

## 气相色谱法测定火麻仁中亚油酸及 $\gamma$ -亚麻酸的含量

韩娜<sup>1</sup>, 赵建邦<sup>2\*</sup>, 宋平顺<sup>2</sup>

(1. 甘肃农业大学农学院, 兰州 730000; 2. 甘肃省药品检验所, 兰州 730000)

[摘要] 目的: 建立气相色谱测定火麻仁中亚油酸、 $\gamma$ -亚麻酸的含量方法, 为评价质量和标准制定提供依据。方法: ZB-WAX 毛细管柱(0.5  $\mu\text{m}$   $\times$  0.32 mm  $\times$  30 m), 载气为高纯度氮气, 流速 1.0 mL $\cdot$ min<sup>-1</sup>, 分流比 5:1, 柱温为 190  $^{\circ}\text{C}$ , 进样口温度为 250  $^{\circ}\text{C}$ , FID 检测器温度为 250  $^{\circ}\text{C}$ , 空气 450 mL $\cdot$ min<sup>-1</sup>, 氢气 45 mL $\cdot$ min<sup>-1</sup>。结果: 火麻仁中亚油酸、 $\gamma$ -亚麻酸含量分别 31.42% ~ 37.21%, 8.02% ~ 9.65%。结论: 该法准确, 简便, 重复性好, 可用于火麻仁中亚油酸、 $\gamma$ -亚麻酸的质量控制。

[关键词] 火麻仁; 亚油酸;  $\gamma$ -亚麻酸; 气相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)03-0083-03

## Determination of Content of Linoleic Acid and $\gamma$ -linoleic Acid in Hemp Fruit by GC

HAN Na<sup>1</sup>, ZHAO Jian-bang<sup>2\*</sup>, SONG Ping-shun<sup>2</sup>

(1. Gansu Agriculture University, Lanzhou 73000, China; 2. Gansu Institute for Drug Control, Lanzhou 73000, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the method for determination of the content of linoleic acid and  $\gamma$ -linoleic acid in hemp fruit by GC, and provide evidence for evaluating quality and criterion. **Method:** The GC separation was performed on a ZB-WAX column (0.5  $\mu\text{m}$   $\times$  0.32 mm  $\times$  30 m) at 190  $^{\circ}\text{C}$ , inject temperature at 250  $^{\circ}\text{C}$ , FID detector temperature was at 250  $^{\circ}\text{C}$ , gas as N<sub>2</sub> (99.99%); flow rate was 1.0 mL $\cdot$ min<sup>-1</sup>, air 450 mL $\cdot$ min<sup>-1</sup>, H<sub>2</sub> 45 mL $\cdot$ min<sup>-1</sup>. **Result:** The content of linoleic acid and  $\gamma$ -linoleic acid in hemp fruit was 31.42% - 37.21%, 8.02% - 9.65%. **Conclusion:** The method can be used to control the quality of linoleic acid and  $\gamma$ -linoleic acid in hemp fruit, which is accurate, convenient and repeatable.

[Key words] hemp fruit; linoleic acid;  $\gamma$ -linoleic acid; GC

火麻仁为临床常用中药, 来源于桑科植物大麻 *Cannabis sativa* L. 的干燥成熟果实, 味甘, 性平, 归脾、胃、大肠经, 具有润肠通便, 润燥杀虫之功效<sup>[1-3]</sup>。火麻仁属广布的油料兼药用植物, 全国各地都有栽培, 多数自产自销<sup>[2]</sup>。已有的研究表明, 火麻仁主要成分为木脂素酰胺类、脂肪酸及其酯、甾体成分、烯烴和生物碱等<sup>[3]</sup>。目前, 国内关于火麻仁的化学成

分的报道仅对脂肪油甲酯化组成进行 GC-MS 分析<sup>[4-5]</sup>, 或进行挥发油的 GC-MS 分析<sup>[6]</sup>。鉴于《中国药典》2005 年版火麻仁尚未建立含量测定指标, 而火麻仁富含脂肪油类成分, 本文建立气相色谱测定法, 对不同产地火麻仁脂肪酸中的亚油酸、 $\gamma$ -亚麻酸含量进行测定, 为火麻仁的质量控制提供参考。

