

酶法从紫苏子油中制取 α -亚麻酸工艺研究(II)

尿素包络纯化工艺的探讨

魏 决¹, 罗 雯¹, 肖 青²

(1.成都大学生物工程系, 四川 成都 610106; 2.四川省粮油中心监测站, 四川 成都 610015)

摘 要: 在前期实验所获得的最佳工艺条件下, 以利用解脂假丝酵母脂肪酶水解紫苏子油, 得到的混合脂肪酸为原料, 通过正交实验, 探讨了与尿素包络法纯化 α -亚麻酸反应有关的主要影响因素, 得出了最适的温度、时间和溶剂配比分别为 -10°C ; 24h 和 1:3:6, α -亚麻酸纯度 87.2%, 得率 67.5%。

关键词: 混合脂肪酸; α -亚麻酸; 尿素包络; 纯化

Enzymatic Hydrolysis and Isolation of α -Linolenic Acid from Perilla Oil (II)

Study on Urea Clathrate Purity Method

WEI Jue¹, LUO Wen¹, Xiao Qing²

(1. Biological Engineering Department, Chengdu University, Chengdu 610106, China;

2. Grain and Oil Center Supervision Station in Sichuan Province, Chengdu 610015, China)

Abstract: Under the optimum conditions of pre-test, the mix-fatty acids were obtained by enzyme reaction. The optimum effecting factors in reaction to purify α -linolenic acid by urea clathrate were studied: temperature of urea clathrate: -10°C ; time of urea clathrate precipitation: 24 hours and proportion of solvent; 1:3:6. The purity of α -linolenic acid was 87.2% and the yield of α -linolenic acid about 67.5%.

Key words: mix-fatty acid; α -linolenic acid; urea clathrate; purification

中图分类号: TS201.25

文献标识码: B

文章编号: 1002-6630(2005)02-0117-03

在“脂肪酶水解工艺的探讨(I)”中, 我们利用脂肪酶水解紫苏子油, 得到相应的混合脂肪酸, 通过尿素包络沉淀法, 由于混合脂肪酸中的直链饱和脂肪酸在

低温和有机溶剂中与尿素会形成内含直链分子的六方型晶体而结晶析出, 而不饱和脂肪酸中的双键使分子形状弯曲, 造成体积增大, 不易与尿素形成包合物。由此可将饱和脂肪酸与不饱和脂肪酸分离开来。

收稿日期: 2003-12-01

作者简介: 魏决(1962-), 女, 副教授, 研究方向为食品加工工艺、动植物天然有效成分提取。

1 材料与方法

- [6] 杨树勤. 卫生统计学[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1986. 93-100.
- [7] Bourgoin BP, et al. Am J Public Health, 1993, (83): 1155-1160.
- [8] 郭岩, 李艳波, 韩水龙. 钙剂的合理应用及其制剂的进展[J]. 现代医药卫生, 2001, 17(2): 160-161.
- [9] 薛长湖, 李兆杰, 孙成, 等. 由鳕鱼排制备活性钙[J]. 青岛海洋大学学报, 1995, 25(2): 173-179.
- [10] Schnepf M, Madrick T. Nutr Res. 1991, (11): 961-970.

- [11] Miller J Z, et al. Am J Clin Nutr, 1988, 48: 1291-1294.
- [12] Nicar M J, Pak C Y C. J Clin Endocrinol Met, 1985, 61: 391-393.
- [13] Brennan M J, Duncan W E, Wartofaky L, et al. In vitro dissolution of carbonate preparations[J]. Calcif T issue Int, 1991, 49: 308.
- [14] National Research Council. In: Recommended dietary allowances. 10th ed[M]. Washington DC: Food and Nutrition Board, National Academy Press, 1989.

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料

混合脂肪酸 紫苏子油经解脂假丝酵母脂肪酶水解；无水乙醇(分析纯)；尿素(分析纯)。

1.1.2 仪器

恒温磁力搅拌器 乐清市乐成电器厂；真空抽滤装置；蒸馏装置；离心机；冰箱；气相色谱仪 日本岛津 GC-9A。

1.2 混合脂肪酸组成的测定

前期实验中，紫苏子油经解脂假丝酵母脂肪酶水解而得到的混合脂肪酸，得率为87.5%，利用气相色谱测定其组成，使用的气相色谱为日本岛津 GC-9A，分析条件：色谱柱：玻璃柱 ϕ 3.2mm \times 2.1m，色谱柱温：180℃；担体：Chromosorb W AW (80~100目)；固定液：25% DEGS 试剂(使用前在185℃下老化30h以上)；进样温度：240℃；进样量：0.7 μ l；检测器温度：240℃；载气流速(N₂)：60ml/min。测定结果如表1。

表1 混合脂肪酸成分

成分	棕榈酸	棕榈油酸	硬脂酸	油酸	亚油酸	亚麻酸
含量	6.2	0.3	2.1	15.7	13.7	62.0

虽然混合脂肪酸中的 α -亚麻酸含量与紫苏子油中的相近^[2]，但由于尿素包络法适合于直链脂肪族化合物^[1]，而紫苏子油为脂肪酸三酰甘油酯^[6]，故对混合脂肪酸进行尿素包络纯化 α -亚麻酸，较直接对紫苏子油进行尿素包络的效果好。

