

分子蒸馏及其在天然产物分离提纯方面的应用研究进展

马君义, 张继*, 徐小龙, 姚健 (西北师范大学生命科学学院, 甘肃兰州 730070)

摘要 阐述了分子蒸馏的基本原理及其区别于常规蒸馏的主要特点, 并介绍了分子蒸馏在天然产物分离提纯方面的应用研究进展。

关键词 分子蒸馏; 天然产物; 分离提纯

中图分类号 O651 **文献标识码** A **文章编号** 0517 - 6611 (2009) 21 - 09849 - 04

Research Progress on Molecular Distillation and Its Application in Isolation and Purification of Natural Material

MA Jun-yi et al (Life Science College of Northwest Normal University, Lanzhou, Gansu 730070)

Abstract Illustrated the basic principle of molecular distillation and its main characteristics that different from normal distillation, and introduced the research progress of its application in isolation and purification of natural material.

Key words Molecular distillation; Natural material; Isolation and purification

分子蒸馏又称短程蒸馏, 是一种利用分子自由程原理对含有不同物质的物料在液-液状态下进行分离的技术, 该技术是高真空条件下的非平衡蒸馏, 它可使液体所含的不同物质在远低于其沸点的温度下分离, 从而解决常规蒸馏技术所不能解决的问题, 尤其适用于高沸点、热敏性及易氧化物质的分离。应用分子蒸馏技术提取高纯物质, 可摆脱化学处理方法的束缚, 真正保持提取物的纯天然特性, 所以特别适用于那些香味、有效成分活性等对温度极为敏感的天然产物的提取与分离。目前, 该技术已被广泛应用于精细化工、食品、医药、香料、食品添加剂、石油、油脂工业等领域^[1-7], 并已部分实现了工业化。笔者综述了分子蒸馏技术的基本原理、特点及其在天然产物分离提纯方面的应用研究进展, 以期对相关研究提供参考。

1 分子蒸馏的基本原理

根据分子运动理论, 液体混合物的分子受热后运动加剧, 当液体分子接受足够的能量后, 就会从液体表面逸出而成为气体分子。随着液面上方气体分子的增加, 一部分气体会返回液体, 在外界温度恒定的情况下, 分子运动最终达到动态平衡。分子蒸馏是建立在不同物质挥发度不同的基础上的, 分离操作在低于物质沸点的温度下进行, 当冷凝表面的温度与蒸发物质的表面温度有差别时就可进行分子蒸馏。

分子蒸馏是利用液体分子受热后平均自由程不同这一性质实现物质分离的, 具有特殊的传质传热机理。液体混合物在高真空度下受热, 具有足够能量的分子在低于沸点的温度下逸出液面, 由于轻分子的平均自由程大于重分子平均自由程, 且轻分子蒸发速度快, 若在液面上方小于轻分子平均自由程而大于重分子平均自由程处设置捕集器, 使轻分子不断被冷凝捕集, 从而破坏轻分子的动态平衡, 使混合物中的轻分子不断逸出, 而重分子因达不到捕集器其运动很快趋于动态平衡, 不再从混合液中逸出, 从而实现物质分离的目的。

2 分子蒸馏的特点与优势

天然产物常用分离技术有水蒸气蒸馏法、吸附树脂法、有机溶剂浸提法、超临界 CO₂ 萃取法及分子蒸馏法等。前 3

种方法设备投资少, 适合产品的粗制, 水蒸气蒸馏法对热敏性物料有不良影响, 吸附树脂法精制产品时步骤繁多, 有机溶剂浸提法消耗溶剂较多, 溶剂回收工作量大, 提取物中含有溶剂残留; 后 2 种方法均利用特殊条件下的物性进行物质分离, 设备投资较大, 相比较而言, 超临界 CO₂ 萃取法适合于物质分离过程的前期阶段, 即从天然原料中提取所需成分; 而分子蒸馏法适合于分离和提纯粗产品中的高附加值成分, 且这种分离和提纯是其他常用分离手段难以完成的。

