

皂角籽中脂肪酸的气相色谱-质谱分析

丁旭光, 侯冬岩, 回瑞华, 刘晓媛

(鞍山师范学院化学系, 辽宁 鞍山 114007)

Analysis of Fatty Acids in the Seeds of *Gleditsia sinensis* L am. by GC/MS

DING Xu-guang, HOU Dong-yan, HUI Rui-hua, LIU Xiao-yuan

(Department of Chemistry, Anshan Normal University, Anshan 114007, China)

Abstract: The components and the relative contents of the fatty acids in *Gleditsia sinensis* L am. were analyzed. The *Gleditsia sinensis* L am. oil was extracted by soxhlet extraction. The fatty acids in the oil were esterified by sodium hydroxide-methanol, and analyzed by gas chromatography-mass spectrometry (GC/MS). 14 fatty acids are identified in the *Gleditsia sinensis* L am.. The main components are unsaturated fatty acids in the *Gleditsia sinensis* L am..

Key words: *Gleditsia sinensis* L am.; fatty acid; GC/MS

中图分类号: O 657.63

文献标识码: A

文章编号: 1684-2997 (2008) 增刊-149-02

皂角籽为豆科落叶乔木植物皂角 (*Gleditsia sinensis* L am.) 的种子。皂角树在我国各地均有栽培, 其果实皂荚可用于治疗中风和癫痫痰涎壅塞、颈淋巴结核、急性乳腺炎、便秘等^[1]。研究表明, 皂角种子含有丰富的脂肪油, 脂肪油中含有大量的不饱和脂肪酸, 本研究为进一步开发利用这一资源提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 仪器

HP6890GC/5973MS 型气相色谱-质谱联用仪: 美国惠普公司产品; R2-201 型旋转蒸发器: 上海中科机械研究所产品; PHS-3C 精密数显酸度计: 上海天达仪器有限公司产品。

1.2 试剂及材料

无水甲醇、石油醚、正己烷、无水硫酸钠、氢氧化钠均为分析纯; 水为二次蒸馏水; 皂角籽: 2006年秋季采自辽宁鞍山。

1.3 脂肪油的提取

称取 15.0 g 粉碎后的皂角籽干燥粉末, 放入滤纸筒中, 再装入索氏提取器中, 加入 100 mL 石油醚, 回流萃取 7 h, 用旋转蒸发器除去石油醚, 得到脂肪油平均产率为 36%。

1.4 脂肪酸的甲酯化

取 1.00 mL 皂角籽脂肪油, 加入 4 mL 正己烷, 再加入 2 mL NaOH 甲醇溶液(0.5 mol), 置水浴上 70 °C 水浴回流 15 min, 取出冷却移至到 20 mL 刻度试管中, 加水定容至刻度^[3], 摇匀, 静置 5 min, 倒入离心试管中, 3 000 r·min⁻¹ 下离心 15 min。取上清液待 GC/MS 分析。

1.5 GC/MS 分析

1.5.1 色谱条件 色谱柱: HP-5 弹性石英毛细管柱 (30 m×0.25 mm×0.25 μm); 升温程序为初始

基金项目: 鞍山市科技局基金资助课题 (2007sf21)

作者简介: 丁旭光 (1964~), 男 (汉族), 教授, 从事有机分析工作。E-mail: assfxdydg8830@sina.com

温度 80 °C, 以 10 °C·min⁻¹ 升至 280 °C (15 °C·min⁻¹); 汽化温度 290 °C; 进样量 0.4 μL; 载气 (He) 流量 1 mL·min⁻¹; 分流比: 40:1; 溶剂延迟 5 min。

1.5.2 质谱条件 电子轰击 (EI) 离子源; 离子源温度 230 °C; 四极杆温度 150 °C; 倍增器电压 1 345 V; 电子能量 70 eV; 发射电流 34.6 μA; 接口温度 230 °C; 质量扫描范围 m/z 20~500。