### 1 材料

**1.1 仪器** 美国 PE 公司 Clarus600 型气相色谱仪, 昆山市超声仪器有限公司 HS10260D 型超声波清洗器, 上海亚荣仪器厂 RE-52A 型旋转蒸发器, 梅特勒 AL-204 电子分析天平, 国华电器有限公司 HH-6 数显恒温水浴锅。

**1.2 试药** 亚油酸、 $\gamma$ -亚麻酸对照品(批号分别为 111622-200602, 111631-200502, 由中国药品生物制

[收稿日期] 20100310(006)

[基金项目] 甘肃省科学技术攻关计划项目(GS035-A43-048-03)

[第一作者] 韩娜, 在读硕士研究生, 研究方向: 中药化学及质量标准, E-mail: hanna1986@163.com

[通讯作者] \* 赵建邦, 主任药师, 硕士生导师, Tel: 0931-4968934

品检定所提供,供含量测定用)。其他试剂均为分析纯。

火麻仁样品购自甘肃、陕西、内蒙古、河北、安徽等地。经甘肃省药品检验所宋平顺主任鉴定为桑科植物大麻 *Cannabis sativa* L. 的干燥成熟果实。

## 2 方法与结果

**2.1 脂肪油的提取** 取样品 60 g, 粉碎, 过 2 号筛, 精密称定, 置锥形瓶中, 先后加入 400, 300 mL 石油醚(60 ~90 ) 进行超声提取(功率 250 W, 频率 40 KHz), 每次 30 min 滤过, 合并滤液, 减压回收石油醚(60 ~90 ) 至无液体滴出, 即得黄褐色脂肪油。计算收油率, 结果见表 1。

表 1 不同产地火麻仁含油量测定

产地	取样量 /g	收油量 /g	收油率 /%
甘肃	60.15	13.78	22.92
陕西	61.47	12.65	20.58
内蒙古	60.51	14.22	23.51
河北	61.51	12.15	19.75
安徽	62.32	12.21	19.59

**2.2 色谱条件** ZB-W X 毛细管柱 (0.5 μm × 0.32 mm × 30 m), 载气为高纯度氮气, 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 分流比 5 : 1, 柱温为 190 , 进样口温度为 250 , FID 检测器温度为 250 , 空气 450 mL·min<sup>-1</sup>, 氢气 45 mL·min<sup>-1</sup>。经计算各对照品及样品对应吸收峰之间的分离度均大于 1.5。理论板塔数以 -亚麻酸计算应不低于 20 000。色谱峰见图 1。

**2.3 对照品溶液** 精密称取亚油酸对照品 175.35 mg、-亚麻酸对照品 135.14 mg, 分别置 25 mL 量瓶中, 加入 1% BF<sub>3</sub> 甲醇溶液 1 mL, 于 60 水浴锅中加热 15 min, 取出, 放冷, 精密加入正辛烷 10 mL, 充分振摇后, 加饱和食盐水使正辛烷层置瓶颈处。

**2.4 供试品溶液** 取火麻仁脂肪油样品约 200 mg, 精密称定, 置 25 mL 锥形瓶中, 加入 0.5 mol·L<sup>-1</sup> KOH 甲醇溶液 1 mL, 于 60 水浴锅中加热 30 min, 取出, 放冷。加入 1% BF<sub>3</sub> 甲醇溶液 1 mL, 于 60 水浴锅中加热 15 min, 取出, 放冷, 精密加入正辛烷 5 mL, 充分振摇后, 加饱和食盐水使正辛烷层置瓶颈处。

**2.5 线性关系的考察** 精密吸取对照品溶液(亚油酸为 17.535 g·L<sup>-1</sup>、-亚麻酸 13.514 g·L<sup>-1</sup>) 1 mL, 加入正辛烷配制成 1, 3, 4, 5, 10, 50 mL 溶液, 摇匀, 用 0.45 μm 微孔滤膜过滤后依次分别注入气相色谱

