

栀子花头香成分的研究

黄巧巧,蒋可志,冯建跃,陈关喜

(浙江大学 分析测试中心,浙江 杭州 310027)

摘要:用吸附丝/色谱/质谱法分离分析栀子花头香,共鉴定化合物 86 种,占总挥发性化合物的 98.5%。其主要成分有芳樟醇、 β -香叶烯、苯甲酸甲酯、罗勒烯、L-柠檬烯、惕各酸顺-3-己烯酯、异戊酸顺-3-己烯酯、惕各酸异戊酯等。

关键词:栀子花;头香;色谱/质谱;吸附丝

中图分类号:O658

文献标识码:A

文章编号:1671-8798(2003)S0-0007-02

栀子花为茜草科栀子属香花作物,栽培适应性强,花白色,香气浓郁,是我国著名的八大香花之一。其精油可用于多种香型化妆品、香皂香精以及高级香水香精。植物精油是香料工业的重要原料和出口物质,随着香料香精工业的迅猛发展,研究栀子花头香、发展栀子花精油有着越来越重要的现实意义。

目前对于栀子花香气成分的研究以超临界 CO_2 萃取^[1],固相微萃取^[2,3]等方法为主,但不同研究者得出的研究报告有时相差很大,其原因可能是方法、原料、产地不同等引起。本文用活性炭吸附丝吸附自然生长状态下活体栀子花的头香成分共鉴定组分 86 种。

1 实验部分

1.1 仪器装置

TRACE2000GC/MS(Finnigan 公司),XP-12 居里点裂解器(上海分析仪器厂),自制活性碳吸附丝(在 0.5 mm 直径镍丝的一端涂上活性炭)。

1.2 样品采集

将两支活性炭吸附丝绑在含苞待放的栀子花上,吸附两天。栀子花用上端带孔的透明薄塑料袋罩住,防止外界异味干扰。

1.3 分析

1.3.1 GC/MS 分析操作条件

色谱柱:HP-5 弹性石英毛细管柱($30 \text{ m} \times 0.32 \text{ mm} \times 0.25 \mu\text{m}$);汽化温度 220℃;柱温:40℃停 2 min, 3℃/min 升至 110℃停 2 min, 再以 5℃/min 升至 200℃,保持 10 min;载气:氮气 10 mL/min;不分流进样(1 min);居里点热解吸:温度 358℃,时间 10 s;EI 离子源;电子能 70 eV;离子源温度 200℃;GC/MS 界面温度 220℃。

1.3.2 定性定量分析

制成吸附丝的镍丝在居里点裂解器的高频磁场下温度可瞬间到达 358℃,使吸附在活性炭上的有机物瞬时解吸,直接导入色/质联用仪进行分析,根据质谱数据和标准谱库检索结果,同时参考文献[1,4]定性,共

收稿日期: 2003-09-20

基金项目: 浙江省分析测试基金资助项目 (No.02170)

作者简介: 黄巧巧 (1980—), 女, 硕士研究生, 从事色谱分析研究。

鉴定化合物 86 种,用面积归一化方法定量,表略。图 1 为栀子花香气成分总离子流图。

2 结果讨论

(1)本实验共鉴定组分 86 种,占总挥发性化合物的 98.5%。其中主要成分为芳樟醇、 β -香叶烯、苯甲酸甲酯、罗勒烯、L-柠檬烯、惕各酸顺-3-己烯酯、异戊酸顺-3-己烯酯、惕各酸异戊酯等。

栀子花挥发油是一种带有强烈甜味的水果挥发油,由结果可知,其主体香气成分是由萜烯类、醇类、酯类物质贡献的。在已定性化合物中萜烯类化合物(如罗勒烯,香叶烯)共 28 种,占 24.5%;酯类化合物(如惕各酸酯类,苯甲酸酯类)共 21 种,占总挥发性化合物的 13.6%;醇类化合物(如芳樟醇,6-十一醇)共 9 种,其含量占 44.7%。

