

溶解度越大, 克服其他作用力的负面影响越强, 可促进心莲内酯晶体向结晶器上端生长。

因天然药物中活性成分部分为结晶性组份, 在采用超临界技术开发该产品时, 因萃取分离伴随结晶的现象, 造成管道堵塞, 此为超临界流体萃取技术发展的很大障碍。本实验所用的同步萃取结晶技术改良了传统超临界流体萃取分离工艺。

References

[1] Matsuda T, Kuroyanagi M, Della G, et al. Cell differentiation-inducing diterpene from *Andrographis paniculata* Nees [J]. *Chem Pharm Bull*, 1994, 42(6): 1216-1225.

[2] Kapil A, Koul IB, Banerjee S K, et al. Antihepatotoxic effects of major diterpenoid constituents of *Andrographis paniculata* [J]. *Biochem Pharmacol*, 1993, 46(1): 182-185.

[3] Tripathi G S, Tripathi Y B. Choleric action of andrographolide obtained from *Andrographis paniculata* Nees [J]. *Phy-*

tother Res, 1991, 5(4): 176-184.

[4] Pan J, Zhu J Z. Separation method for material composition by supercritical fluid crystallization [P]. CN: 1220906A, 1999-06-30.

[5] Hu X Q, Pan J, Zhang W C, et al. The determination of lactone concentration of andrographide by RP-HPLC method [J]. *J Hebei Univ of Tech—Nat Sci* (合肥工业大学学报·自然科学版), 2001, 24(6): 1083-1086.

[6] Helfgen B, Türk M, Schaber K. Theoretical and experimental investigations of the micronization of organic solids by rapid expansion of supercritical solutions [J]. *Powder Technol*, 2000, 110: 22-28.

[7] Kröber H, Teipel U. Material processing with supercritical antisolvent precipitation: process parameters and morphology of tartaric acid [J]. *J Supercrit Fluid*, 2002, 22: 229-235.

[8] Türk M. Formation of small organic particles by RESS: experimental and theoretical investigations [J]. *J Supercrit Fluid*, 1999, 15: 79-89.

短程蒸馏提纯胡麻籽油中 α -亚麻酸的工艺研究

许松林, 郑 涛

(天津大学 精馏技术国家工程研究中心, 天津 300072)

摘要:目的 研究短程蒸馏技术提纯胡麻籽油中 α -亚麻酸的工艺条件。方法 利用短程蒸馏装置的特点探讨蒸馏温度、压力、进料速率、预热温度、刮膜器转速等操作参数对 α -亚麻酸纯度的影响。结果 确定了刮膜式短程蒸馏技术提纯 α -亚麻酸的最佳条件为: 蒸馏温度 90 ~ 120 , 压力 0.3 Pa, 进料温度 60 , 进料速率 90~ 110 mL/h, 刮膜转子速率 150 r/m in。结论 应用短程蒸馏技术提纯 α -亚麻酸, 操作简便, 效率高, 容易实现产业化。

关键词: 胡麻籽油; 短程蒸馏; α -亚麻酸

中图分类号: R 284.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2004)03-0264-03

Technology of refining α -linolenic acid in Semen Sesami oil by short path distillation

XU Song-lin, ZHENG Tao

(National Engineering Research Center for Distillation Technology, Tianjin University, Tianjin 300072, China)

Abstract: **Object** To study the technological conditions of refining α -linolenic acid by short-path distillation (SPD). **Methods** According to the characteristic of SPD, the effect of the operating parameters, such as the distillation temperature, the system pressure, the feeding rate, and the agitating speed, were studied on the purity of α -linolenic acid. **Results** The appropriate process conditions for the purification of α -linolenic acid by SPD are: distillation temperature 90 —120 , pressure 0.3 Pa, feeding temperature 60 , feeding rate 90—100 mL/h, and rotating speed 150 r/m in. **Conclusion** Refining α -linolenic acid by SPD is a simple and convenient method. It is easy to achieve industrialization.

Key words: *Semen Sesami* oil; short path distillation (SPD); α -linolenic acid

短程蒸馏(short-path distillation, SPD)又称分子蒸馏(molecular distillation), 是一种在高真空条件下进行特殊蒸馏技术。短程蒸馏技术解决了大量

常规蒸馏技术所不能解决的问题。广泛应用于分离低挥发度、高相对分子质量、高沸点、高黏度、热敏性和具有生物活性的物料^[1,2]。在传统中草药的分离提

* 收稿日期: 2003-06-19

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(20176037); 天津市科技发展计划资助项目(0131086114)

作者简介: 许松林(1966—), 男, 安徽人, 天津大学制药工程专业副研究员, 博士, 主要从事中药生产新技术开发和高等制药分离工程教学工作。

纯中也得到前所未有的发展。 α -亚麻酸(α -linolenic acid, α -LNA)主要来源于唇形科草本植物紫苏 *Perilla nankinensis* Decne 和白苏 *P. frutescens* Britt 的果实及胡麻 *Sesamum orientale* Linn. 的籽等。其中胡麻籽油中 α -亚麻酸的含量极高(40%~60%),是我国最为经济的 α -亚麻酸来源之一^[3]。现代医学表明 α -亚麻酸具有多种生理功能:维持大脑和神经系统所必需的因子;具有抗血栓和调血脂作用;能预防癌变和抑制肿瘤细胞转移;抑制病态性病症;长期使用能延长生命期^[4]。

