

铁炮百合花挥发油不同提取方法的 GC-MS 研究

李 红, 常 健, 赵 健, 刘 成 雁, 王 志 嘉, 田 福 林

(辽宁省分析科学研究院, 辽宁省标准化体系建设工程技术研究中心, 辽宁 沈阳 110015)

摘 要:采用气液相连续萃取法和水蒸气蒸馏法对铁炮百合花的挥发油进行提取, 气相色谱-质谱法分离并鉴定了其化学成分; 并用峰面积归一化法测定了各成分的百分含量。结果表明: 2 种方法共分离出 57 个组分, 确定了其中 52 种化合物; 其主要成分为烯、醇、酯、醛、酸和烷类化合物。与水蒸气蒸馏法相比, 气液相连续萃取法多萃取出 14 种化合物, 增加的化合物中低沸点、相对分子质量小的成分较多。另外, 2 种方法共有的低沸点化合物中, 气液相连续萃取法萃取出的化合物含量均较高, 如 α -萜品醇(0.40%、3.49%)、(E)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯-1-醇(0.35%、2.60%)、3,7,11-三甲基-1,6,10-十二碳三烯-3-醇(10.40%、19.76%)等。

关键词:铁炮百合花; 挥发油; 提取方法; 气相色谱-质谱

中图分类号:Q 946 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2012)17-0090-05

铁炮百合(*Lilium longiflorum*)属百合科百合属多年生草本球根植物, 为人工育成的栽培品种, 是切花百合中的重要品种之一^[1]。百合集食用、药用、观赏于一身, 是卫生部首批颁发的药食兼用植物之一。其鳞茎肥厚、多片、色泽洁白, 不仅营养丰富, 而且具有良好的药效与保健功能^[2-4]; 其花色艳丽, 形状优美, 香气浓郁, 不仅极具观赏价值, 还含有丰富芳香油, 可作为提取香精油的优质原料。

近年来, 百合花挥发油的研究报道逐渐增多。采用的提取方法主要有水蒸气蒸馏法^[5-6]、同时蒸馏-萃取法(SDE)^[7]、超临界 CO₂ 萃取法^[8]。该研究采用自主创新的气液相连续萃取法和水蒸气蒸馏法提取铁炮百合花的挥发油, 气相色谱-质谱联用法分离并鉴定了其化学成分, 并采用峰面积归一化法测定了各成分的百分含量, 旨在探讨气液相连续萃取法对植物挥发油的提取优势, 从而对百合花及其它植物挥发油的提取新工艺的建立提供理论依据, 该研究对百合花资源的进一步开发利用具有重要的参考价值。

1 材料与方法

1.1 试验材料

试验用铁炮百合花由辽宁省农业科学院花卉培育基地提供, 除去花蕊, 冷藏待用。试验用乙醚为色谱纯。试验仪器有 6890N-5975i 气相色谱-质谱联用仪(美国

Agilent 公司), NIST05.L 谱库; 气液相连续萃取仪(辽宁省分析科学研究院自主研发, 专利号: 200420070324); 玻璃精油提取器。

1.2 试验方法

1.2.1 水蒸气蒸馏法 取新鲜铁炮百合花 200 g, 切碎(3 组平行试验), 置烧瓶中, 加入 500 mL 水(或适量), 连接挥发油测定器, 按中国药典(2010 版)一部^[9]挥发油测定法甲法操作, 提取时间 5 h, 所得挥发油用无水硫酸钠干燥, 得到挥发油为黄色油状液体, 具有浓郁香气, 得油率为 0.013%, 挥发油用乙醚溶解稀释后供 GC-MS 分析。

