

GC - MS测定血液中二十八烷醇

曹艳平

(山东省疾病预防控制中心, 山东 济南 250014)

二十八烷醇是天然存在的高级醇, 主要存在于糠蜡、小麦胚芽油、蜂蜡等天然产物中。提纯后的二十八烷醇可作为药物、保健食品的添加剂, 具有治疗骨质疏松、降低胆固醇、恢复体力等作用。二十八烷醇可溶于乙醚、苯、甲苯、氯仿、二氯甲烷等有机溶剂, 不溶于水, 其分析方法有直接或衍生化后, 气相色谱、气相色谱 - 质谱测定^[1-3]。本文建立血液中二十八烷醇衍生化后, 气相色谱 - 质谱选择离子监测方式测定方法, 为二十八烷醇的药代动力学研究作基础。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

TraceGC-TraceDSQ 气相色谱 质谱联用仪 (美国热电公司); 二氯甲烷 (AR, 重蒸); 无水硫酸钠 (550, 烘烤 4 h); 二十八烷醇标准品 (Sigma 公司, 含量 99%); N, O-二 (三甲基硅烷基) 三氟乙酰胺 (BSTFA Sigma 公司)。

1.2 标准与样品测定

标准溶液配制: 精密称取二十八烷醇标准品 5.00 mg, 以二氯甲烷溶解定容于 50 mL 容量瓶中, 得 100 μ g/mL 标准储备溶液。使用时以二氯甲烷稀释成 1.0 μ g/mL 工作液。

取离心后血清 1.0 mL 用二氯甲烷 3、2、2 mL 提取 3 次, 合并提取液, 氮气吹干, 加入衍生化试剂 N, O-二 (三甲基硅烷基) 三氟乙酰胺 (BSTFA) 50 μ L, 旋涡混合, 80, 30 min, 加 0.2 mL 甲苯旋涡混合后, 进行气相色谱 - 质谱定性分析。

1.3 分析条件

色谱条件: 色谱柱: BD-5MS (30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μ m, J&W 公司); 载气: 高纯氦气, 流量 1 mL/min; 柱温: 100, 保持 1 min, 以 15 /min 升至 280, 保持 10 min; 进样口温度: 250, 不分流进样, 进样量 1 μ L。

质谱条件: 离子源 (EI) 温度: 250, 电子轰击能量 70 eV, 传输线温度 280, 溶剂延迟时间 5 min, 选择离子监测方式: m/z 83, 239, 467, 468 为定性离子, m/z 467 定量离子。

2 结果与讨论

2.1 谱 图

二十八烷醇标准品质谱图见图 1。

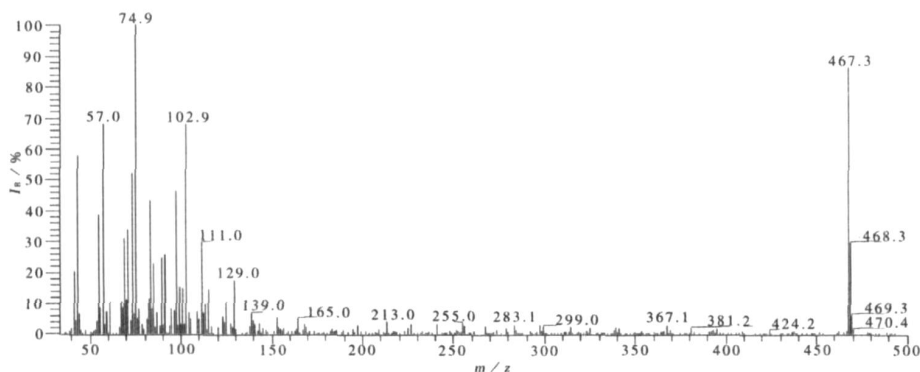


图 1 二十八烷醇标准品质谱图

作者简介: 曹艳平 (1963 -), 女, 副主任技师, Tel: 0531 - 82679732

2.2 标准曲线线性范围及相关系数

标准曲线在 10、50、100、500、1 000、2 000 ng/mL 成线性, $y = 97.069 5x - 523.594$ ($r = 0.999 9$)。

2.3 回收率及精密度测定

取健康成人血清, 进行加标回收率及精密度测定分析, 结果 50 ng/mL 平均回收率为 87.3%, 相对标准偏差为 8.16%; 1 000 ng/mL 平均回收率为 90.6%, 相对标准偏差为 6.6%。

2.4 实际样品测定

血液样品的总离子流图见图 2。血液中原有成分如: 脂肪酸、胆固醇等不干扰二十八烷醇的分离测定。在实际血液样品测定中, 未服用含二十八烷醇的药物或保健食品的健康成人血清中未检出二十八烷醇, 检出限为 5 ng/mL。

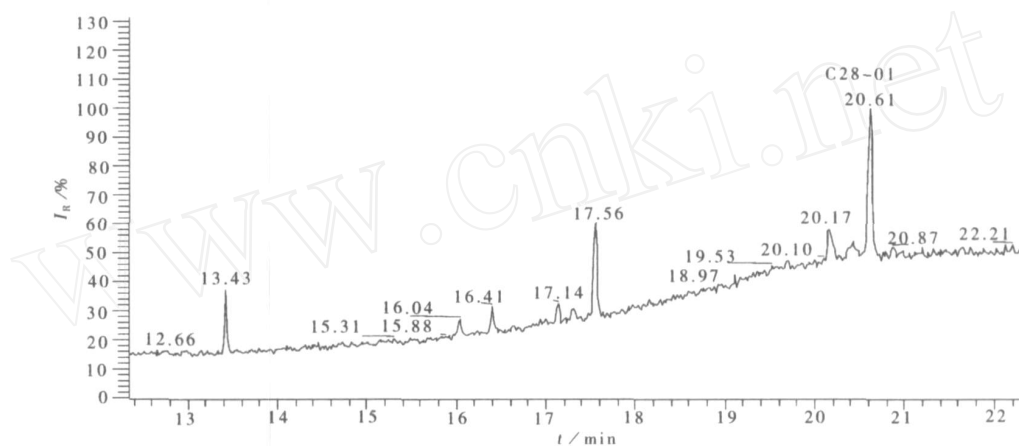


图 2 血液样品的总离子流图

参考文献:

- [1] 陈 芳, 阎 红, 蔡同一. [J]. 食品科学, 2003, 24(4): 121 - 123
- [2] GONZALES CANAVACOLO V I, MAGRANER HERNANDEZ J. [J]. J AOAC, 1999, 82(3): 834 - 839
- [3] ADHIKARI P, HWANG K T, et al. [J]. J Agric Food Chem, 2006, 54: 5359 - 5362

Determination of Policosanol in Blood by Gas Chromatography - Mass Spectrometry

CAO Yan-ping

(Shandong Center for Disease Control and Prevention, Jinan 250014, China)

Abstract: Octacosanol in blood was extracted with dichloromethane. It was derivatized to trimethylsilyl ethers by N, O-Bis(trimethylsilyl) trifluoroacetamide. The compound was determined by gas chromatography - mass spectrometry and selected ion monitoring (SIM). Quantitative analysis was performed by measuring the area and comparing it to a calibration curve.

Key words: Blood; Octacosanol; Gas chromatography - mass spectrometry