

超临界 CO₂ 萃取灵芝孢子油的 GC/MS 分析

田弋夫¹, 李金华², 余德顺¹

(1. 中国科学院地化所超临界萃取研究开发中心, 550002 贵阳市;

2. 广州汉方现代中药研究开发有限公司, 510240 广州市)

摘要:采用超临界 CO₂ 萃取破壁灵芝孢子, 萃取条件 22 MPa, 40℃, 将所得的孢子油, 经 GC/MS 定性和定量分析, 共检出 18 种脂肪酸成分, 其中亚油酸和油酸占 62.45%, 不饱和脂肪酸占 68.42%。

关键词:灵芝孢子; 超临界 CO₂ 萃取; GC/MS

灵芝孢子粉是灵芝 (*Ganoderma lucidum*) 成熟时释放的孢子。迄今为止, 已经从灵芝、灵芝孢子粉中分离出三萜化合物、多糖、核苷、生物碱、氨基酸、多肽、蛋白质等活性成分^[1], 但灵芝孢子油的脂肪酸组成分析国内还少见报道。本文采用超临界 CO₂ 萃取技术从破壁灵芝孢子粉中提取灵芝孢子油, 经皂化、甲酯化后, 用毛细管色谱-质谱联用仪定性、气相色谱定量, 对灵芝孢子油的脂肪酸组成进行了较为系统的研究, 取得了满意的分析结果。

1 材料与方法

1.1 实验材料及试剂

破壁灵芝孢子粉干品购自南京中科公司。正己烷、甲醇等溶剂为分析纯, 并经过重蒸馏。食品级 CO₂, 纯度大于 99.5%。

1.2 实验设备

超临界 CO₂ 萃取实验采用 HA120-40-05 型超临界萃取装置; 色谱分析采用 HP5793GC/MS 联用仪, 色谱柱为 HP-5 弹性石英毛细管柱 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm, 柱温 100℃, 恒温 1 min, 10℃/min 升至 220℃, 保持 10 min, 载气 He, 柱前压 100 kPa, 分流比 10:1, 进样量 1 μL。

MS 分析条件: EI 离子源, 电子能量 70 eV, 扫描范围 29~400 u, 四极杆温度 150℃, 离子源温度 230℃, 倍增器电压 1 500 V, GC/MS 接口温度 280℃, 标准质谱库 Wiley275.1。

收稿日期: 2003-01-15

作者简介: 田弋夫(1973-), 男, 工程师; 主要从事天然产物的研究与开发。

1.3 实验方法

取 50 g 破壁灵芝孢子粉于 0.5 L 萃取釜, 在 22.0 MPa、40℃ 条件启泵萃取, 分离釜的温度、压力分别设置为 50℃、8.0 MPa、动态萃取时间 2 h, 得到 12.7 g 黄色油状液体, 出油率 25.4%。

灵芝孢子油的酯化: 取 50 mg 孢子油于洁净锥形瓶, 依次加入 1 mL 正己烷、1 mL 甲醇和 1 mL KOH 饱和的甲醇溶液, 70℃ 恒温皂化 30 min, 直到无油珠存在后, 加入 10 mL 正己烷萃取甲酯化物, 进行 GC/MS 分析。

2 结果与讨论

超临界 CO₂ 萃取的灵芝孢子油未经皂化, 用二氯甲烷溶解直接进样, 在总离子流图上仅出现棕榈酸、油酸和硬脂酸的三个特征峰, 未发现灵芝的特征性三萜类化合物, 表明在 22.0 MPa、40℃ 条件下三萜化合物没有被萃取出来。

灵芝孢子油经过充分甲酯化后的总离子流图详

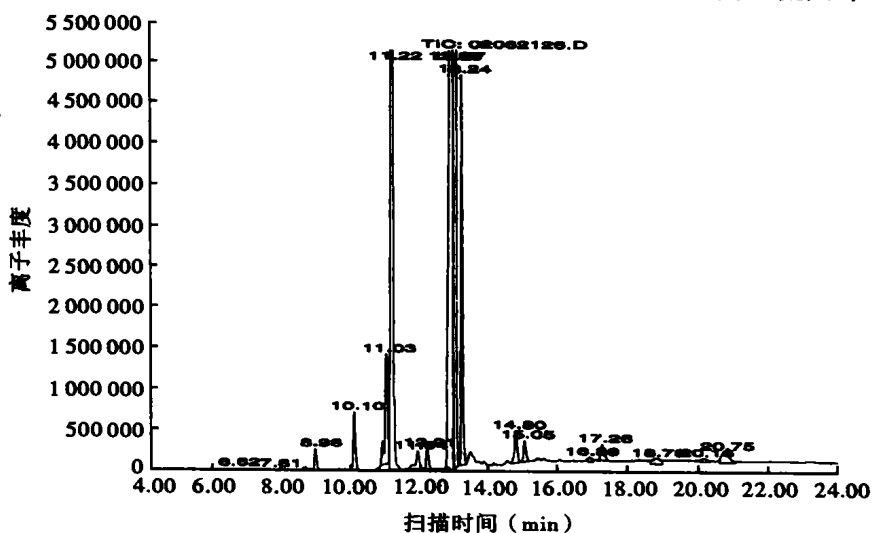


图1 灵芝孢子油 GC/MS 分析的总离子流图

见图1。灵芝孢子油经GC/MS色谱鉴定,共检出亚油酸、油酸、棕榈酸、硬脂酸和棕榈油酸等18种化合物。采用面积归一化计算各组分的相对含量,详细结果见表1。

分析数据表明,超临界萃取的灵芝孢子油富含多种不饱和脂肪酸,不饱和脂肪酸占总量的68.42%,其中亚油酸占18.82%,油酸占43.63%。饱和脂肪酸以棕榈酸、硬脂酸为主,含量分别为20.50%和6.43%。孢子油中还检出少量十三碳酸、十五碳酸、十七碳酸和二十三碳酸等奇数碳脂肪酸。

