RP-HPLC 用于紫苏油及其习用品白苏油、野苏油的鉴别

无锡轻工大学食品工程系(214036)

崔 凯* 丁霄霖

吉林市中心医院

张新颖

吉林市江城人民医院

金维鸿

摘 要 本文采用 RP-HPLC 方法对紫苏油及其习用品白苏油、野苏油甘油酯进行了定性定量分析。利用 HPLC 分析油脂也为中药材真伪鉴别提供了一条有效途径。

关键词 RP-HPLC 紫苏 白苏 野苏 甘油酯

紫苏 *Perilla frutescens* (L.) Britt. 系唇形科紫苏属 1 年生植物, 是《中国药典》1990 年版收载的药品^[1]及卫生部首批颁布的既是食品又是药品的 60 种物品之一。紫苏的常见变异种还有白苏 *Perilla frutescens* (L.) Britt.、野苏 *P. frutescens* (L.) Britt. var. *acuta* (Tbunb.) Kudo。由于紫苏油中富含大量的亚麻酸, 成为国内外医药、保健、食品领域的研究热点。我国是紫苏的主产区, 紫苏油地方习用品还有白苏油、野苏油, 统称为苏子油。由于 3 种油外观相似, 难以鉴别。本文通过 RP-HPLC 分析, 绘制了紫苏、白苏、野苏甘油脂的 HPLC 图谱, 在比较分析的基础上, 提出利用峰谱差异进行鉴别的方法。通过 HPLC 分析油脂也为中药材真伪鉴别提供了一条有效途径。

1 材料与方 法

1.1 材料: 紫苏产地为吉林省吉林市, 白苏产地为江苏省东台市, 野苏产地为浙江省丽水市。索氏抽提法 50℃石油醚提取, 减压浓缩制取苏子油。

1.2 HPLC 样品处理: 精密称取油样 0.5 g 置于 25 mL 量瓶中, 加入丙酮 10 mL, 振荡, 过滤, HPLC 进样, 每次 25 μ L。

1.3 GC 样品处理: 甲酯化^[2]取约 0.2 g 油

样于 20 mL 试管中, 加入约 2 mL 碱性溶液, 60℃水浴中加热, 直至油珠完全溶解(约 30 min), 冷却。加入 25%BF₃ 甲醇溶液 2 mL, 60℃水浴酯化 20 min, 冷却后加入 2 mL 的正己烷, 振摇, 加入 2 mL 饱和的 NaCl 溶液(盐析)振摇, 离心取上层有机相置于干燥试管中, 并加入少量无水硫酸钠以除去微量的水, 进行 GC 测定。

1.4 高压液相色谱(HPLC)

仪器: 高压液相色谱仪: Waters 209 型, 色谱柱: C-18 Zorben columns (5 μ , 4.6 $\times$ 25 mm; Dupont, Inc), R401 折光检测器, U6k 进样器, M740 积分仪。

条件: 流动相丙酮-乙腈(80:20), 流速 1 mL/min, 折光检测器衰减 8 $\times$, 柱温 30℃, 进样量 0.025 mL(浓度 5%), 保留时间 20 min。

1.5 气相色谱(GC)

仪器: 气相色谱仪: HP 5880A GC 上海分析仪器厂, 色谱柱: AC20 毛细管柱内径 0.32 mm。

条件: 固定液 OV17, 载气 氮气, 流速 3 mL/min, H₂ 20 mL/min, 起始温度 120℃保留 1 min, 升温速率 8℃, 最终温度 220℃保留 20 min, 检测 260℃, 汽化 240℃, 纸速 0.5

* Address: Cui Kai, Wuxi University of Light Industry, Wuxi

作者现在单位: 上海市武夷路 418 弄 1 号(200050)冠生园集团有限公司国际贸易部
崔 凯 男, 1970 年生, 先后于 1992-06、1994-12、1997-12 获得学士、硕士、博士学位。研究方向为油脂化学与营养学。已发表论文 10 篇, 国际学术会议宣读论文 1 篇。

cm/min, 衰减系数 3, 进样量 0.2 μ L。

2 结果与分析

我们首先对紫苏油、白苏油、野苏油的脂肪酸组成进行了比较分析, 结果如表 1。

表 1 苏子油的脂肪酸组成(%)

