

虎骨脂肪油化学成分的测定

DETERMINATION ON THE CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE FAT OIL IN BONE OF *PANTHERA TIGRIS ALTAICA*

张晓峰 张宝琛

(中国科学院西北高原生物研究所, 西宁, 810001)

Zhang Xiaofeng Zhang Baochen

(Northwest Plateau Institute of Biology, The Chinese Academy of Sciences, Xining 810001)

虎 (*Panthera tigris*) 骨为我国传统民间珍贵药材, 主要化学成分为磷酸钙和蛋白质, 其骨脂肪油的化学成分尚未见报道。高原麝鼠 (*Myospalax baileyi*) 骨与虎骨在医药上有相似的性味及功能, 其骨髓脂肪油的化学成分已有报道 (张晓峰等, 《兽类学报》1997, 2期)。为使高原麝鼠骨与虎骨的脂肪油化学成分进行对比分析, 现对虎骨脂肪油化学成分的测定结果报道如下。

实验部分

1. 材料及仪器

虎骨 东北虎 (*Panthera tigris altaica*) 雌性, 16岁, 西宁人民公园饲养, 1994年1月自然死亡后, 经处理获干燥全骨架。

HP5890 I 型气相色谱仪; HP5989A 色质联用仪; Bio-Rad FTS-185 色红联用仪。

2. 色谱条件

毛细管气相色谱 HP-20M 毛细管柱 (25m×0.32mm i. d), 柱温程序升温: 50℃保持2分钟, 以5℃/分钟升至230℃; 检测器FID温度250℃, 气化室温度250℃, 载气: He, 总流量30ml/min, 柱前压10psi分流, 进样量0.5μl, 色谱峰的保留时间和归一化的峰面积由色谱数据处理机记录并打印结果。

气相色谱-质谱联用 (载气: He, 流量30ml/分钟), 柱温程序升温: 50℃保持2分钟, 以2℃/分钟升至230℃, 气化室温度260℃; EI离子源, 电离电压70eV, 离子源温度300℃, 分辨率2M, 扫描速度全程1秒, 扫描范围10~400amu. (m/z), 进样量0.05μl; 质谱数据库: NBS×75K. L。

* 国家中医药局“八五”科技攻关计划项目

中国科学院上海有机化学研究所代测GS-MS, GC-IR数据, 并得到吴元伟高级工程师和冯祖儒副研究员的帮助, 特此致谢。

本文于1997年6月17日收到。

气相色谱—红外联用；载气：He，Bio-Rad 接口，进样器温度：230℃，不分流进样，检测器温度 230℃，柱温程序升温：50℃保持 2 分钟，以 8℃/分钟升至 185℃，进样量 1μl，红外数据库：EPA×3.3K. L。

3. 样品前处理

全骨粉碎过 64 孔筛，40℃通风干燥 3 天称重各 200g，室温下丙酮浸提 4 次以上，至浸提液无色后，在旋转蒸发仪 40℃下回收溶剂，得黄色清亮的虎骨脂肪油和棕色清亮的高原鼯鼠骨骼脂肪油，无水硫酸钠脱水后置冰箱供实验备用。

4. 分析方法

脱水干燥后的油直接进行气相色谱，气相色谱—质谱 (GC—MS)、气相色谱—红外 (GC—IR) 分析，谱峰通过各组份的裂解方式及微机谱图检索，并参照有关标准图谱进行化学成分鉴定 (Heller S R, 等 1978, 1983.)。

结 果

虎骨脂肪油的气相色谱图及其化学成分见图 1，表 1。

表 1 虎骨脂肪油的化学成分

Table 1 Chemical Constituents of the fat oil in bone of *Panthera tigris altaica*

峰号 No.	化合物 (质谱) Compound (MS)	相对峰面积 (%) Peak area (%)	化合物 (红外) Compound (IR)	分子式 Molecular
1	己醛 hexanal	0.66	as MS	C ₆ H ₁₂ O
2	4-甲基-3-戊烯酮-2 4-methyl, 3-penten-2-one	0.44	as MS	C ₆ H ₁₀ O
3	庚醛 heptanal	0.06	group as MS	C ₇ H ₁₄ O
4	3-戊烯酮-2 3-hexen-2-one	0.44	group as MS	C ₆ H ₁₀ O
5	4-羟基-4-甲基戊酮-2 4-hydroxy-4-methyl, 2-pentanone	26.37	as MS	C ₆ H ₁₂ O ₂
6	壬醇 nonanol	0.53	group as MS	C ₉ H ₁₈ O
7	乙酸 acetic acid	0.40	as MS	C ₂ H ₄ O ₂
8	opanoic acid	1.12	group as MS	C ₃ H ₆ O ₂
9	2-甲基丙酸 2-methyl, propanoic acid	0.66	as MS	C ₄ H ₈ O ₂
10	3,5-二甲基-2-烯环己酮 3,5-dimethyl, 2-cyclohexen-1-one	1.18	group as MS	C ₈ H ₁₂ O
11	丁酸 butanoic acid	0.77	as MS	C ₄ H ₈ O ₂
12	(E)-2-烯癸酮 (E)-2-decenal	3.40	group as MS	C ₁₀ H ₁₈ O
13	3-甲基丁酸 3-methyl, butanoic acid	6.96	as MS	C ₅ H ₁₀ O ₂
14	戊酸 pentanoic acid	0.48	group as MS	C ₅ H ₁₀ O ₂
15	2-己烯十一酮 2-undecenal	2.28	group as MS	C ₁₁ H ₂₀ O
16	己酸 hexanoic acid	9.02	as MS	C ₆ H ₁₂ O ₂
17	庚酸 heptanoic acid	7.72	as MS	C ₇ H ₁₄ O ₂
18	辛酸 octanoic acid	10.27	as MS	C ₈ H ₁₆ O ₂
19	壬酸 nonanoic acid	4.78	as MS	C ₉ H ₁₈ O ₂