1.2.2 气液相连续萃取法 气液相连续萃取法原理: 传统萃取方法的操作是间断的, 气液相连续萃取法实现了完全的连续萃取。水相和有机相分别置于 2 个汽化器中, 加热后, 水相和有机相的蒸汽进入萃取塔实现气-气萃取的同时, 2 股蒸汽在冷凝水的作用下, 成为液体, 又实现了液-液萃取, 在同一萃取塔内同时完成了气-气和液-液萃取。完成萃取过程后, 液体流入到油-水分离器, 混合液由于水相和有机相的比重差而分层(有机相在上层), 两相液体萃取持续进行, 又各自回流到汽化器, 实现了萃取操作的连续化。因此称为“气液相连续萃取法”。气液相连续萃取仪结构图: 气液相连续萃取仪根据气液相连续萃取法的原理设计而成, 其结构见图 1。样品的提取: 取新鲜铁炮百合花 200 g, 切碎(3 组平行试验), 置物料汽化器中, 加入 500 mL 水(或适量), 震荡混合后, 连接气液相连续萃取仪水和物料汽化器端, 另取 1 个圆底烧瓶, 加入 60 mL 乙醚, 连接气液相连续萃取塔有机相汽化器端, 打开油-水分离器相连的支管注入适量

第一作者简介:李红(1978-), 女, 硕士, 助理研究员, 现主要从事植物中挥发性成分研究工作。E-mail: lh_9214@163.com.

基金项目:辽宁省科技厅科研资助项目。

收稿日期:2012-05-07

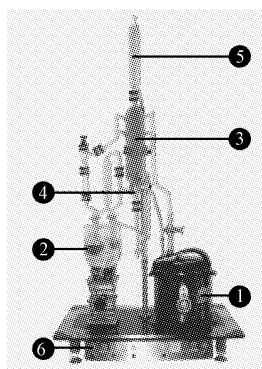


图1 气液相连续萃取仪结构

注:①水和物料的汽化器;②有机相(萃取剂)汽化器;③萃取塔;

④油-水分离器;⑤捕集器;⑥电源温控器构成。

水,至回流状态后密封,打开回流冷凝装置。有机相汽化器温控装置设定加热温度 50℃,开启加热装置;开启水和物料汽化器温控装置缓慢加热至微沸,气液相连续

萃取 5 h。冷却,分离出乙醚层,挥发溶剂,无水硫酸钠脱水,所得挥发油为黄色油状液体,具有浓郁香气,得油率为 0.016%,挥发油用乙醚溶解稀释后供 GC-MS 分析。气相色谱条件:石英毛细管柱 HP-5MS(30 m×0.25 mm×0.25 μm);载气为氦气,恒流模式,柱流量 1.0 mL/min;进样口温度:280℃;传输线温度:280℃。程序升温:40℃保持 3 min,以 3℃/min 速率升至 250℃,保持 10 min。质谱条件:电子轰击源(EI);电子能量:70 eV;电子倍增器电压 1 280 V;离子源温度:230℃;四极杆温度:150℃;扫描方式:全扫描;质量扫描范围:m/z 35~550。

2 结果与分析

2.1 挥发油的总离子流图

按上述试验条件对不同提取方法的百合花挥发油进行分析,水蒸气蒸馏法提取的挥发油分离得到 38 个组分,气液相连续萃取法提取的挥发油分离得到 52 个组分,其总离子流图见图 2、3。

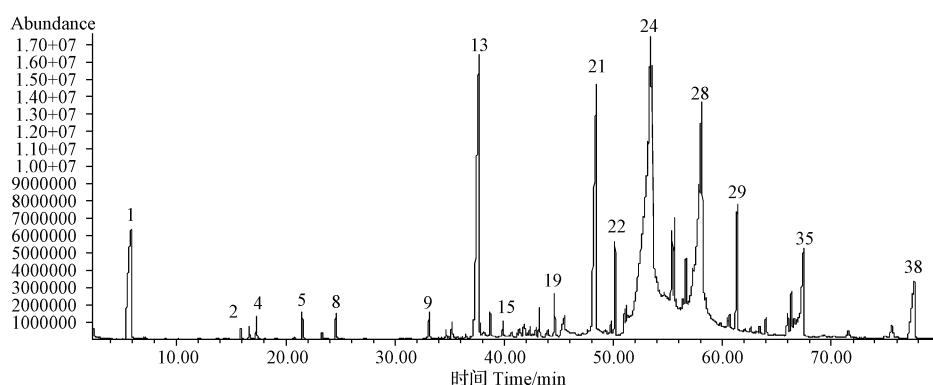


图2 百合花挥发油总离子流图(水蒸气蒸馏法)

