

气相色谱/质谱法分析羊毛脂中的甾类化合物

许菲菲, 朱京科

(浙江大学化工系, 浙江 杭州 310027)

关键词: 气相色谱/质谱(gas chromatography/mass spectrometry); 甾醇(sterol); 羊毛脂(lanolin)

中图分类号: O658 文献标识码: B 文章编号: 1000-8713(2006)01-0103-01 栏目类别: 技术与应用

羊毛脂(lanolin)是由羊皮脂腺分泌出而黏附于羊毛上的多组分混合物, 主要是由多种羟基脂肪酸、脂肪酸与大致等量的脂肪醇、甾醇等所形成的酯和少量游离酸、游离醇以及烷烃所组成^[1-3], 其中的醇类统称为羊毛醇。本文采用气相色谱-质谱(GC-MS)分析了羊毛醇中的各组分, 在分析过程中发现了两种未曾报道的甾类化合物。

1 实验部分

仪器、试剂与实验条件 HP6890/5973 GC/MS 联用仪。羊毛脂购自浙江绍兴洗毛厂。NaOH、石油醚和乙醇均为国产分析纯。色谱条件: 0.25 mm i. d. × 25 m HP-5MS 毛细管气相色谱柱; 气化温度 290 °C; 柱温 270 °C; 载气 He, 流量 0.8 mL/min。质谱条件: 电子轰击离子源, 70 eV, 230 °C; 气相色谱-质谱接口温度 280 °C。

样品处理 取 1 g 羊毛脂和 0.125 g NaOH/10 mL 乙醇溶液 15 mL 加入 50 mL 三口瓶中, 于 65 °C 下搅拌 2 h 进行皂化反应。反应结束后冷却过滤, 滤液用 40 mL 石油醚分 4 次萃取, 合并萃取液进行 GC-MS 分析。

2 结果与讨论

GC-MS 分析羊毛醇所得的总离子流图如图 1 所示, 经计算机谱库匹配和人工解析相应各组分质谱图, 初步确定了各保留时间所对应的化合物。其中新发现组分异胆甾醇(15.27 min)和羊毛甾酮(21.21 min)的确认依据如下。

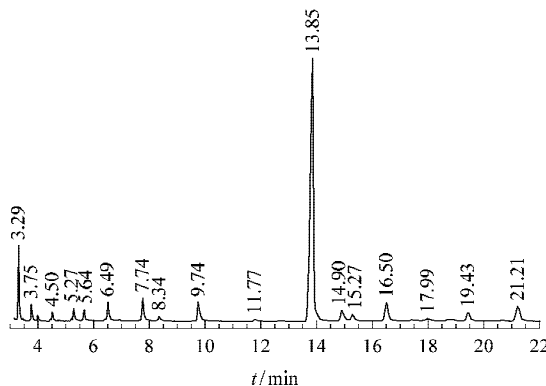


图 1 羊毛醇的 GC-MS 总离子流图

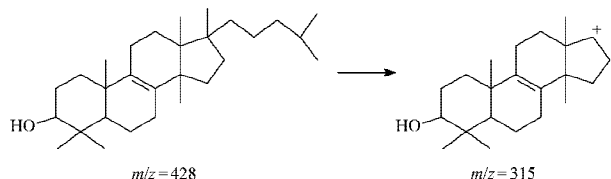
3.29 ~ 9.74 min: 脂肪族醇; 13.85 min: 胆甾醇; 14.91 min: 二氢胆甾醇; 15.27 min: 异胆甾醇; 16.50 min: 3,5-二烯-7-酮; 17.99 min: 4-甲基-3-胆甾醇; 19.43 min: 羊毛甾醇; 21.21 min: 8-烯-3-羊毛甾酮。

异胆甾醇 保留时间(t_R)为 15.27 min 的组分的质谱图与胆甾醇($t_R = 13.85$ min)的质谱图非常相似, 两者的分子离子峰(m/z 386)相同, 碎片离子也非常相似(见表 1), 说明 t_R 为 15.27 min 的组分是胆甾醇的同分异构体。但仅由质谱图不易确定该异构体(异胆甾醇)中双键的位置。

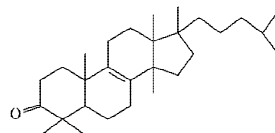
表 1 几种组分的主要质谱数据

t_R /min	m/z													
13.85(胆甾醇)	386	371	368	353	301	275	247	273	271	255	231	213	246	
15.27(异胆甾醇)	386	371	368	353				273		255	231	213	246	229
19.43(羊毛甾醇)	428	413	395	315	281	161	135	95	82	69	55	28		
21.21(8-烯-3-羊毛甾酮)	426	411	393	313	281	161	135	95	82	69	55	28		

8-烯-3-羊毛甾酮 t_R 为 21.21 min 的组分的质谱图与羊毛甾醇($t_R = 19.43$)的质谱图非常相似, 该组分的分子离子峰及一些碎片离子的质荷比比羊毛甾醇小 2(见表 1), 而一些碎片离子的质荷比(m/z 28, 55, 69, 82, 95, 135, 161, 281)与羊毛甾醇相同, 说明该化合物具有与羊毛甾醇相似的结构。由于羊毛甾醇可按下式丢失 C_{17} 侧链生成 m/z 315 碎片离子:



而 t_R 为 21.21 min 的组分的质谱图中出现了 m/z 313 碎片离子, 可推断该化合物的侧链与羊毛甾醇相同, 但比羊毛甾醇多一个双键。由物质的稳定性可以推断该物质为 8-烯-3-羊毛甾酮, 其结构为:



参考文献:

- [1] 沈一丁, 李小瑞, 任庆海. 精细化工, 1996, 13(2): 12
- [2] 张珏, 华聘聘. 中国油脂, 2000, 25(2): 64
- [3] 刘莉莉. 四川日化, 1994, (1): 52

收稿日期: 2004-12-09

第一作者: 许菲菲, 女, 硕士研究生, E-mail: xufeizj@zju.edu.cn.

通讯联系人: 朱京科, 男, 博士, 副教授.

基金项目: 浙江省科技计划项目(2003C31048).