虎骨脂肪油的气相色谱图, 对虎骨脂肪油中各组分进行了定性分析, 结果见表 1。续表 1

峰号 No.	化合物(质谱) Compound (MS)	相对峰面积(%) Peak area (%)	化合物(红外) Compound (IR)	分子式 Molecular
20	十二酸乙酯 ethyl ester, dodecanoic acid	0.40	group as MS	$C_{14}H_{28}O_2$
21	丙三醇 glycerin	2.88	as MS	$C_3H_8O_3$
22	heptadecane	0.33		$C_{19}H_{40}$
23	2,4-二苯基-4-甲基戊烯-1 2,4-diphenyl, 4-methyl-1-pentene	0.46	group as MS	$C_{18}H_{20}$
24	N-甲基-N-(1-氧十二烷)甘氨酸 N-methyl-N-(1-oxododecyl), glycine	0.06	group as MS	$C_{15}H_{29}NO_3$
26	苯乙酸 benzeneacetic acid	0.04	group as MS	$C_8H_8O_2$
27	十四酸 tetradecanoic acid	0.33	group as MS	$C_{14}H_{28}O_2$
28	十五酸 pentadecanoic acid	0.26	as MS	$C_{15}H_{30}O_2$
29	十六酸 hexadecanoic acid	2.12	as MS	$C_{16}H_{32}O_2$
30	十七酸 heptadecanoic acid	0.08		$C_{17}H_{34}O_2$
31	十八酸 octadecanoic acid	0.07	as MS	$C_{18}H_{36}O_2$
32	油酸 oleic acid	2.06		$C_{18}H_{34}O_2$
33	9,12-二烯十八酸 9,12-octadecadienoic acid	3.42		$C_{18}H_{32}O_2$

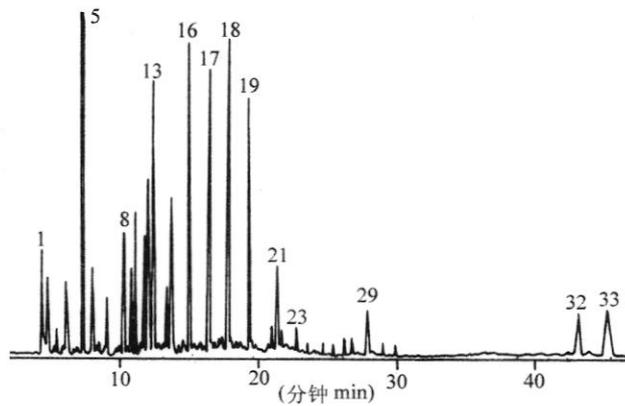


图 1 虎骨脂肪油的气相色谱图

Fig. 1 Gas chromatogram of the fat oil in bone of *Panthera tigris altaica*

讨 论

虎骨脂肪油的化学成分经气相色谱分离出的 33 个组分, 质谱鉴定了其中 32 个, 占总色谱峰面积的 90.05%。表明其主要成分为脂肪酸, 主要化合物有 4-羟基-4-甲基戊酮-2 (26.37%), 辛酸 (10.27%), 己酸 (9.02%), 庚酸 (7.72%), 3-甲基丁酸 (6.96%), 壬酸 (4.78%) 等。

根据张晓峰 (1997) 报道过的从高原鼯鼠骨脂肪油中鉴定出 34 个成分, 其中有 29 个化合物与虎骨是一样的, 占总检出化合物的 85%, 并有 3 个主要成分的峰面积接近, 如 4-羟基-4-甲基戊酮-2 (分别为 24.98%, 26.37%)、己酸 (分别为 10.16%, 9.02%)、3-甲基丁酸 (分别为 7.94%, 6.96%)