Fig. 2 Total ion current chromatogram of the essential oil of *Lilium longiflorum* by steam-stilling method

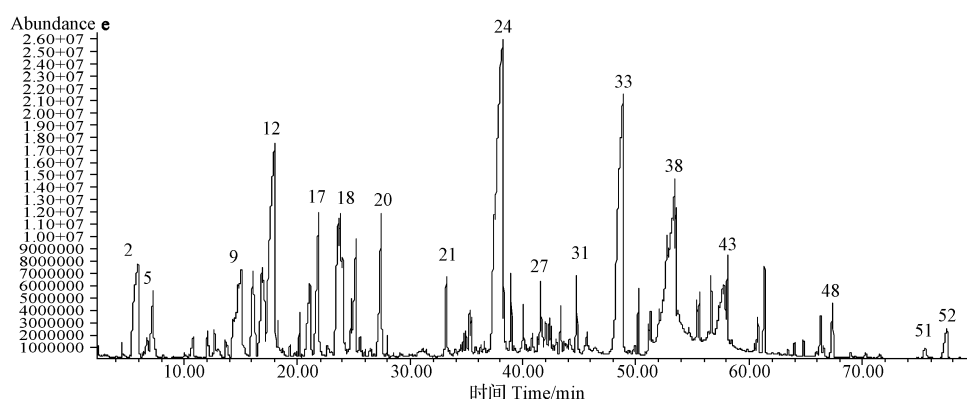


图3 百合花挥发油总离子流图(气液相连续萃取法)

Fig. 3 Total ion current chromatogram of the essential oil of *Lilium longiflorum* by gas liquid phase continual extraction method

2.2 不同提取方法百合花挥发油化学成分分析

采用质谱软件(Agilent Technologies MSD Productivity Chem Station Revision D.02.00 SPL)和 NIST05.L 谱库检索,结合人工谱图解析,并查对有关质谱资料和

相关文献^[10],确定了百合花挥发油的绝大部分化学成分,确定出 2 种提取方法百合花挥发油的 52 种成分,按峰面积归一化法确定了各组分在挥发性物质中的相对含量,结果见表 1。