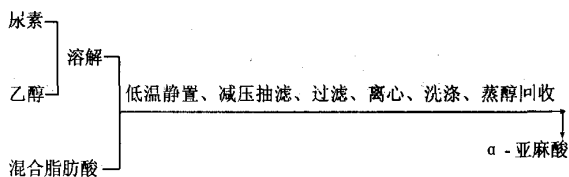


图1 α -亚麻酸的纯化工艺图

1.3 实验方法

1.3.1 工艺流程

1.3.2 操作步骤

称取60g的尿素，按比例加入乙醇作溶剂，回流加热搅拌，使尿素溶解。静置10min，加入一定量的混合脂肪酸，均匀混合后，置于冰箱中，控制在一定温度下进行包合反应，析出尿素包合结晶物。然后减压过滤、离心除去结晶，用少量乙醇洗涤结晶2~3次。过滤得到的溶液用25%的盐酸、正己烷和蒸馏水进行洗涤和抽提，再分离有机相并回收溶剂。即得到较高纯度的 α -亚麻酸。用气相色谱(仪器及检测条件如上)对所得到的分离产品进行纯度的测定。

2 结果与分析

本次实验，我们对包络温度、混合脂肪酸与乙醇的配比和包络时间三个因素进行探讨。

实验结果表明，在尿素包络的反应中，包络温度对结果影响较大，包络时间次之，而混合脂肪酸与尿素、乙醇的比例在较小范围内变化时，其对结果的影响

表2 正交表及实验结果

实验号	温度(℃)	混合酸:尿素:乙醇(W:W:V)	包络时间(h)	α -亚麻酸纯度	α -亚麻酸得率(%)
1	4	1:3:4	12	70.2	72.3
2	4	1:3:6	18	75.0	71.0
3	4	1:3:10	24	77.1	70.9
4	-10	1:3:4	18	84.0	70.2
5	-10	1:3:6	24	87.2	69.5
6	-10	1:3:10	12	85.0	69.8
7	-15	1:3:4	24	87.8	66.5
8	-15	1:3:6	18	88.5	67.0
9	-15	1:3:10	12	87.0	65.8
K ₁	222.3	242.0	232.9		
K ₂	256.2	250.7	247.5		
K ₃	264.0	249.1	252.1		
k ₁	74.1	80.7	76.6		
k ₂	85.4	83.6	82.5		
k ₃	88.0	83.0	84.0		
R	13.9	2.9	7.4		

超临界 CO₂ 萃取结晶穿心莲内酯的工艺优化

张文成¹, 潘 见¹, 陈克勋²

(1.农产品生物化工教育部重点实验室 合肥工业大学, 山东 合肥 230069;

2.中国科学技术大学化学与材料学院, 山东 合肥 230026)

摘 要: 以 30% 穿心莲内酯浸膏为原料, 进行了穿心莲内酯的超临界 CO₂ 萃取结晶工艺优选研究。利用单因素实验法考察了压力、温度、时间对穿心莲内酯分离纯化的影响。结果表明: 超临界 CO₂ 在萃取穿心莲内酯时, 出现同步结晶, 且在结晶板上呈梯度分布; 选择的较佳工艺参数为压力 20MPa, 温度 55℃, 时间 90min, 流量 15L/min 时, 得到的穿心莲内酯的纯度超过 80%。

关键词: 超临界 CO₂; 萃取; 结晶; 梯度分布; 穿心莲内酯

Study on the Technology Optimization on Extraction and Crystallization of *Andrographolide* by Supercritical CO₂

ZHANG Wen-cheng¹, PAN Jian¹, CHEN Ke-xun²

(1.Key Laboratory of Bioprocess of State Education Ministry, Hefei University of Technology,

Hefei 230069, China; 2.School of Chemistry and Material, University of Science and

Technology of China, Hefei 230026, China)

Abstract: To separate and purify andrographolide by supercritical carbon dioxide extraction and crystallization with 30% andrographolide material. The single factor method to investigate the effect of technology parameters: pressure, temperature and time on purity of andrographolide was adopted. The result was that there was synchronous crystallization in separation and purity of andrographolide by supercritical CO₂ extraction, and gradie of appeared distributin on the crystal board. When we selected the parameters pressure 20MPa, temperature 55℃, and time of crystallization 90min, the purity of andrographolide

收稿日期: 2004-09-24

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(29976008)

作者简介: 张文成(1973-), 男, 博士研究生, 主要从事天然产物有效成分超临界流体萃取分离技术、新方法研究与开发。

响不明显。在确定最佳工艺条件时, 应兼顾 α -亚麻酸的纯度与得率, 在包络反应中, 降低包络温度无疑会使 α -亚麻酸的纯度增加, 但过低的包络温度将促使 α -亚麻酸与尿素形成络合物, 同时降低 α -亚麻酸的得率。因此, 我们认为包络反应的最适条件为: 包络温度: -10°C ; 混合酸: 尿素: 乙醇: 1:3:6; 包络时间: 24h。所得 α -亚麻酸的纯度为 87.2%, α -亚麻酸的得率 69.5%。在实际生产中还可以通过增加包络次数进一步提高产品的纯度。酶法制取 α -亚麻酸是在常温、常压的温和条件下进行, 最大限度的保全了 α -亚麻酸的性质且减少了废弃物的排放, 有利于环境的保护。

参考文献:

- [1] 汤逢. 油脂化学(第一版)[M]. 江西科学技术出版社, 1985.
- [2] 魏决, 肖青. 紫苏油成分的测定及其开发[J]. 粮油食品科技, 1999, (4): 25.
- [3] (美)D 斯沃恩. 贝蕾油脂化学与工艺学(第四版)[M]. 秦洪万译. 北京: 轻工业出版社, 1992.
- [4] 张海满, 刘福祯, 等. 尿素包络法纯化 α -亚麻酸工艺研究(I)[J]. 中国油脂, 2001, 26(2): 41-44.
- [5] 赵人俊, 郑幼霞. 月见草油中 γ -亚麻酸富集研究[J]. 中国粮油学报, 1995, 10(2): 44-47.
- [6] Ziboh, Vincnt A. The role of n-3 fatty acids in psoriasis[J]. Med.Fatty Acids Inflammation, 1998: 45-53.