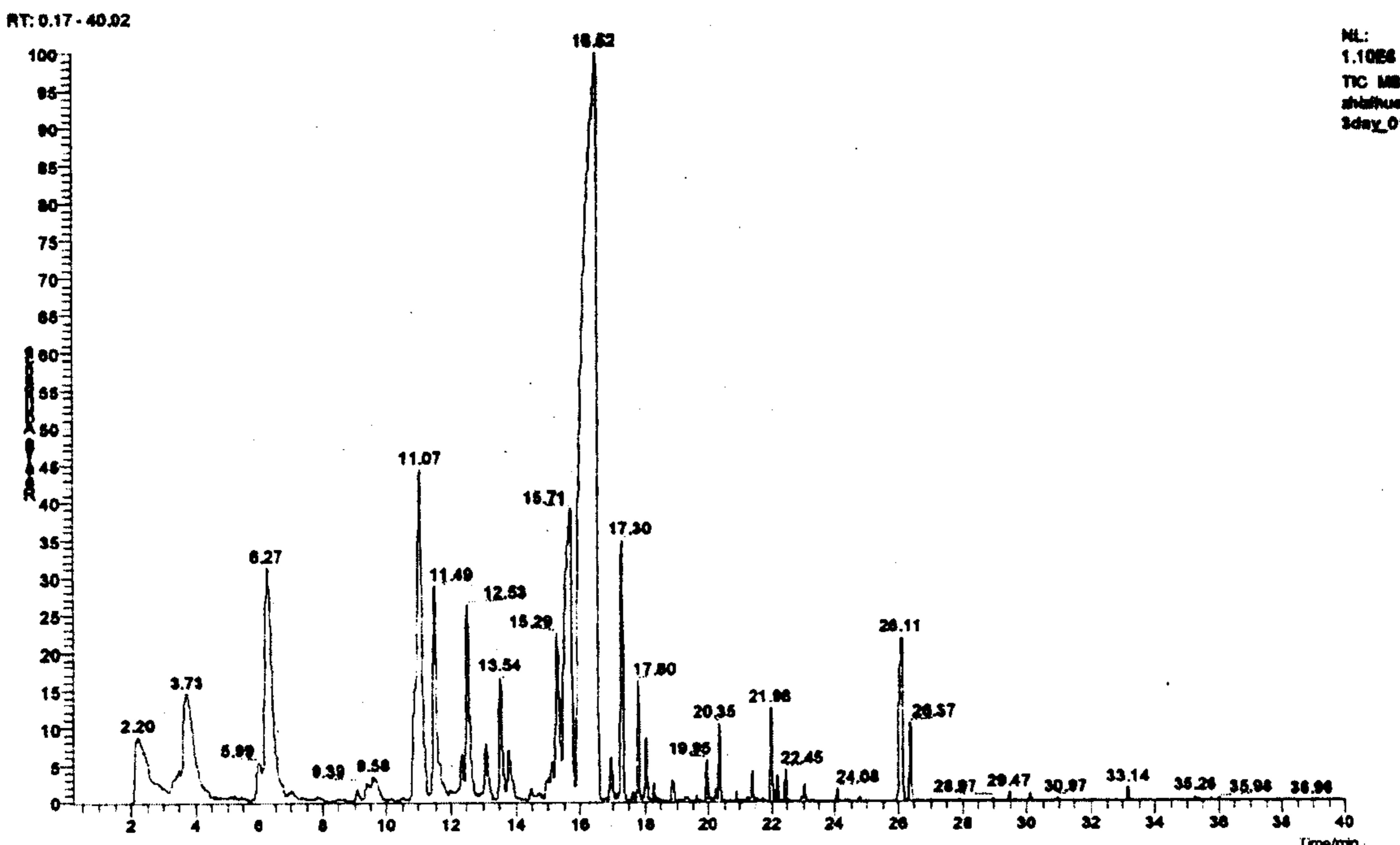


图 1 栀子花头香的总离子流图

(2)本文的研究结果与文献相比,其化合物组成绝大部分是一致的,但分离和鉴定的萜烯类化合物比文献中要多,其原因可能是用活性炭吸附丝对于萜烯类化合物吸附能力较强,从而灵敏度较高。此外本实验中芳樟醇含量(43.05%)最高,这与郭振德^[1],张银华^[4]等报道基本一致,而与刘百战^[2]等认为金合欢烯含量最高的结果不一致,其原因可能为鲜花品种、产地不一样。

(3)本实验在鲜花完全自然生长的状态下采集香气,发现在栀子花头香中存在微量的正构烷烃,这与 C.Q.Shang 等将采摘后的栀子花养于清水中,在模拟鲜花自然成长的状态下检测到一系列正构烷烃的存在实验结果是相符的,并且进一步证实了正构烷烃可能是活体鲜花的特有组分的说法^[3]。

(4)用吸附丝/色谱/质谱法分析鲜花的香气成分与动态顶空法、超临界 CO₂ 萃取等方法最大的不同是它可以进行活体分析,采样方便,同时,本实验结果也证实吸附丝的吸附量比较大,灵敏度比较高。

参考文献:

- [1] 郭振德,刘莉枚.超临界 CO₂ 提取栀子花头香精油组成研究[J].天然产物开发与研究,1991,3(3):74-77.
- [2] 刘百战,高芸.固相微萃取-气相色谱/质谱分析栀子花的头香成分[J].色谱,2000,18(5):452-455.
- [3] Shang CQ, Hu YM, Deng CH, et al. Rapid determination of volatile constituents of *Michelia alba* flowers by gas chromatography-mass spectrometry with solid-phase microextraction[J]. J Chromatogr A, 2002, 942: 283-288.
- [4] 张银华,熊秀芳,徐盈.湖北栀子花挥发油的 GC/MS 分析[J].武汉植物学研究,1999,17(1):61-63.

(下转第 4 页)