

苏子油中 α -亚麻酸的纯化研究

中国科学院沈阳应用生态研究所(110015)

朱 丹* 王世成 郭 煜 胡连生

摘 要 苏子油含 α -亚麻酸 57%, 采用尿素包合法浓缩纯化 α -亚麻酸, 可将含量提高到 89%。

关键词 苏子油 α -亚麻酸 尿素包合

苏子又名紫苏 *Perilla frutescens* 为一年生草本植物, 在我国各地广泛栽培。辽宁产紫苏含油 45% 左右, α -亚麻酸含量 50% 以上。紫苏油可食用, 因其不饱和脂肪酸高达 90% 以上。其药用价值越来越受到人们的重视。其中 50% 以上的 α -亚麻酸属 ω -3 系列多烯不饱和脂肪酸, 由于这种不饱和脂肪酸在体内不能自身合成, 必须靠食物供给, 所以被称之为必需脂肪酸。 ω -3 脂肪酸有降血压、降血脂、抑制血小板聚集、减少血栓形成、抗癌等作用。在工业上, 紫苏油可用作制造清漆、色漆、化妆品、高级润滑油等。

紫苏含油 40% 以上, 一般机榨出油率可达 30%~35%, 本实验所用苏子油是采用中国科学院沈阳应用生态研究所中科药业公司提供的机榨油。

1 实验方法与条件

1.1 仪器与试剂: 岛津 GC8A 气相色谱仪; 试剂均为分析纯。

1.2 方法: 取苏子油 250 g, 3.7% NaOH 乙醇溶液 1 000 mL, 倒入 2 000 mL 标准磨口圆底烧瓶中, 在磁力搅拌器上加热皂化 1 h, 室温冷却, 取滤液 (I) 数滴于 5 mL 容量瓶中待测。将冷却后的皂化液移入 -18℃ 的冰箱中放置 24 h, 快速抽滤, 取滤液 (II) 数滴于 5 mL 容量瓶中待测。滤液回收乙醇, 将回收后的皂化液加 10% HCl 溶液酸化至 pH2~3, 分层, 去掉下层水液, 用水将脂肪酸洗至中性, 加无水硫酸钠干燥, 过滤, 得混合脂肪

酸 25 mL。按上述方法处理 8 次共 2 000 mL 紫苏油, 合并脂肪酸共 200 mL。

1.3 尿素包合: 将脂肪酸、尿素、95% 乙醇按 1:3:8 的比例进行尿素包合。称取 300 g 尿素, 加 800 mL 95% 乙醇至磁力搅拌器上搅拌, 待全部溶解后加入 100 mL 脂肪酸搅匀, 迅速倒入三角瓶中, 放置 24 h 过滤, 取滤液 (III) 数滴于 5 mL 容量瓶中待测。滤液回收乙醇后, 用硫酸甲醇甲酯化, 得深红色 α -亚麻酸甲酯 (100 g 脂肪酸加 60 g 甲醇, 3 g 硫酸, 加热回流 6 h, 酯化完全后, 水洗至中性, 加无水硫酸钠干燥, 过滤)。

1.4 蒸馏: 将 α -亚麻酸甲酯倒入 1 000 mL 标准磨口圆底烧瓶中, 置电热套上, 通 N_2 加热至 202℃, 抽真空, 真空度为 1.33 kPa, 空气冷却, 得淡黄色 α -亚麻酸甲酯纯品, 用 1 mL 安瓶分装, 每个安瓶约 100 mg, 通 N_2 后封口, 供气相色谱作标准品用。

1.5 色谱分析: 采用日本岛津 GC8A 气相色谱仪, 不锈钢柱 2 m, 直径 3 mm; 固定液 7% DEGS, 担体 80~100 目 Chromosorb W AW DMCS; 载体: N_2 , 流速 60 mL/min; H_2 , 50 mL/min; 空气, 500 mL/min; 检测器为氢火焰离子化检测器; 柱温 183℃; 汽化室 250℃。

取原油 1 滴于 5 mL 容量瓶中, 加入 0.5 mol/L KOH-甲醇溶液 1 mL, 置 55℃ 水浴中皂化至油珠完全溶解, 约 20 min。将 (I) (II) (III) 3 个样品与原油皂化液分别加入 1

* Address: Zhu Dan, Institute of Applied Ecology, Chinese Academy of Sciences, Shenyang