3 结论

采用超临界CO₂萃取破壁灵芝粉得到黄色油状物,将孢子油进行甲酯化后,经GC/MS色谱定性定量分析,共检出18种脂肪酸成分,其中亚油酸和油酸占62.45%,不饱和脂肪酸占68.42%,饱和脂肪酸以棕榈酸、硬脂酸为主,并发现微量十三碳酸、十五碳酸、十七碳酸和二十三碳酸等奇数碳脂肪酸。以上分析数据为利用灵芝孢子油提供了科学依据。

参考文献

- [1] 袁昌齐.天然药物资源开发利用[M].南京:江苏科学技术出版社,2000.197-201.

- [2] 林启寿.中草药成分化学[M].北京:科学出版社,1977.

表1 破壁灵芝孢子油的GC/MS分析

峰号	组分名称	分子式	分子量	相对含量(%)
1	十二酸(Dodecanoic acid)	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	200	0.04
2	十三酸(Tridecanoic acid)	C ₁₃ H ₂₆ O ₂	214	0.03
3	十四酸(Tetradecanoic acid)	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	228	0.42
4	十五酸(Pentadecanoic acid)	C ₁₅ H ₃₀ O ₂	242	1.18
5	棕榈油酸(Palmitoleic acid)	C ₁₆ H ₃₀ O ₂	254	3.50
6	棕榈酸(Palmitic acid)	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	20.50
7	十七烯酸(Heptadecaenoic acid)	C ₁₇ H ₃₂ O ₂	268	0.67
8	十七酸(Heptadecanoic acid)	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270	0.51
9	亚油酸(Linoleic acid)	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	280	18.82
10	油酸(Oleic acid)	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	282	43.63
11	硬脂酸(Stearic acid)	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284	6.43
12	二十烯酸(Eicosaenoic acid)	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	310	0.92
13	二十酸(Eicosanoic acid)	C ₂₀ H ₄₀ O ₂	312	0.52
14	二十二烯酸(Docosanoic acid)	C ₂₂ H ₄₂ O ₂	338	0.26
15	二十二酸(Docosanoic acid)	C ₂₂ H ₄₄ O ₂	340	0.64
16	二十三酸(Tricosanoic acid)	C ₂₃ H ₄₆ O ₂	354	0.32
17	二十四烯酸(Tetracosanoic acid)	C ₂₄ H ₄₆ O ₂	366	0.62
18	二十四酸(Tetracosanoic acid)	C ₂₄ H ₄₈ O ₂	368	1.01

GC/MS Analysis of *Ganoderma Lucidum* Spores Oil Extracted by Supercritical CO₂

TIAN Yi-fu¹, LI Jin-hua², YU De-shun¹

(1. Research & Development Center of Supercritical Fluid Technology, Geochemistry Institute, CAS, 550002 Guiyang, China; 2. Guangzhou Hanfang Natural Medicine Research & Development Center, 510240 Guangzhou, China)

Abstract: *Ganoderma Lucidum* Spores was extracted by Supercritical CO₂. The extraction condition was 22 MPa (extraction pressure), 40°C (extraction temperature), 8 MPa (separator pressure), 50°C (separator temperature). Then the spores oil was analyzed with GC/MS. The results show that the fatty acid composition is oleic acid, linoleic acid, stearic acid, palmitic acid, a few tridecanoic acid, pentadecanoic acid, heptadecanoic acid and so on, the unsaturated fatty acid content is 68.42%, and the content of oleic acid and linoleic acid is 62.45%.

Key words: *Ganoderma Lucidum* spores; supercritical CO₂ extraction; GC/MS

2004年《面粉通讯》征订启事

《面粉通讯》是经国家科技部、国家新闻出版总署批准登记的国内唯一冠名“面粉”的制粉类科技专业期刊。刊号:CN 32-1661/TS, ISSN 1672-1748, 国外发行代号:Q1804。

《面粉通讯》期刊为您提供了解国内外面粉工业最前沿的科技动态、开展制粉理论研讨、解决制粉技术难题、展示“四新”产品和搜索市场信息的平台。

欢迎国内外与面粉产业相关的企业领导、科技人员、技术工人、行业管理人员、教学科研单位

的师生与科技工作者订阅《面粉通讯》期刊。

地址:南京市中山北路101号,邮编:210009,电话:025-6637098,传真:025-3309207, E-mail: jsmftx@163.com。

江苏省粮食工业协会开户银行:南京市工商银行城北支行,帐号:4301010909100241894。

2004年期刊为季刊、大16开本、正文56页,国内定价(含邮费):每期8元/册,全年4期32元,订户可通过邮汇或银行汇款直接向本社订阅。