	棕榈酸	硬脂酸	油酸	亚油酸	亚麻酸
紫苏油	4.99	1.41	15.43	13.20	63.61
白苏油	6.45	2.19	15.15	10.43	64.82
野苏油	6.20	2.14	13.82	13.88	62.11

由表 1 可见, 紫苏油、白苏油、野苏油的脂肪酸组成基本一致。在此基础上利用 RP-HPLC 对苏子油甘油酯组分进行分离分析, 结果表明, 3 种油的甘油三酯组成基本一致, 但各类甘油三酯含量却有明显的差异, 结果如表 2。

表 2 苏子油甘油三酯组分 RP-HPLC 分离及其含量比较(%)

级分	紫苏油	白苏油	野苏油
1	29.63	33.31	23.80
2	14.69	12.82	16.50
3	18.21	16.87	14.53
4	8.60	9.97	9.87
5	6.39	4.95	8.11
6	5.57	5.56	8.34
7	8.22	6.78	7.88
8	3.76	4.17	5.21
9	1.23	1.05	3.41
10	2.20	1.96	2.72

进一步分析结果表明(另见报道): 级分 1 组成为 LnLnLn(甘油三亚麻酸酯), 级分 2 组成为 LnLnL(甘油二亚麻酸一亚油酸酯), 组分 3 组成包含两种 TCN(理论碳数)值相近的构型 LnLL(甘油一亚麻酸二亚油酸酯)、LnLnO(甘油二亚麻酸一油酸酯), 级分 4 组成为 LnLnP(甘油二亚麻酸一棕榈酸酯)。

由表 2 可见, 紫苏油、白苏油、野苏油的甘油三酯种类基本相同, 但各种类的相对含量有一定差异, 其中甘油三亚麻酸酯的含量关系为白苏(33.31%)>紫苏(29.63%)>野苏(23.80%), 甘油二亚麻酸一亚油酸酯的含量关系为野苏(16.50%)>紫苏(14.69%)>白苏(12.82%), 甘油二亚麻酸一棕榈酸酯的含量基本接近。

从理论上分析, 天然油脂是分布合成的(即甘油一酸酯到甘油二酸酯再成为甘油三酸酯), 其合成途径及各脂肪酸与甘油的 3 个羟基相结合的途径都有差异。因此即使是紫苏油、白苏油、野苏油这 3 种脂肪酸种类和数量极为接近的油脂, 其甘油三酯各种类含量也会有明显的差异。对油样进行气相色谱分析可以确定脂肪酸在全油样中的组成含量, 而应用 RP-HPLC 法则是根据不同脂肪酸在不同甘油三酯分子中的分布组成水平上对油脂进行定性定量分析, 因此 RP-HPLC 比 GC 具有更好的鉴别力, 且具有迅速、准确、简便、用样量少等优点, 这为中药材鉴定、鉴别提供了一种更为有效的新途径。

致谢: 测试过程中得到无锡轻工大学测试中心戴军高工、系管实验室肖刚老师的大力协助, 特此致谢。

参考文献

- 1 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典, 一部. 北京: 人民卫生出版社, 1990. 304
- 2 Christie WW, et al. JAOCS. 1991. 68. 695

(1997-10-24 收稿)

Identification of *Perilla* (*Perilla frutescens*) oil and Its two Habitually Used Varieties Oil by HPLC

Cui Kai, Ding Xiaolin (Wuxi University of Light Industry, Wuxi 214036)

Zhang Xinying (Center Hospital of Jilin City)

Jin Weihong (Jiangcheng People Hospital of Jilin City)

Abstract HPLC maps of the oil from *perilla frutescens* (L.) Britt and that of its two habitually used varieties were compared in detail. Their differences together with the amount of LnLnLn, LnLnL present in the samples can be used to differentiate the three kinds of perilla oil easily and accurately.

Key Words HPLC *Perilla frutescens* (L.) Britt *P. frutescens* (L.) Britt var. *acuta* (Thunb.) Kudo