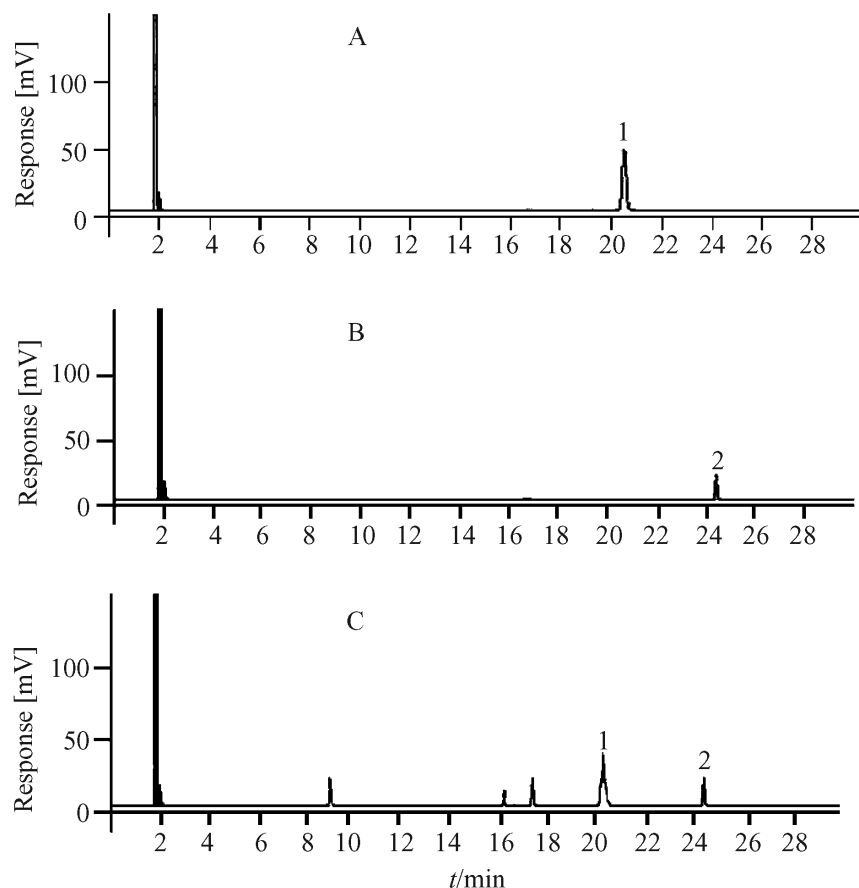


图 1 火麻仁(甘肃)样品 GC 色谱

A, B. 对照品; C. 样品; 1. 亚油酸; 2. -亚麻酸

仪, 测定峰面积, 以峰面积积分值( *Y* ) 为纵坐标, 浓度( *X* ) 为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程。亚油酸  $Y = 0.07142 + 1.38996 \times 10^{-5} X$ ,  $r = 0.99993$ 。

-亚麻酸  $Y = 1.41102 \times 10^{-5} X - 0.04844$ ,  $r = 0.99997$ 。结果表明亚油酸、-亚麻酸分别在 0.3507 ~ 17.5350 μg, 0.2703 ~ 13.5140 μg 呈良好的线性关系。

**2.6 精密度试验** 以甘肃产火麻仁油样品为测定对象, 精密称取一份样品, 按 2.4 项下方法制备, 重复进样 6 次, 测定峰面积, 结果亚油酸、-亚麻酸的平均值分别为 31.42%, 8.59%, RSD 分别为 0.95%, 0.74%。结果表明此法精密度良好。

**2.7 稳定性试验** 以甘肃产火麻仁油样品为测定对象, 精密称取一份样品, 按 2.4 项下方法制备, 于配制后 0, 2, 4, 6, 8, 10 h 进样, 测定峰面积积分值, 结果亚油酸、-亚麻酸的 RSD 分别为 0.93%, 0.70%。结果表明样品溶液在 10 h 内基本稳定。