1 材料与仪器

胡麻籽油由大连现代中药工程中心提供,含 α -亚麻酸 67.5%。

V KL 70 型刮膜式短程蒸馏设备, L auda Compact—thmostat K6 KS 恒温槽, Pfeiffer DUO 2.5 AC 旋片式真空泵, D IF 040L 型油扩散泵,均来自德国 VTA 公司。

2 方法

2.1 色谱条件: Perkin Elmer Auto system XL 型气相色谱仪(美国);毛细管色谱柱(30 m \times 0.53 mm);柱前压 11.8 kPa;氢离子火焰检测器 FID;进样口温度 230 ;检测器温度 250 ;进样量 0.2 μ L。程序升温:起始 140 ,保留 1 m in,以 10 /m in 升温至 180 ,保留 5 m in,再以 5 /m in 升温至 210 ,保留 3 m in,再以 30 /m in 升温至 250 ,保留 20 m in。采用面积归一法计算 α -亚麻酸纯度。

2.2 提纯操作:取胡麻籽油 100 mL 加入进料器,经计量后进入短程蒸馏装置,在刮膜器的高速作用下,均匀分布于短程蒸馏器的蒸发面上,蒸发面由恒温槽精确控温。原料在蒸发面上被加热,易挥发组份在高真空条件下于中间冷凝器表面冷凝成液体,靠重力作用流入组份收集器;未蒸出的重组份沿着加热内壁流入重组分收集器。为了防止挥发物进入真空系统,须在管路上设置冷阱,冷阱中加入液氮作为深冷剂。真空泵保证了整个系统的高真空度,并由精密压力调节阀控制。

3 结果

3.1 蒸馏温度的影响:在进料速率为 90 mL/h,操作压力分别为 0.3, 1.0, 1.6 Pa 条件下, α -亚麻酸的纯度随着蒸馏温度的升高而增加,收率相应地减少。从图 1 可以看出在 120 的时候,纯度达到最大值。但是应用短程蒸馏提纯 α -亚麻酸要考虑到整体收率与纯度,所以单步操作最佳的蒸馏温度可以在一定范围内(90 ~ 120)变化。

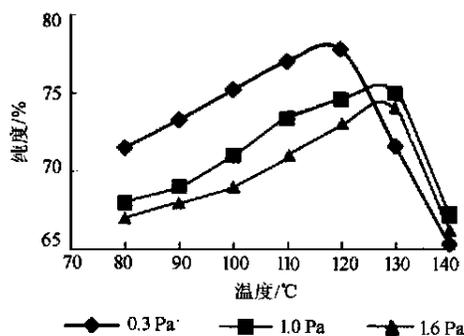


图 1 蒸馏温度对 α -亚麻酸纯度的影响

Fig 1 Effects of distillation temperature on purity of α -linolenic acid

3.2 蒸馏压力的影响:短程蒸馏的压力是影响 α -亚麻酸分离效果的重要因素,只有压力降到一定低的条件时,才能有效地降低蒸馏的温度,达到在低温下提纯 α -亚麻酸,而不使其分解为其他物质。从图 1 可以看出在压力为 0.3 Pa 时的效果最好。

3.3 进料速率的影响:进料速率的快慢影响物料在蒸发壁面上的停留时间。选取适宜的进料速率在很大程度上影响产品中 α -亚麻酸的收率与纯度。蒸馏温度为 90 , 100 , 110 ,操作压力为 0.3 Pa 时进料速率与产品纯度关系见图 2。随着进料速率的加快, α -亚麻酸的纯度先上升到一定的数值,然后呈下降的趋势。研究确定适宜的进料速率为 90~ 110 mL/h。

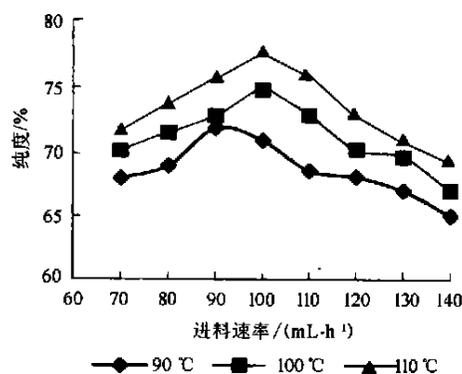


图 2 进料速率对 α -亚麻酸纯度的影响

Fig 2 Effects of feeding rate on purity of α -linolenic acid

3.4 进料温度的影响:当进料温度较低(< 40)时,原料的黏度较大,在蒸馏器中用于预热原料的蒸发面积增加,导致有效蒸发面积的减少,产品中 α -亚麻酸的纯度降低。随着进料温度的升高,用于预热原料的蒸发面减少,有效蒸发面积增大,轻组份杂质被去除的比较充分,所以产品中 α -亚麻酸的纯度有所增加。但进料温度大于 70 以后,产品纯度变化

