC-MS 分析

李雪¹, 李梅², 陈春丽³ (1. 新疆维吾尔自治区农产品质量安全监督检验中心, 新疆乌鲁木齐 830049; 2. 华润赛科药业有限责任公司, 北京 100124; 3. 新疆医科大学药学院, 新疆乌鲁木齐 830011)

摘要 [目的]对唇香草脂肪酸成分进行 GC-MS 分析。[方法]利用索氏提取器提取唇香草脂肪酸成分,对脂肪酸进行甲酯化后,运用气相色谱-质谱联用技术,对分离的化合物进行结构分析。[结果]共鉴定出 10 个化学成分,其中主要成分为 9,12,15-十八三烯酸(12.38%)、棕榈酸(6.28%)和棕榈酸甲酯(5.08%)。[结论]该方法分析了唇香草的脂肪酸成分,为唇香草的进一步开发利用提供了依据。
关键词 脂肪酸;气相色谱-质谱法;唇香草(*Ziziphora clinopodioides* Lam.)
中图分类号 S567 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2014)12-03535-01

Analysis of Fatty Acid from *Ziziphora clinopodioides* Lam. by Gas Chromatography-Mass Spectrometry
LI Xue et al (Supervision and Testing Center for Quality and Safety of Agri-products of Xinjiang Uygur Autonomous Region, Urumqi, Xinjiang 830049)
Abstract [Objective] GC-MS analysis was conducted on fatty acid from *Z. clinopodioides*. [Method] The fatty acid in the *Z. clinopodioides* was extracted by Soxhlet Extractor, and the chemical constituents from the herb were identified by GC-MS. [Result] 10 compounds were identified, the major components were 9, 12, 15-octadecatrienoic acid (12.38%), Hexadecanoic acid (6.28%), Hexadecanoic acid methyl ester (5.08%). [Conclusion] The fatty acid from *Z. clinopodioides* was analyzed, which will provide reference for further development and utilization of *Z. clinopodioides*.
Key words Fatty acid; Gas Chromatography-Mass Spectrometry; *Ziziphora clinopodioides* Lam.

唇香草(*Ziziphora clinopodioides* Lam.)属唇形科新塔花属(*Ziziphora*)多年生半灌木草本植物,别名苏则,是维吾尔族传统医药,也是目前新疆一种新兴的药用经济作物,可用于治疗心脏病、高血压、气短多汗、水肿、咳嗽、气管炎和肺脓肿等疾病,并有强心利湿、理气化痰和消炎散结的功效^[1-2],和广泛的抗菌与抗氧化作用^[3-4]。国内外有对唇香草挥发油和其理化性质的研究^[3-5],到目前为止,关于唇香草脂肪酸类化合物种类及含量的研究鲜有报道。因此,笔者对唇香草脂肪酸进行提取分析^[6-9],以期唇香草的药用开发提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 研究对象。唇香草,购于乌鲁木齐市二道桥市场,经鉴定为唇形科新塔花属(*Ziziphora*)多年生半灌木草本植物唇香草(*Ziziphora clinopodioides* Lam.)。
1.1.2 主要仪器。GCMS-QP2010 气相质谱联用仪,购自日本岛津公司;KQ3200E 型超声波清洗器,购自昆山超声仪器

有限公司;调温电热套,购自郑州长城科工贸有限公司;旋转蒸发仪,购自上海亚荣生化仪器厂;电热恒温鼓风干燥箱,购自上海精宏实验设备有限公司;索氏提取器,购自郑州兴华玻璃仪器厂。

1.1.3 主要试剂。浓硫酸、石油醚、甲醇、无水乙醚和氯化钠均为分析纯,市售。

1.2 方法

1.2.1 索氏提取唇香草脂肪酸。于 60℃条件下,在恒温干燥箱中将唇香草粉末烘干 2 h,称取样品 25.00 g,用滤纸包裹后放入索氏提取器中,加入 300 ml 石油醚浸泡其 12 h 后,加热回流,索氏提取器中溶剂变为无色时,可蒸发回收石油醚,从而得到唇香草脂肪酸浸膏。

1.2.2 唇香草脂肪酸的甲酯化。在 0.50 g 唇香草脂肪酸浸膏中加入 100 ml 无水甲醇和 10 ml 浓硫酸的混合液,加热回流 8 h,冷却过滤后,将滤液移入分液漏斗中,加入 50 ml 乙醚和饱和食盐水萃取 3 次,用水将乙醚层洗至中性,取淡黄色上清液待测。