表 1

百合花挥发油化学成分 GC-MS 分析结果

Table 1

Chemical components of the volatileoil in *Lilium longiflorum* analyzed by GC-MS

峰号 No. of peak	化合物名称 Name of compound	保留时间 Retain time/min	化学式 Structural formula	分子量 Molecular weight	相对含量 水蒸气蒸馏法	Relative content/% 气液相连续萃取法
1	己醛 Hexanal	4.507	C ₆ H ₁₂ O	100	—	0.19
2	待定	5.930	C ₆ H ₁₂ O	100	5.05	3.79
3	(Z)-3-己烯-1-醇 (Z)-3-Hexen-1-ol	6.691	C ₆ H ₁₂ O	100	—	0.09
4	2-呋喃甲醇 2-Furanmethanol	6.784	C ₆ H ₆ O ₂	98	—	0.16
5	1-己醇 1-Hexanol	7.307	C ₆ H ₁₄ O	102	—	1.54
6	甲氧基-苯基肟 Methoxy-phenyl-Oxime	10.802	C ₈ H ₉ NO ₂	151	—	0.37
7	β-香叶烯, beta, -Myrcene	12.068	C ₁₀ H ₁₆	136	—	0.31
8	柠檬烯 Limonene	13.723	C ₁₀ H ₁₆	136	—	0.14
9	苯甲醇 Benzyl alcohol	15.052	C ₇ H ₈ O	108	—	4.07
10	α, 甲基, α-[4-甲基-3-戊烯基]环氧乙烷甲醇 . alpha, -Methyl-, alpha, -[4-methyl-3-pentenyl]oxiranemethanol	16.099	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170	0.18	2.30
11	(反式)-α, α, 5-三甲基-5-乙炔基四氢化-2-呋喃甲醇 trans-, alpha, ., alpha, ., 5-Trimethyl-5-ethenyltetrahydro-2-Furanmethanol	16.905	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170	0.19	2.48
12	3,7-二甲基-1,6-辛二烯-3-醇 3,7-Dimethyl-1,6-Octadien-3-ol	18.032	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.33	8.56
13	3,7-二甲基-1,5,7-辛三烯-3-醇 3,7-Dimethyl-1,5,7-Octatrien-3-ol	18.101	C ₁₀ H ₁₆ O	152	—	0.17
14	苯乙醇 Phenylethyl alcohol	18.335	C ₈ H ₁₀ O	122	—	0.33
15	樟脑 Camphor	19.388	C ₁₀ H ₁₆ O	152	—	0.16
16	2,2,6-三甲基-6-乙炔基四氢化-2H-吡喃-3-醇 2,2,6-Trimethyl-6-ethenyltetrahydro-2H-Pyran-3-ol	21.134	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170	0.03	2.01
17	α-蒎品醇 p-Menth-1-en-8-ol	21.919	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.40	3.49
18	2,3-二氢苯并呋喃 2,3-Dihydro-Benzofuran	23.843	C ₈ H ₈ O	120	—	4.17
19	(Z)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯-1-醇 (Z)-3,7-Dimethyl-2,6-Octadien-1-ol	24.571	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.10	—
20	(E)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯-1-醇 (E)-3,7-Dimethyl-2,6-Octadien-1-ol	25.226	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.35	2.60
21	2-甲氧基-4-乙炔基苯酚 2-Methoxy-4-vinylphenol	27.444	C ₉ H ₁₀ O ₂	150	—	2.92
22	(E)-6,10-二甲基-5,9-十一碳二烯-2-酮 (E)-6,10-Dimethyl-5,9-Undecadien-2-one	32.959	C ₁₃ H ₂₂ O	194	0.02	—
23	(E)-7,11-二甲基-3-亚甲基-1,6,10-十二碳三烯 (E)-7,11-Dimethyl-3-methylene-1,6,10-Dodecatriene	33.189	C ₁₅ H ₂₄	204	0.39	1.00
24	2,6-二甲基-6-(4-甲基-3-戊烯基)-二环[3.1.1]庚-2-烯 2,6-Dimethyl-6-(4-methyl-3-pentenyl)-Bicyclo[3.1.1]hept-2-ene	34.732	C ₁₅ H ₂₄	204	0.14	0.26
25	α-合欢烯 . alpha, -Farnesene	35.259	C ₁₅ H ₂₄	204	0.34	0.53
26	3,7,11-三甲基-1,6,10-十二碳三烯-3-醇 3,7,11-Trimethyl-1,6,10-Dodecatrien-3-ol	38.166	C ₁₅ H ₂₆ O	222	10.40	19.76
27	待定	38.937			0.39	0.90
28	待定	40.026			0.26	0.78
29	待定	41.545			—	1.23
30	α-红没药醇 . alpha, -Bisabolol	41.994	C ₁₅ H ₂₆ O	222	0.42	0.60
31	十四醛 Tetradeccanal	42.912	C ₁₄ H ₂₈ O	212	0.21	0.18
32	3,7,11-三甲基-2,6,10-十二碳三烯-1-醇 3,7,11-Trimethyl-2,6,10-Dodecatrien-1-ol	43.318	C ₁₅ H ₂₆ O	222	0.45	0.60
33	苯甲酸苄酯 Benzyl benzoate	44.735	C ₁₄ H ₁₂ O ₂	212	0.67	1.00
34	十四酸 Tetradecanoic acid	45.674	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	228	1.16	0.74
35	2-羟基-苯甲酸苯酯 2-Hydroxy Benzoic acid phenylmethyl ester	48.814	C ₁₄ H ₁₂ O ₃	228	10.29	13.16
36	(E,E)-7,11,15-三甲基-3-亚甲基-十六碳-1,6,10,14-四烯 (E,E)-7,11,15-Trimethyl-3-methylene-hexadeca-1,6,10,14-tetraene	49.863	C ₂₀ H ₃₂	272	—	0.13
37	十六酸甲酯 Hexadecanoic acid, methyl ester	50.200	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270	1.39	0.60
38	水杨酸苯乙酯 Phenylethyl salicylate	51.093	C ₁₅ H ₁₄ O ₃	242	0.52	0.32
39	邻苯二甲酸二丁酯 Dibutyl phthalate	51.252	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278	—	0.78
40	十六酸 n-Hexadecanoic acid	53.355	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	29.62	8.32
41	9,12-十八碳二烯酸甲酯 9,12-Octadecadienoic acid methyl ester	55.370	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	294	2.43	0.90
42	(Z)-9-十八碳二烯酸甲酯 (Z)-9-Octadecenoic acid methyl ester	55.575	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	296	3.49	0.86
43	氧代环十七碳-8-烯-2-酮 Oxacycloheptadec-8-en-2-one	56.247	C ₁₆ H ₂₈ O ₂	252	1.98	—
44	十八酸甲酯 Octadecanoic acid methyl ester	56.380	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	298	—	0.05
45	(Z)-十八碳二烯醛 (Z)-9,17-Octadecadienal	57.740	C ₁₈ H ₃₂ O	264	—	2.67
46	(Z,Z)-9,12-十八碳二烯酸 (Z,Z)-9,12-Octadecadienoic acid	58.066	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	280	17.21	0.77
47	二十三烷 Tricosane	61.317	C ₂₃ H ₄₈	324	2.29	1.03
48	4,8,12,16-四甲基-十七碳-4-内酯 4,8,12,16-Tetramethylheptadecan-4-olide	62.606	C ₂₁ H ₄₀ O ₂	324	0.08	—