趋势减小。进料速率为 90 mL/h, 蒸馏温度为 100 , 操作压力为 0.3 Pa 时进料温度对 α-亚麻酸纯度的影响见图 3。

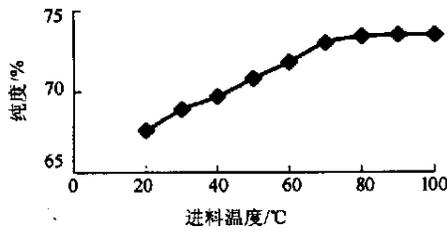


图 3 进料温度对 α-亚麻酸纯度的影响

Fig 3 Effects of feeding temperature on purity of α-linolenic acid

3.5 刮膜器转速的影响: 刮膜器转速的快慢直接影响到 α-亚麻酸原料在蒸发壁面形成均匀液膜的时间, 从而影响分离的效果。当转速高于 150 r/min 时对分离的纯度及收率影响较小。操作温度为 100 , 系统压力为 0.3 Pa 的条件下, 刮膜器转速对 α-亚麻酸纯度的影响见图 4。

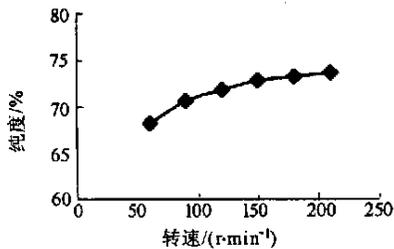


图 4 刮膜器转速对 α-亚麻酸纯度的影响

Fig 4 Effects of rotating speed on purity of α-linolenic acid

3.6 分离级数的影响: 为了得到高纯度的 α-亚麻

酸产品, 单级操作无法满足要求, 这时就要进行多级操作。研究发现经过 4 级操作, α-亚麻酸含量可以从 70.5% 上升到 82.3%, 见表 1。

表 1 各级 α-亚麻酸含量随蒸馏级数的变化

Table 1 Changes of various α-linolenic acid along with distillation frequency

蒸馏级数	温度/	压力/Pa	α-亚麻酸含量/%	α-亚麻酸收率/%
1	90	2.0~2.3	70.5	96.7
2	95	1.6~1.8	73.6	75.1
3	100	1.0~1.2	78.2	52.5
4	105	0.3~0.4	82.3	29.4

4 小结与讨论

4.1 刮膜式短程蒸馏设备从胡麻籽油中提纯 α-亚麻酸的最佳条件是: 蒸馏温度为 90 ~ 120 , 压力为 0.3 Pa, 进料温度 60 , 进料速率 90~ 100 mL/h, 刮膜转子速率 150 r/min。

4.2 短程蒸馏技术分离 α-亚麻酸温度低, 产品不易产生分解变质, 得到的产品纯度高。

4.3 应用短程蒸馏技术提纯亚麻酸比其他提纯方法操作简便、步骤少、效率高, 容易实现产业化。

References

[1] Greenberg D B. A theoretical and experimental study of the centrifugal molecular still [J]. *AICHE J*, 1972, 18(2): 269-276.

[2] Wang J W, Xu S L, Xu S M, et al. Application status of molecular distillation [J]. *Chem Ind Eng Proc (化工进展)*, 2002, 21(7): 499-501.

[3] Zhang H M, Liu Z. Review on function resource and production of α-linolenic acid [J]. *China Oils Fats (中国油脂)*, 2000, 25(6): 192-194.

[4] Zhou L X, Huang F H, Yan F H, et al. α-linolenic acid and γ-linolenic acid [J]. *China West Cereals Oils Tech (西部粮油科技)*, 2000, 25(6): 46-48.

参麦冻干粉针剂中细菌内毒素检查干扰试验

苟虹, 程一帆*

(重庆市中医研究院, 重庆 400013)

摘要: 目的 对参麦冻干粉针中细菌内毒素检查干扰试验进行研究, 证明使用细菌内毒素检查法(BET)的可行性。方法 用干扰初筛试验和干扰试验考察参麦冻干粉针对BET 有无干扰, 并寻求排除干扰的方法。结果 使用 λ 为 0.5 EU/mL 的鲎试剂有抑制作用, 使用 λ 为 0.25 EU/mL 的鲎试剂, 供试品溶液作适当稀释可消除干扰。结论 参麦冻干粉针的细菌内毒素检查应使用灵敏度为 0.25 EU/mL 或更高灵敏度的鲎试剂。

关键词: 参麦冻干粉针; 细菌内毒素检查法; 干扰试验

中图分类号: R286.012

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2004)03-0266-03

* 收稿日期: 2003-05-30

基金项目: 国家新药基金开发项目(92-11-10); 国家科技部科技型中心企业技术创新基金资助项目(00C26215110425)