朱丹 女, 1987 年毕业于沈阳农业大学函授本科, 实验师。主要从事植物化学方面的分析研究工作。主要科研成果有: 与他人合作完成月见草油抗动脉粥样硬化的研究, 1986 年获辽宁省科技进步二等奖; 沙棘的综合利用研究; 冠果综合利用研究; 遗传尿胶囊治疗小儿遗尿症一类中药的研究等等。

mL BF₃-甲醇溶液,在水浴上煮沸 2 min,待冷却后加入正辛烷 1 mL,振摇使甲酯转入正辛烷中,加饱和食盐水使脂肪酸甲酯至瓶颈

处,用微量注射器各抽取 2 μL,做气相色谱,结果见图 1,其 IV 为原图。

2 结果与讨论

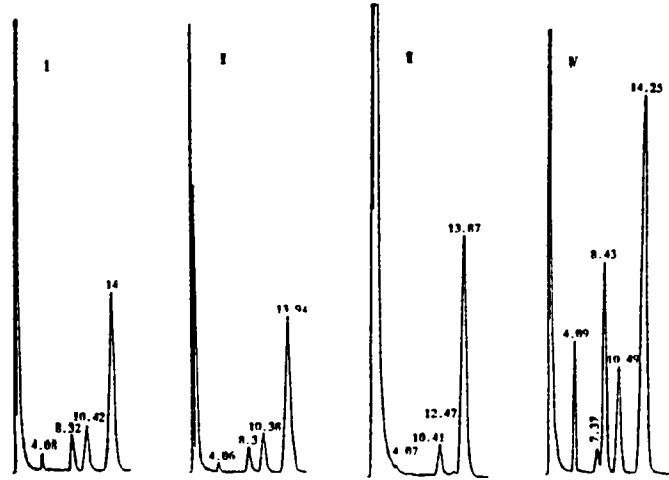


图 1 样品气相色谱图

I -14、II -13.94、III -13.87、IV -14.25 为 α-亚麻酸

由图 1 可见:(I)α-亚麻酸含量为 74.3%;(II)α-亚麻酸含量为 77.3%;(III)α-亚麻酸含量为 89.3%;(IV)α-亚麻酸含量为 57.4%。

结果表明,用 NaOH 皂化后,可将 α-亚麻酸由 57.4%直接提高到 74.3%,再经尿素包合即可达到 89.3%。重复做此实验仍可达

到 89%以上。说明此方法稳定,重复性好。

参 考 文 献

1 朱廷儒,等. 东北油脂植物及油脂成分测定法. 沈阳:辽宁人民出版社,1980.
2 王 晶,等. 食品科学,1996,17(6):59
3 周 丹,等. 中草药,1994,25(5):251
4 朱 丹,等. 粮食与油脂,1996(1):29

(1996-07-05 收稿)

气相色谱法测定桂林西瓜霜中冰片及薄荷脑的含量

桂林三金药业集团公司(541004) 邹节明* 刘江林 伍德久 卢 丹

摘 要 采用气相色谱法,选择蔡为内标物,测定桂林西瓜霜中冰片及薄荷脑的含量,可作为该制剂质量控制指标之一。

关键词 桂林西瓜霜 气相色谱法 冰片 薄荷脑 含量测定

桂林西瓜霜系口腔、咽喉疾病的良药,为冰片、薄荷脑等 14 味中药组成。为进一步控制国家中药保护品种,由西瓜霜、山豆根、黄连、制桂林西瓜霜散剂和桂林西瓜霜含片的内在

* Address: Zhou Jieming,Guilin Sanjin Medicine Group Co.LTD. ,Guilin
邹节明 男,53 岁,大本毕业,桂林三金药业集团公司董事长,高级工程师,兼任“中国中医药工作专家咨询委员会”委员、卫生部第七届药典委员会委员等职。一直在该公司从事中成药产品研究开发和中药制药工程。设计和主持研究开发桂林西瓜霜、三金片、西瓜霜润喉片等中成药新品种 45 种,目前已有 38 种列入部颁标准,10 种列为国家中药保护品种、国家基本药物,主持公司中药提取、片剂车间等重要技改工程,创造显著的经济效益和社会效益。曾获国家级、部级、省级科技进步奖 5 项,省级以上杂志发表论文 25 篇,1991 年国家授予为有突出贡献的中医药专家。