续表 1

峰号 No. of peak	化合物名称 Name of compound	保留时间 Retain time/min	化学式 Structural formula	分子量 Molecular weight	相对含量 水蒸气蒸馏法	Relative content/% 气液相连续萃取法
49	待定	63.415			0.14	—
50	二十四烷 Tetracosane	63.966	C ₂₄ H ₅₀	338	0.32	0.15
51	二十五烷 Pentacosane	65.936	C ₂₅ H ₅₂	352	0.57	0.09
52	Z-12-二十五烯 Z-12-Pentacosene	66.304	C ₂₅ H ₅₀	350	1.07	0.58
53	二十六烷 Hexacosane	67.362	C ₂₆ H ₅₄	366	3.47	0.86
54	1,2-苯二甲酸-单(2-乙基己基)酯 1,2-Benzenedicarboxylic acid mono(2-ethylhexyl) ester	68.948	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278	—	0.06
55	二十七烷 Heptacosane	71.507	C ₂₇ H ₅₆	380	0.25	0.08
56	环二十四烷 Cyclotetracosane	75.528	C ₂₄ H ₄₈	336	0.47	0.25
57	二十九烷 Nonacosane	77.442	C ₂₉ H ₆₀	408	2.97	0.92

注:“—”表示未发现此化合物。

由表 1 可知,2 种方法提取的百合花挥发油的组分和含量差别较大。水蒸气蒸馏法提取的挥发油中含量较多(大于 3%)的为十六酸(29.62%)、(Z,Z)-9,12-十八碳烯酸(17.21%)、3,7,11-三甲基-1,6,10-十二碳三烯-3-醇(10.4%)、2-羟基-苯甲酸苯甲酯(10.29%)、(Z)-9-十八碳烯酸甲酯(3.49%)、二十六烷(3.47%)。气液相连续萃取法提取的挥发油中含量较多(大于 3%)的为 3,7,11-三甲基-1,6,10-十二碳三烯-3-醇(19.76%)、2-羟基-苯甲酸苯甲酯(13.16%)、3,7-二甲基-1,6-辛二烯-3-醇(8.56%)、十六酸(8.32%)、2,3-二氢苯并呋喃(4.17%)、苯甲醇(4.07%)、 α -萜品醇(3.49%)。