表 1 脂肪酸测定结果

序号	保留时间//min	化合物	分子式	分子量	相对含量//%	相似度
1	29.934	十四酸 myristic acid	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	228	0.21	93
2	33.952	6-十八碳烯酸 6-octadecenoic acid	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	282	0.38	82
3	34.420	棕榈酸 Hexadecanoic acid	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	5.08	96
4	35.619	棕榈酸 Hexadecanoic acid	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	6.28	93
5	37.913	亚油酸 linoleic acid	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	280	2.64	90
6	38.072	9,12,15-十八三烯酸 9,12,15-octadecatrienoic acid	C ₁₈ H ₃₀ O ₂	278	12.38	88
7	38.419	十八酸 octadecanoic acid	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284	1.00	96
8	39.103	油酸 oleic acid	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	282	2.33	93
9	42.077	二十酸 eicosanoic acid	C ₂₀ H ₄₀ O ₂	312	0.53	97
10	45.434	二十二酸 docosanoic acid	C ₂₂ H ₄₄ O ₂	340	0.56	93

作者简介 李雪(1981-),女,河北高碑店人,农艺师,硕士,从事农产品质量安全研究。
收稿日期 2014-04-14

1.2.3 GC-MS 联用仪测定条件。色谱条件为:RTX-5MS 柱(30 m×0.25 mm,0.25 μm);进样口温度 280℃,起始温
(下转第 3567 页)

的延长,甲萘威对 AChE 活性的抑制作用呈现低—高一低

的趋势。仪美芹等^[9]研究发现,灭多威、硫双灭多威、克百威及丁硫克百威 4 种氨基甲酸酯类农药对鲫鱼脑 AChE 有强烈的抑制作用,且存在较好的剂量关系。氧化乐果胁迫下,摇蚊幼虫 AChE 活性主要表现为抑制作用,且随着胁迫时间的延长,AChE 活性抑制作用呈增加趋势。葛士林等^[10]研究发现,亚致死浓度的氧化乐果胁迫下,红裸须摇蚊(*Prosilocerus akamusi*) 幼虫体内 AChE 的活性均被抑制,胁迫时间越长抑制作用越大,与该研究结果基本一致。摇蚊幼虫暴露在亚致死浓度(LC_5 、 LC_{10} 和 LC_{20}) 辛硫磷 24 h 内,AChE 的活性主要被诱导激活;胁迫 48 h 摇蚊 AChE 主要表现为抑制,这表明短时间内摇蚊体内其他解毒酶系参与了代谢过程。如短时间内酯酶(如:脂族酯酶)可作为有机磷农药的替代靶标,对真正的靶标 AChE 起到一定保护作用^[3],随着胁迫时间的延长,这种保护作用可能减弱而 AChE 则被抑制。有关 AChE 对微量有机磷和氨基甲酸酯类农药胁迫具有很高的敏感性,这些研究已在老鼠、昆虫、鱼类、甲壳类动物等的体内和体外试验中得到证实^[9-14]。花翅摇蚊 AChE 对氨基甲酸酯类农药甲萘威、有机磷类农药氧化乐果和辛硫磷的胁迫均作出应答响应,为合理评价农药的水体污染提供了一定的科学参考,而 3 种农药对 AChE 分子作用机制还有待进一步研究。

参考文献

[1] 曹传旺. 取代苯类有机污染物对摇蚊生态毒理作用研究[M]. 北京: 科

学出版社,2013:1-5.

[2] 程仕伟,刘林德,付荣恕. 辛硫磷农药对刺巴西甲螨体内酶系活性的影响[J]. 土壤学报, 2011,48(6):1260-1264.

[3] WALKER C H. The use of biomarkers to measure the interactive effects of chemicals[J]. Ecotoxicology and Environmental Safety,1998,40(1):65-70.

[4] 陈仪取,郭祥群. 利用 AChE 活性作生物标记监测水环境污染的研究进展[J]. 福建化工,2003(2):30-34.

[5] 葛士林,曹传旺,方国飞,等. 红裸须摇蚊幼虫生物标志物系统对苯酚的响应[J]. 应用生态学报,2011,22(7):1900-1906.

[6] GORUN V,PROINOV L,BĂLTESCU V,et al. Modified Ellman procedure for assay of cholinesterases in crude enzymatic preparations [J]. Analytical Biochemistry,1978,86(1):324-326.

[7] BRADFORD M M. A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding [J]. Analytical Biochemistry,1976,72(1):248-254.

[8] 罗永宏,宋超,陈家长. 氨基甲酸酯类农药甲萘威的毒理学及环境归趋研究进展[J]. 江苏农业科学,2012,40(1):316-318.

[9] 仪美芹,于彩虹,杨明,等. 鲫鱼(*Carassius auratus*) 体内胆碱酯酶的组织分布及其对氨基甲酸酯类杀虫药剂的敏感度[J]. 安全与环境学报,2006,6(3):57-60.

