

植物甾醇的气相色谱分析

倪捷儿

(浙江医药高等专科学校,浙江 宁波 315192)

摘要:对毛细管柱气相色谱法测定植物甾醇含量的分析方法作了详细的介绍,并将此方法与经典方法从测定步骤、测定内容、干扰因素、回收率和总分析时间作了比较,结果证明:毛细管柱气相色谱法是一种值得推荐的简便、快速和准确的测定植物甾醇含量的分析方法。

关键词:毛细管柱气相色谱法;植物甾醇;测定;分析

中图分类号: O657.71

文献标识码: A

文章编号: 1008-7680(2002)01-0014-03

植物甾醇广泛存在于植物油脂中,从植物油脂中提纯得到的植物甾醇主要有 β -谷甾醇、豆甾醇、菜甾醇和燕麦甾醇。植物甾醇作为一种天然的甾体资源,近年来随着药物生产的连续增长和以往所用原料的紧缺,植物甾醇加工工业迅速兴起,并以惊人的速度发展起来。目前已成为甾体药物合成的主要原料。植物甾醇也是一类有生理价值的物质,可直接用于药物,可制克喘类药,降血脂,治动脉粥样硬化症。可促进伤口愈合,使肌肉增生,增强毛细血管循环。此外在化妆品方面,植物甾醇与磷脂、糖脂混合于护肤膏中,可保持皮肤表面水份,并对皮肤有温和渗透性,促进皮肤新陈代谢,防止皮肤老化。鉴于植物甾醇在医药及其他领域的重要作用,应建立一个简便准确的分析方法对植物甾醇进行准确的检测。以前的经典方法采用洋地黄皂甙在一定条件下与甾醇反应,生成沉淀经烘干称量而测得甾醇含量。此方法操作步骤多,分析时间长,干扰因素较多。本文采用气相色谱法,用胆甾醇作为内标进行分析,大大缩短了分析时间,消除了干扰因素。

1 仪器和试剂

美国惠普 4890 气相色谱仪, FID 检测器, 浙大色谱工作站; 实验室常规仪器;

胆甾醇标样(含量 99%, 美国 SIGMA 公司产品);

洋地黄皂甙(美国 SIGMA 公司产品)。

2 实验方法^[1]

2.1 洋地黄皂甙质量法

收稿日期: 2001-11-28

作者简介: 倪捷儿(1962-), 女, 浙江余姚人, 浙江医药高等专科学校高级讲师, 主要从事医药化学的教学与研究。

2.1.1 样品制备

准确称取样品 0.15 g(精确至 0.0001 g),置于 100 mL 容量瓶中,加无水乙醇适量,振摇并稀释至刻度,摇匀。

2.1.2 测定步骤

准确移取已制备好的样品溶液 10.0 mL,置于 100 mL 锥形瓶中,在水浴上加热至近沸,立即加入近沸的洋地黄皂甙乙醇溶液(10 g/1)9 mL,摇匀缓缓加水 2 mL,静置 24 h,用玻璃砂芯漏斗过滤,沉淀用丙醇—水—乙醇(73+18+9)洗涤三次,每次用量分别为 4 mL、2 mL、3 mL,在 100 °C 下干燥 3 h,称重后计算沉淀质量,沉淀质量与 0.253 相乘,即得供试品总甾醇质量。

2.2 毛细管柱气相色谱法

2.2.1 样品制备

准确称取样品 0.3 g 及内标胆甾醇 0.1 g(精确至 0.0001 g),加入 15 mL 醋酐和吡啶混合物(1+3),在水浴中加热 30 min,在减压条件下脱溶,加 20 mL 丙酮溶解残留物。

2.2.2 气相色谱条件

色谱柱:SE-30 毛细管柱,柱长 15 m、柱径 0.53 mm;柱温:245 °C;检测器温度:260 °C;进样器温度:260 °C;载气流速:30 mL/min;分流比:1/100。

2.2.3 色谱条件的选择

当进样量为 1 μ l 时,分流比选择 1:100 较为合适,太大或太小均不能得到良好的响应值和灵敏度。因几种植物甾醇沸点比较接近,故本方法不宜采用程序升温。柱温低于 230 °C,几种甾醇基本分不开,升高柱温,提高了气液传质速率和柱效,以 245 °C 柱温,分离度和灵敏度最佳。

3 结果与讨论

3.1 两种分析方法的比较

从以上介绍两种方法来看,洋地黄皂甙重量法采用洋地黄皂甙在一定条件下与植物甾醇发生络合反应生成沉淀,收集沉淀,根据沉淀重量可以计算出植物甾醇质量,见表 1。

表 1 经典方法与毛细管柱气相色谱法比较

比较项目	洋地黄皂甙重量法	毛细管柱气相色谱法
测定步骤	步骤较多,耗时长	步骤较简便,耗时少
测定内容	只能测定总甾醇含量,不能测组成	可以测定甾醇组成
干扰因素	较多,误差大	较少,准确度高
回收率/%	98.9	98.0
总分析时间/h	30	3

3.2 样品检测^[2]

用洋地黄皂甙重量法和毛细管柱气相色谱法分别测定已精制的植物甾醇样品,分析结果见表 2。

从表 2 分析结果看,洋地黄皂甙质量法分析结果略高于毛细管气相色谱法,主要原因是植物甾醇中含有少量无机杂质,而洋地黄皂甙质量法不能通过洗涤方法完全除掉,因而造成沉淀质量增大,使分析结果偏高,而毛细管柱气相色谱法不存在这个干扰因素,故准确度高。

表 2 两种分析方法结果比较

总甾醇含量/%	
洋地黄皂甙重量法	毛细管柱气相色谱法
93.1	92.4
92.0	91.4
91.8	90.3
92.4	91.7
93.6	93.0

4 结 论

通过以上分析方法的比较,可以看出,毛细管柱气相色谱法检测植物甾醇具有分析步骤少,分析时间短,分析准确,是一种值得推荐的可行的分析方法.

参考文献:

- [1] 周宝兰.植物甾醇的应用[J].中国油脂,1992,(4):33-38.
- [2] 忻耀年.植物油脂中总甾醇的测定方法[J].油脂化工,1988,(3):53-60.

Analysis of gase-phase chromatogram of plant sterol

NI Jie-er

(Zhejiang Medical College, Ningbo 315192, China)

Abstract: This paper firstly gives a detailed introduction to the analyzing approach of the measurement of the content of plant sterol by gase-phase chromatography of capillary column, and then makes a comparison between this approach and the classic traditional method from the aspects of measuring steps, measuring contents, interference factors, recovery rate and time spent on the general analysis. The result of the analysis proves that gase-phase chromatography of capillary column is an easy, accurate, recommendable way of measuring the content of plant sterol.

Key words: gase-phase chromatography of capillary column; plant sterol; measurement; analysis