

值回归处理,回归方程为:

$$Y=3152.5+5362.9X,r=0.9975$$

点样量在 0.65~5.20 μ g 之间呈良好的线性关系。

3.3 精密度试验:吸取同一样品点 8 个点于同一薄层板上,各点均为 2 μ l,按实验方法展开,晾干,扫描测定斑点峰面积积分值,结果 RSD=3.9%。

3.4 回收率试验:精密称取金水宝胶囊粉末 4 份,各份约 1g,分别加入腺苷对照品 1 或 2mg,照实验方法提取、分离、测定含量,计算,回收率为 99.50%。

4 小结

4.1 薄层色谱分离是本实验的关键,加 0.05mol/L 磷酸氢二钠铺板能使腺苷分离时不拖尾,控制好薄层板湿度能使各斑点获得

最佳分离,一般活化 5~10min,温度控制在 60~80℃即可。

4.2 不同的提取方法和采用不同提取溶剂对测定的含量影响较大,用超声室温水提^[3]含量仅为 1.37mg/g,而用 50%乙醇回流最高达 1.879mg/g^[2],由于腺苷为水溶性成分,采用水回流提取,测得最高含量达 2.090mg/g。以上多种测定结果由于所用仪器不一样,要优选出最佳提取方法有待于进一步研究。

参 考 文 献

- 1 郭用庄,等.中草药,1987,18(10):8
- 2 张敏如,等.中草药,1994,25(2):77
- 3 姜丽霞,等.中成药,1993,15(5):33
- 4 章观德,等.药物分析杂志,1987,7(1):6

(1995-05-29 收稿)

Determination of Adenosin in Jinshuibao Capsule by TLC Scanning

Lü Wuqing, Long Xinhua, et al

A method for the determination of adenosin in Jinshuibao capsule by TLC scanning was reported. The adenosin was separated on silica GF₂₅₄-CMC-Na₂HPO₄ plates with chloroform-ethyl acetate-isopropylalcohol-water-aqueous ammonia(8:2:6:0.5:0.12) as mobile phase, by CS-930 dual wave length TLC scanner in the swatooth scanning mode at $\lambda_s=260\text{nm}$ and $\lambda_R=300\text{nm}$. Calibration graph was rectilinear between 0.65~5.20 μg ($r=0.9995$). The average recoveries were 99.5% ($n=3$) and the coefficient of variation was 3.7%. The method was simple, rapid and accurate.

月见草油的超临界流体萃取及质量研究

延边医学院物化教研室(延吉 133000) 崔 刚* 李春光 郑云花

摘 要 采用超临界 CO₂ 萃取技术从月见草种子中萃取月见草油,在 50℃、25MPa 时萃取率为 20%,油中 γ -亚麻酸含量为 10.6%,测定了月见草油的酸价和皂化值。

关键词 月见草油 γ -亚麻酸 超临界 CO₂ 萃取

月见草 *Oenothera biennis* L. 主要产于我国东北南部及东部山区,其种子含油率高。月

见草油药用有效成分为 γ -亚麻酸(γ -linolenic acid)^[1];具有重要的药用价值^[2~3]。

* Address: Cui Gang, Department of Physics and Chemistry, Yanbian Medical College, Yanji

月见草油的提取在国内多采用冷榨法,然而冷榨法产率低,油的质量和 γ -亚麻酸含量不理想。李景道等^[4]报道了溶剂法提取月见草油;溶剂法在分离产品和溶剂过程中,需蒸馏加热,使部分 γ -亚麻酸遭到破坏,同时存在溶剂残留的问题。近来,超临界流体萃取技术的开发^[5,6],使天然物有效成分的提取有了新的研究手段,以 CO_2 作为流体不存在溶剂残留的问题, CO_2 也易回收,且对身体无害;由于 CO_2 的临界温度低,因此避免了一些活性物质因加热而被破坏的现象。另外该法工艺简单、操作方法简便;比传统的提取工艺具有显著的优越性。

本文采用超临界 CO_2 萃取技术从月见草种子中提取了月见草油,得油率在 20% 左右, γ -亚麻酸的含量高达 10.6%,表明该法能够充分提取月见草种子中的所有脂肪油而不混杂非油性成分。

1 材料及仪器

月见草种子购自安图县石门镇;发酵产生的二氧化碳作为流体。试验所用试剂均为分析纯,超临界流体萃取用美国 Milton Roy 装置,包括高压泵,冷冻机,高压流量泵,萃取器,分离器,差压阀等组成。色谱-质谱计算机联用仪包括 JMS-D300 色-质联用仪和 JMA-2000 数据处理系统。

2 月见草油的提取

将 45g 破壳粉碎的月见草种子放入装置的提取器中,在不同温度和压力条件下进行萃取,定时从分离器取样,称重,直至重量不发生变化时结束萃取。

3 结果与讨论

3.1 温度、压力对得油率的影响:在不同温度和压力条件下得油率见表 1。

表 1 不同条件下月见草油的收率

压力(MPa)	得油率	
	30℃	50℃
15	12.2	11.8
20	14.7	15.9
25	18.5	19.8

从表中可以看出不论在什么温度,随着压力的增加得率明显增加。在压力为 15MPa 时随着温度的增加得油率下降;但压力在 20 和 25MPa 时随温度的增加得油率增加。从表中还可以看出压力对得油率影响比温度对得油率的影响大。