由表 1 还可知,与水蒸气蒸馏法相比,气液相连续萃取法多萃取出 14 种化合物,增加的化合物中低沸点、相对分子质量小的成分较多,且大部分为香气成分。如己醛、1-己醇、苯甲醇、 β -香叶烯、柠檬烯等都是香料中的成分,或可以用于配制香精或香料^[11]。另外,2 种方法共有的低沸点化合物中,气液相连续萃取法的含量均较高,如 α -萜品醇(0.40%、3.49%)、(E)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯-1-醇(0.35%、2.60%)、3,7,11-三甲基-1,6,10-十二碳三烯-3-醇(10.40%、19.76%)等。

3 结论与讨论

采用气液相连续萃取法提取百合花的得油率较高,为 0.016%,为水蒸气蒸馏法得油率的 1.23 倍。鉴定确认了 2 种方法提取的百合花挥发油的 52 种成分,其主要成分为烯、醇、酯、醛、酸和烷类化合物。2 种方法提取的百合花挥发油的组分和含量差别较大。水蒸气蒸馏法提取的挥发油中含量较多(大于 3%)的为十六酸(29.62%)、(Z,Z)-9,12-十八碳烯酸(17.21%)、3,7,11-三甲基-1,6,10-十二碳三烯-3-醇(10.4%)、2-羟基-苯甲酸苯甲酯(10.29%)、(Z)-9-十八碳烯酸甲酯(3.49%)、二十六烷(3.47%)。气液相连续萃取法提取的挥发油中含量较多(大于 3%)的为 3,7,11-三甲基-1,6,10-十二碳三烯-3-醇(19.76%)、2-羟基-苯甲酸苯甲酯(13.16%)、3,7-二甲基-1,6-辛二烯-3-醇(8.56%)、十六酸(8.32%)、2,3-二氢苯并呋喃(4.17%)、苯甲醇(4.07%)、 α -萜品醇(3.49%)。

与水蒸气蒸馏法相比,气液相连续萃取法多萃取出 14 种化合物,增加的化合物中低沸点、相对分子质量小的成分较多,且大部分为香气成分。如己醛、1-己醇、苯甲醇、 β -香叶烯、柠檬烯等都是香料中的成分,或可以用于配制香精或香料^[11]。另外,2 种方法共有的低沸点化合物中,气液相连续萃取法的含量均较高,如 α -萜品醇(0.40%、3.49%)、(E)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯-1-醇(0.35%、2.60%)、3,7,11-三甲基-1,6,10-十二碳三烯-3-醇(10.40%、19.76%)等。这主要是因为气液相连续萃取法引入了有机相,随水蒸气蒸发出来的低沸点物质在气-气交换时被有机相捕集,并回流至汽化器,从而减少了低沸点化合物的损失。

气液相连续萃取法克服了水蒸气蒸馏法对低沸点的易挥发性成分提取的不足,能够更真实、全面的反映百合花的化学成分,从而为百合花的鉴定及开发利用提供了真实、可靠的理论数据,是一种简便、有效的植物挥发油提取新工艺。

参考文献

- [1] 龙雅宜,张金政,张兰年.百合—球根花卉之王[M].北京:金盾出版社,1999:7-57.
- [2] 郭朝晖,蒋生祥.中药百合的研究和应用[J].中医药学报,2004,32(3):27-29.
- [3] 杨林莎,孙艳红,方晓艳.中药百合的研究进展[J].河南中医药学刊,2002,17(1):74-75.
- [4] 赵秀玲.百合的营养成分与保健作用[J].中国野生植物资源,2010,29(1):44-46.
- [5] 张继,马君义,姚健.西伯利亚百合花挥发油化学成分的研究[J].西北植物学报,2003(12):2184-2187.
- [6] 张继,赵小亮,马君义.巴巴拉百合花的天然香气成分研究[J].西北植物学报,2005,25(4):786-790.
- [7] 回瑞华,侯冬岩,李铁纯.GC/MS 法分析百合花化学成分[J].鞍山师范学院学报,2003,5(2):61-63.
- [8] 刘灿明,黄高山,刘祥华.超临界 CO₂ 萃取百合花挥发油的工艺研究[J].天然产物研究与开发,2005,17(4):485-487.
- [9] 中华人民共和国卫生部药典委员会.中华人民共和国药典一部[M].北京:化学工业出版社,2010:附录 XD.
- [10] 施钧慧,汪聪慧.香料质谱图集[M].北京:中国质谱学会,1992.
- [11] 北京工商大学.香料化学与工艺学[M].北京:化工工业出版社,2004:65-370.

