

气相色谱和气相色谱/质谱法分析高级脂肪伯醇混合物的化学组分

刘布鸣¹, 苏小川²

(1. 广西中医药研究所, 广西南宁 530022; 2. 广西疾病预防控制中心, 广西南宁 530022)

关键词: 气相色谱法(gas chromatography, GC); 气相色谱/质谱法(gas chromatography/mass spectrometry, GC/MS); 多甘醇(policosanols); 化学组分(chemical constituents)

中图分类号: O658 文献标识码: B 文章编号: 1000-8713(2006)02-0211-01 栏目类别: 技术与应用

多甘醇是从制糖滤泥中分离得到的一种高级脂肪伯醇天然混合物, 其化学组成分析未见报道。本文采用气相色谱法(GC)和气相色谱/质谱法(GC/MS), 对其组分和结构进行了分析和鉴定。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

岛津 GC-14B GC 仪, Agilent 6890-5973 GC/MS 仪。

C₂₄、C₂₆、C₂₇、C₂₈ 和 C₃₀ 烷醇对照品、N-甲基-N-三甲基硅烷三氟乙酰胺(MSTFA, 硅烷化试剂)为美国 SIGMA 公司产品; 氯仿、乙醇、丁醇均为分析纯。

1.2 样品处理

样品精制: 取粗品加 10 倍体积的乙醇, 回流 30 min, 趁热过滤, 回收乙醇, 冷却至结成类白色固体, 在其中加入 1 倍量的丁醇后研细, 滤干, 于 60~70 °C 下干燥, 得类白色粉末。该粉末无味, 熔点为 83~84 °C。

GC 对照品和供试品的制备: 分别精密取 C₂₄、C₂₆、C₂₇、C₂₈ 和 C₃₀ 烷醇对照品 0.96、2.00、1.02、18.54、3.40 mg, 用氯仿于 60 °C 条件下加热使其溶解并定容于 25 mL 量瓶中, 制成混合对照品溶液。精密取样品 10 mg, 同法制成供试品溶液。

GC/MS 供试品的制备: 精密取样品 10 mg, 置于具塞试管中, 加 MSTFA 200 μL, 再加入氯仿 2 mL, 摇匀, 于 60 °C 下加热 20 min, 即得。

1.3 气相色谱条件

色谱柱: SE-30 毛细管柱, 30 m × 0.25 mm i. d., 0.25 μm;

程序升温: 初温 250 °C, 升温速率 10 °C/min, 终温 300 °C, 保持 15 min; 检测器: 氢火焰离子化检测器, 温度 300 °C; 进样器温度 320 °C; 载气: N₂; 分流比: 100:1; 进样量: 1 μL。

1.4 气相色谱/质谱条件

色谱柱: HP-5MS 毛细管色谱柱, 30 m × 0.25 mm i. d., 0.25 μm; 程序升温: 初温 250 °C, 保持 5 min, 升温速率 6 °C/min, 终温 300 °C, 保持 15 min; 进样口温度 300 °C; 分流比 20:1; 进样量: 1 μL; 载气: He。电子轰击电离方式, 离子源温度 250 °C; 电离能量 70 eV; 扫描质量范围 35~500 u。

2 结果与讨论

2.1 气相色谱分析

分别取 GC 用对照品溶液及供试品溶液进行 GC 分析, 用面积归一化法计算各组分的相对含量, 结果见图 1 的图注, 其中 C₂₈ 烷醇的相对含量超过 75%, 总醇量达 95%。

2.2 气相色谱/质谱分析

试验证明将多甘醇直接进行 GC/MS 测定, 各组分无法检出分子离子, 特别是分子质量较大的组分, 各组分的质谱均给出饱和正烷烃的特征碎片, 主要峰都间隔 14 u, 即相差一个次甲基, 且裂解碎片相同, 无法区分, 因此对多甘醇进行硅烷衍生化后, 再进行 GC/MS 测定。以 MSTFA 为硅烷化试剂, 将多甘醇与其反应生成三甲基硅烷衍生物。取衍生化后的供试品进行 GC/MS 分析, MS 数据见图 1 的图注, 总离子流图见图 1。分析结果表明, 多甘醇为混合物, 系以二十八烷醇为主的 C₂₄~C₃₄ 的饱和脂肪伯醇, 其结构通式为 CH₃(CH₂)_nCH₂OH, n=22~32。

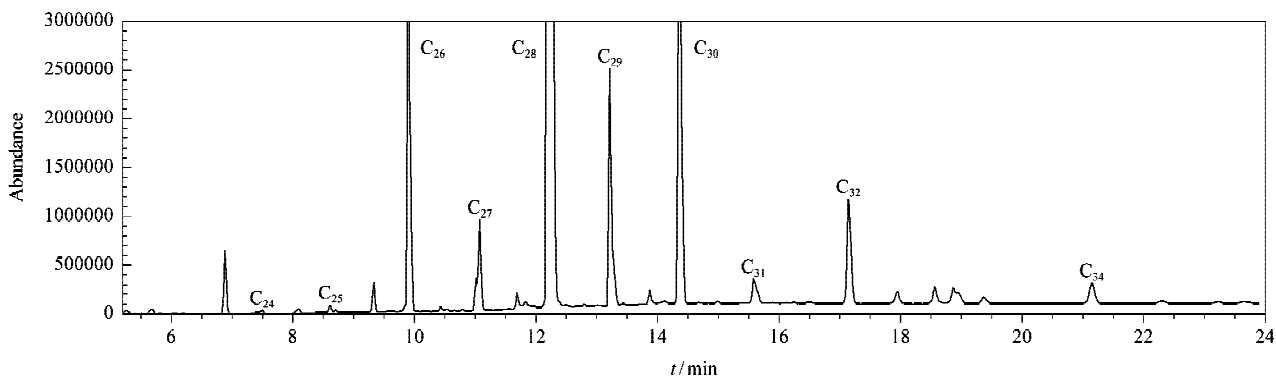


图 1 多甘醇样品硅烷化衍生物的 GC/MS 总离子流图

化学组分(相对含量)及其衍生物的 MS 分析结果(M⁺ 峰的 m/z; 基峰的 m/z; 特征碎片的 m/z): C₂₄(0.7% X 426, 411, 412, 395, 383, 103, 83, 75, 57); C₂₅(0.1% X 440, 425, 426, 409, 397, 103, 83, 75, 57); C₂₆(4.3% X 454, 439, 440, 423, 411, 103, 83, 75, 57); C₂₇(1.9% X 468, 453, 454, 437, 425, 103, 83, 75, 57); C₂₈(76.6% X 482, 467, 468, 451, 439, 103, 83, 75, 57); C₂₉(0.6% X 496, 481, 482, 465, 453, 103, 83, 75, 57); C₃₀(7.7% X 510, 495, 496, 479, 467, 103, 83, 75, 57); C₃₁(0.3% X 524, 509, 510, 494, 481, 103, 83, 75, 57); C₃₂(2.2% X 538, 523, 524, 507, 495, 103, 83, 75, 57); C₃₄(0.6% X 566, 551, 552, 535, 523, 103, 83, 75, 57)。