3.2 月见草油在 CO_2 中的溶解度:月见草油得油率与 CO_2 的消耗量作图,得到一条过原点的曲线;在曲线的原点处作切线,从切线的斜率求出月见草油在 CO_2 中的溶解度,结果见表 2。

表 2 不同条件下月见草油在 CO_2 中的溶解度

压力(MPa)	溶解度[g(油)/100g(CO_2)]	
	30℃	50℃
15	0.10	0.08
20	0.23	0.24
25	0.39	0.42

结果表明当压力为 15MPa 时,随着温度的增加,月见草油在 CO_2 中的溶解度下降;当压力为 20MPa 时温度对溶解度的影响较小,当压力为 25MPa 时随着温度的增加,月见草油在 CO_2 中的溶解度增加。在 50℃, 25MPa 时表现出最大的溶解度。

3.3 脂肪酸的分析:取 100mg 月见草油,加入 10ml 苯和 10ml 0.5mmol/L 的 NaOCH_3 甲醇溶液,按常法进行甲酯化,得到混合脂肪酸甲酯。然后进行色谱-质谱计算机联用分析;色谱柱为 DEGS-2m (10%),柱温为 180℃,进样口温度为 270℃。气相色谱见图;选用面积归一法,由计算机直接计算出各种脂肪酸甲酯的含量,结果见表 3。

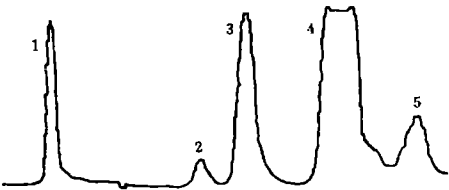


图 月见草油的气相色谱

表 3 气相色谱测定结果

峰序	脂肪酸	保留时间(min)	含量(%)
1	棕榈酸	5.68	11.56
2	硬脂酸	12.2	2.56
3	油酸	14.2	24.94
4	亚油酸	17.8	50.33
5	γ -亚麻酸	21.6	10.61

3.4 酸价测定:取 2~3g 油放入 100ml 三角烧瓶,加入乙醇-乙醚混合液(2:1)20~40ml 的 KOH 乙醇溶液,滴定至溶液显红色,且持续 30s 时定为滴定终点,另做一组空白试验,酸价计算按下式:

$$\text{酸价} = \frac{5.61V}{W}$$

式中 V 为加入油时碱的消耗量, W 为油的重量。结果见表 4。

表 4 不同条件下月见草油的酸价

压力(MPa)	酸 价	
	30℃	50℃
15	10.1	5.4
20	4.0	3.6
25	2.5	1.6

从表中看出随着条件的变化,油的酸价从 6 到 10.1 之间变化,变化的幅度很大,在同一温度下随着压力的增加,酸价减少,在同一压力下温度高时酸价降低,这是由于在不同条件下酯和游离脂肪酸在 CO_2 的溶解度不同所致。因此可以通过控制条件来萃取不

同酸价的月见草油。

3.5 皂化值的测定:取 2g 的月见草油放入三角烧瓶中,加入 0.5mol/L KOH 乙醇溶液 25ml,加热回流 30min,冷却后加 2~3 滴 1% 的酚酞,用 0.5mol/L HCl 溶液滴定至溶液粉红色刚好褪去。另作一组空白试验,皂化值的计算按下式:

$$\text{皂化值} = \frac{28.05(V_0 - V)}{W}$$

V_0 为空白组碱的消耗量,结果见表 5。

表 5 不同条件下月见草油的皂化值

压力(MPa)	皂 化 值	
	30℃	50℃
15	—	—
20	185	185
25	186	185

结果表明用超临界 CO_2 萃取的月见草油具有较低的皂化值,意味着高级脂肪酸的含量相对高,说明油的质量好。

参 考 文 献

- 1 高雅琴,等.中草药,1982,13(9):1
- 2 GB,1967,1082624
- 3 DE,1978,2749492
- 4 李景道,等.延边医学院学报,1988,11(1):13
- 5 Peter S,et al.Chem Eng Technol,1987,10:37
- 6 Bulley N R,et al.J Am Oil Chem Soc,1984,61:1362

(1995-02-09 收稿)

Supercritical CO_2 Extraction of Oil of Eveningprimrose(*Oenothera biennis*) and Its Qualities

Cui Gang, Li Chunguang, Zheng Yuhua

Oil of Eveningprimrose was extracted from the seed of *Oenothera biennis* by supercritical CO_2 extraction. A yield of 20% oil was obtained at 50℃ and 25MPa. Its γ -linolenic acid content was 10.6%. Acid value and saponification number of the oil was determined.

《中草药》杂志编辑部敬祝广大读者新春愉快!