**2.8 重复性试验** 精密称取甘肃产火麻仁油样品 5 份样品, 按 2.4 项下方法制备, 进样, 测定峰面积, 结果亚油酸平均值为 31.49%, RSD 为 2.84%, -亚麻酸平均含量为 8.63%, RSD 2.68%, 结果表明此法重复性良好。

**2.9 加样回收率试验** 精密称定已知亚油酸(31.42%)、-亚麻酸(8.59%) 含量的油样品 50 mg, 精密加入亚油酸对照品 16.0 mg, -亚麻酸对照

品 4.4 mg,按 2.4 项下方法制备,测定其含量,并计算回收率。结果平均回收率分别为 103.62% 和 102.75%,RSD 分别为 2.73% 和 2.40%。

**2.10 样品测定** 对 5 份火麻仁样品按 2.4 项下方法制备,每批平行做 2 份,按上述方法将对照品和样品进行测定,计算结果见表 2。

表 2 火麻仁中各成分的含量测定 %

产地	油中		药材	
	亚油酸	-亚麻酸	亚油酸	-亚麻酸
甘肃	31.42	8.59	7.20	1.97
陕西	36.65	9.48	7.54	1.95
内蒙古	37.21	9.65	7.61	2.05
河北	32.13	8.48	7.34	1.68
安徽	32.85	8.02	7.29	1.58

### 3 讨论

本文采用超声法获得火麻仁脂肪油,用减压回收石油醚的方法,缩短了提取时间,节约成本。三氟化硼是一种有毒物质,对人体健康有很大伤害。根据文献报道,在甲酯化过程中加入 10% ~15% 三氟化硼甲醇溶液,起到一定的催化作用<sup>[7-8]</sup>,经试验本研究加入 1% 三氟化硼甲醇溶液进行催化,对实验结果基本没有影响。

经测定内蒙古、甘肃产火麻仁的收油率略高其他产地;所含的亚油酸、-亚麻酸以内蒙古和陕西略高其它产地。本实验研究建立的亚油酸、-亚麻酸的含量测定方法可作为火麻仁质量控制指标。

亚油酸、-亚麻酸属不饱和脂肪酸,具有显著的生理活性作用,已经开发出亚油酸制剂应用于临

床,作为预防动脉粥样硬化而倍受患者的重视。本实验可知,火麻仁油中亚油酸的含量高达 31% ~37%、-亚麻酸的含量达 8% ~10%,说明火麻仁是一种富含亚油酸、-亚麻酸的优质油料植物,与我国主要的食用豆油、玉米油、棉籽油中所含脂肪酸相比<sup>[9]</sup>,亚油酸含量相当,而-亚麻酸明显较高。火麻仁在全国各地广为栽培,资源丰富,所含的不饱和脂肪酸可作为功能性保健食用油进一步利用。

### [参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S].2005:54.
- [2] 中国医学科学院药物研究所.中药志.第3册[M].北京:人民卫生出版社,1984:266.
- [3] 任汉阳,张瑜,刘红雨,等.火麻仁的研究[J].河南中医,2003,11:78.
- [4] 张媛,王喆之.火麻仁脂溶性成分 GC-MS 分析[J].西北植物学报,2006,26(9):1955.
- [5] 周永红.火麻仁油脂脂肪酸的 GC-MS 分析[J].中国油脂,2004,29(1):72.
- [6] 张媛,王喆之.火麻仁挥发油的化学成分研究[J].天然产物研究与开发,2009,21:259.
- [7] 王映强,赖炳林,颜晓林,等.亚麻子与紫苏子油中脂肪酸成分和-亚麻酸含量的研究[J].营养学报,2000,22(1):79.
- [8] 司炳坤,赵余庆.不同产地亚麻子中-亚麻酸和亚油酸含量测定[J].中药研究与信息,2005,7(3):18.
- [9] Y. H. Hui,徐生庚,裘爱泳.贝雷:油脂化学与工艺学.第1卷[M].北京:中国轻工业出版社,2001:26.

[责任编辑 顾雪竹]