纯天然植物生长调节剂“爱密挺”对小叶黄杨抗寒性的影响

李瑞琴, 于安芬, 赵有彪

(甘肃省农业科学院 畜草与绿色农业研究所, 甘肃 兰州 730070)

摘要:以2 a生小叶黄杨“爱密挺”扦插苗为试材,于冬前田间喷施及喷施+灌根,采用质膜透性-电导法测定小叶黄杨苗木抗寒生理指标的变化,研究纯天然植物生长调节剂“爱密挺”各浓度梯度在不同应用时期、不同施用方法对小叶黄杨苗木抗寒性的影响,掌握植物生长调节剂“爱密挺”在绿化苗木上应用的最佳浓度、施用时期及方法,为提高小叶黄杨苗木抗寒性、扩大引种区域提供依据。结果表明:应用植物生长调节剂“爱密挺”增强小叶黄杨抗寒性的最佳施用时期为灌冬水前20 d,最佳浓度是100 mg/L,最佳施用方法是喷施+灌根。

关键词:小叶黄杨;纯天然植物生长调节剂;“爱密挺”;抗寒性

中图分类号:S 792.119 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2012)17-0094-03

小叶黄杨(*Buxus microphylla*)为黄杨科(Buxaceae)黄杨属(*Buxus*)的常绿小灌木,枝叶茂密而浓绿,适宜作绿篱或单株作树球点缀景观绿化和制作盆景等,为观赏价值很高的常绿阔叶绿化树种^[1]。兰州地处内陆,大陆性季风气候明显,特点是降水少、日照多,光能潜力大,

气候干燥,昼夜温差大,年日照时数为2 600 h,无霜期为180 d,年平均降水量在250~350 mm,并集中分布在6~9月。年平均气温9.1℃。其中1月平均气温-6.9℃,7月为22.2℃,年最低气温在-13~-16℃;7、8月平均最高气温29.2℃,秋季月平均最高气温和月平均最低气温分别为22.1℃和10.7℃;冬季日平均气温稳定在0~8.2℃。

近几年,经过引种、驯化及种苗繁育,小叶黄杨在西北地区城市绿化工程中开始大量栽植,在兰州四十里黄河风情线绿化工程建设中也大量应用了小叶黄杨,明显

第一作者简介:李瑞琴(1969-),女,甘肃庆阳人,在读博士,高级实验师,现主要从事农业资源环境与农产品质量安全及生态农业与绿色农业研究工作。E-mail:lruiqin_524@163.com。

基金项目:兰州市科技攻关资助项目(2009)。

收稿日期:2012-04-23

Study on Volatile Oils of *Lilium longiflorum* by Different Extraction Methods with GC-MS

LI Hong, CHANG Jian, ZHAO Jian, LIU Cheng-yan, WANG Zhi-jia, TIAN Fu-lin

(Liaoning Province Academy of Analytic Sciences, The Standard Engineer Research Center of Liaoning Province, Shenyang, Liaoning 110015)

Abstract: The volatile oils was extracted by steam distillation method and gas liquid phase continual extraction method from *Lilium longiflorum* and by gas chromatography mass spectrometry (GC-MS) were analyzed. Finally the area normalization was used to measure the relative percentages of each of the components. The results showed that 57 components were separated and 52 components were identified. The main components were alkene, alcohol, ester, aldehyde, acid and alkane series. compared with steam distillation method, more than 14 components with lower boiling points and small relative molecular mass were extracted by gas liquid phase continual extraction method. The relative percentages were higher of lower boiling points components by gas liquid phase continual extraction method, for example: p-menth-1-en-8-ol (0.40%, 3.49%), (E)-3,7-dimethyl-2,6-Octadien-1-ol (0.35%, 2.60%), 3,7,11-trimethyl-1,6,10-Dodecatrien-3-ol (10.40%, 19.76%).

Key words: *Lilium longiflorum*; volatile oils; extraction methods; gas chromatography mass spectrometry (GC-MS)