[10] 葛士林,曹传旺,王志英. 3 种农药对红裸须摇蚊体内蛋白质质量分数和 AChE 活性的影响[J]. 东北林业大学学报,2011,39(1):108-109.

[11] 何绍志,李维,王雁,等. 美洲蟑螂头部乙酰胆碱酯酶活性测定及对 5 种常用农药的敏感性[J]. 食品科学,2013,34(23):184-188.

[12] 吴惠,乙楠楠,李亭亭,等. 毒死蜱和乐果联合染毒对大鼠胆碱酯酶活性的影响[J]. 癌变·畸变·突变,2013,25(1):31-34.

[13] ESCARTIN E,PORTE C. Bioaccumulation, metabolism, and biochemical effects of the organophosphorus pesticide fenitrothion in *Procambarus clarkia* [J]. Environmental Toxicology and Chemistry,1996,15(6):915-920.

[14] 刘晓宇,郝强,吴谋成,等. 鲫鱼脑乙酰胆碱酯酶(AChE) 的活性测定及对有机磷农药的敏感性研究 [J]. 食品科学,2006,27(12):71-74.

(上接第 3535 页)

度 50 ℃,以 5 ℃/min 升至 280 ℃;载气为氦气;流速为 3.0 ml/min;进样量 1.0 μl;分流比为 20:1。质谱条件为:电离方式为 EI;离子源温度 200 ℃,电离能为 70 eV;质量扫描范围(m/z):35~500。

2 结果与分析

2.1 测定结果 利用索氏提取法在唇香草中提取得到 10 种脂肪酸,即十四酸、6-十八碳烯酸、棕榈酸甲酯、棕榈酸、亚油酸、9,12,15-十八三烯酸、十八酸、油酸和二十酸,以面积归一化法测得各组分相对含量(表 1)。其中 9,12,15-十八三烯酸含量最高,为 12.38%;6-十八碳烯酸、亚油酸、9,12,15-十八三烯酸和油酸属于不饱和脂肪酸,占总脂肪酸的 56.25%。

3 讨论

研究表明,不饱和脂肪酸比饱和脂肪酸对人体健康更有益处,能够使血浆胆固醇降低,这可能对唇香草治疗心血管疾病的功效有一定的贡献^[10]。但唇香草脂肪酸中也含有一些对身体不利的饱和脂肪酸,其含量较低。另外,唇香草脂肪酸中所含的 9,12,15-十八三烯酸可以增强智力,提高记忆力,抑制血栓性疾病,预防心肌梗死,降血压、血脂^[11]。由此可以看出,唇香草是治疗心脏病和高血压疾病的一种潜在资

源,试验为合理开发利用这一资源提供了理论依据。

参考文献

[1] 刘勇民. 维吾尔药志(上册)[M]. 乌鲁木齐:新疆科技卫生出版社,1999:446-451.

[2] 新疆维吾尔自治区卫生局. 新疆中草药[M]. 乌鲁木齐:新疆人民出版社,1975:69-70.

[3] OZTURK S,ERCISLI S. Antibacterial activity and chemical constitutions of *Ziziphora clinopodioides* [J]. Food Control,2006,18(5):535-540.

[4] SALEHI P,SONBOLI A,Eftekhari F,et al. Essential Oil Composition, Antibacterial and Antioxidant Activity of the Oil and Various Extracts of *Ziziphora clinopodioides* subsp. *rigida* (Boiss.) R. EICH. f. from Iran [J]. Biol Pharm Bull, 2005,28(10):1892-1896.

[5] 周晓英,武新华,刘波. 唇香草中挥发油的理化性质研究[J]. 新疆医科大学学报,2003,26(3):259-260.

[6] 杨艳辉,杨兴斌,王燕,等. 人参脂脂肪酸和挥发油成分的 GC-MS 分析[J]. 陕西师范大学学报:自然科学版,2007,35(1):77-81.

[7] 房嫒,孟祥祥,李玉梅,等. 天然产物中脂肪酸两种不同分离方法的 GC/MS 对比研究[J]. 分析实验室,2008,27(S1):101-104.

[8] 王振宇,叶秋艳,王佩佩,等. 大果沙棘果渣油三种不同提取方法的脂肪酸成分比较[J]. 粮油加工,2008(1):70-72.

[9] 刘文杰,白红进,庞新安,等. 野西瓜种子油中脂肪酸的气相色谱-质谱分析[J]. 分析实验室,2008,27(3):42-44.

[10] 李燕,凌文华. 胆固醇和脂肪酸对 CYP7A1 的调节[J]. 国外医学内科学分册,2004,31(1):1-4.

[11] 王宏钊,繆珊,孙纪元. α-亚麻酸药理研究进展[J]. 国外药学研究杂志,2007,34(4):254-257.