1.6 测定方法

按 1.4 处理的样品, 用气相色谱-质谱联用仪进行分析鉴定。通过 G170LBA 化学工作站数据处理系统, 检索 NIST98 谱图库, 并分别与八峰索引及 EPA/NIH 质谱图集的标准谱图进行对照、复合, 再结合有关文献进行人工谱图解析, 确认其各个化学成分, 通过 G1701BA 化学工作站数据处理系统, 按面积归一化法进行定量分析, 分别求得各化学成分的相对百分含量。

2 结果与分析

2.1 实验结果

皂角籽脂肪酸甲酯的总离子流图示于图 1。通过 G170LBA 化学工作站数据处理系统, 按面积归一化法进行定量分析, 皂角籽中的脂肪酸甲酯及求得的各脂肪酸甲酯在皂角籽油中相对百分含量列于表 1。

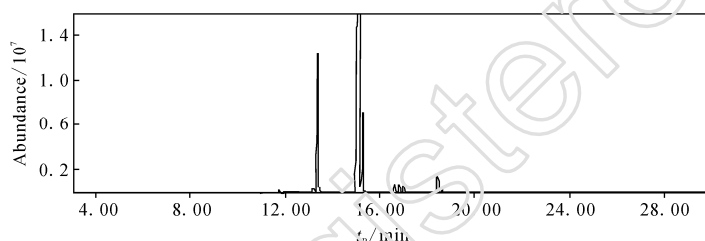


图 1 皂角籽油脂肪酸甲酯的总离子流色谱图

Fig.1 Total ion chromatogram of fatty acid methyl ester in *Gleditsia sinensis* L am.oil

2.2 结果分析

由表 1 可以看出, 从皂角籽中鉴定出 14 种脂肪酸, 不饱和脂肪酸占 74.15%, 亚油酸含量高达 43.86%。

表 1 皂角籽油中脂肪酸甲酯鉴定结果

Table 1 The identification results of fatty acids methyl ester in *Gleditsia sinensis* L am.oil

序号	保留时间 t_R /min	化合物	相对强度/%	分子式	相似度/%
1	13.16	9-十六碳烯酸甲酯 9-Hexadecenoic acid-methyl ester	0.76	C ₁₇ H ₃₂ O ₂	99
2	13.38	十六碳酸甲酯 Hexadecanoic acid methyl ester	14.80	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	98
3	14.34	十七碳酸甲酯 Heptadecanoic acid,methyl ester	0.18	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	99
4	15.06	9,12-十八碳二烯酸甲酯 9,12-Octadecadienoic acid methyl	43.86	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	99
5	15.12	13-十八碳烯酸甲酯 13-Octadecenoic acid methyl ester	26.87	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	99
6	15.28	十八碳酸甲酯 Octadecanoic acid methyl ester	7.76	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	99
7	16.80	11-二十碳烯酸甲酯 11-Eicosenoic acid methyl ester	1.21	C ₂₁ H ₄₀ O ₂	99
8	17.01	二十酸甲酯 Eicosanoic acid methyl ester	0.86	C ₂₁ H ₄₂ O ₂	99
9	17.83	二十一酸甲酯 Heneicosanoic acid methyl ester	0.08	C ₂₂ H ₄₄ O ₂	96
10	18.44	13-二十二碳烯酸甲酯 13-Docosenoic acid methyl ester	1.38	C ₂₃ H ₄₄ O ₂	99
11	18.63	二十二碳酸甲酯 Docosanoic acid methyl ester	0.44	C ₂₃ H ₄₆ O ₂	93
12	19.39	二十三碳酸甲酯 Tricosanoic acid methyl ester	0.14	C ₂₄ H ₄₈ O ₂	99
13	19.97	15-二十四碳烯酸甲酯 15-Tetracosenoic acid, methyl ester	0.07	C ₂₅ H ₄₈ O ₂	96
14	20.13	二十四碳酸甲酯 Tetracosenoic acid methyl ester	0.24	C ₂₅ H ₅₀ O ₂	98