常规蒸馏是基于不同物质的沸点差而进行的物质分离。因此, 沸点相近的 2 种物质很难分离。而分子蒸馏是在高真空、远低于液体沸点温度下进行的, 可使物质少受破坏, 从而保证物质的天然品质。

表 1 分子蒸馏与常规蒸馏的比较

Table 1 Comparison of molecular distillation and traditional distillation

操作参数	分子蒸馏	常规蒸馏
Operation parameters	Molecular distillation	Traditional distillation
原理	不同分子的平均	沸点不同自由程不同
平衡状态	液-液平衡	气-液平衡
蒸发与冷凝过程	可逆	不可逆
分离效率	高	低
操作温度	远低于沸点	沸点
系统压力	高真空 (0.133 ~ 1.000 Pa)	常压或真空
受热时间	短 (约 10 s)	长 (真空蒸馏需 1 h)
蒸馏现象	不鼓泡、不沸腾	鼓泡、沸腾

由表 1 可知, 与常规蒸馏相比, 分子蒸馏具有以下特点:

(1) 蒸馏温度低。普通蒸馏在沸点温度下进行, 而分子蒸馏在远低于蒸馏物质沸点的温度下进行, 只要存在温度差, 就可达到物质分离的目的。

(2) 蒸馏压强低。整个物料系统均处于真空条件下, 其最低蒸馏压力低于 0.5 ~ 1.0 Pa, 因此物料不易氧化受损。

(3) 受热时间短。分子蒸馏装置加热面与冷凝面的距离小于轻分子的平均自由程, 由液面逸出的轻分子几乎未经碰撞就达到冷凝面, 所以受热时间较短。另外, 混合液体呈薄膜状, 液面与加热面的面积几乎相等, 这使物料在蒸馏过程中的受热时间更短。因此, 分子蒸馏特别适合对高沸点、热敏性物料进行分离。

(4) 不可逆性。普通蒸馏是蒸发与冷凝的可逆过程, 液相

作者简介 马君义 (1967 -), 男, 甘肃宁县人, 硕士, 副教授, 从事资源植物化学方面的研究。* 通讯作者。

收稿日期 2009-03-27

和气相间可形成平衡状态,而分子蒸馏过程中,从蒸发表面逸出的分子直接到达冷凝面,中间不与其他分子发生碰撞,理论上没有返回蒸发面的可能性,所以,分子蒸馏是不可逆的。

(5)无沸腾、鼓泡现象。普通蒸馏有鼓泡、沸腾现象,分子蒸馏是液层表面分子的自由蒸发,在低压力下进行,液体中没溶解空气,因此蒸馏过程无液体沸腾和鼓泡现象。

(6)分离程度高。分子蒸馏可有效分离常规蒸馏不易分离的物质,并主要用于不同组分分子平均自由程相差较大的混合物的分离。

(7)无毒、无害、无污染、无残留,可得到纯净安全的产物。

(8)操作工艺简单,设备少。

分子蒸馏的特点决定了其在实际应用中具有较常规蒸馏明显的优势:①由于分子蒸馏真空度高,操作温度低且受热时间短,其分离高沸点和热敏性及易氧化物料时具有常规方法无可比拟的优点,能极好地保持物料的天然品质,可被

广泛应用于天然物质的提取;②分子蒸馏不仅可有效去除液体中的低分子物质(如有机溶剂、臭味等),而且可有选择地分离出目的产物,去除其他杂质,因此该方法被认为是物料天然品质的保护者和回归者;③分子蒸馏可实现传统分离方法无法实现的物理过程,在一些高价值物料的分离过程是脱臭、脱色及提纯的有效手段。

3 分子蒸馏在天然产物分离提纯方面的应用

20世纪60年代以前,分子蒸馏技术只在少数国家,如日本、美国、德国有一些研究和应用,且其应用面狭窄,发展较慢。进入20世纪80年代以后,随着人们生活水平的提高、推崇绿色食品和崇尚“回归自然、天然、营养、低热能、低脂肪”呼声的高涨,作为天然物质的有效分离手段分子蒸馏技术逐渐引起人们的重视,目前,该技术已在中草药有效成分提取与分离、天然精油的精制分离、动植物油脂的分离提纯与除味脱色、天然维生素的提纯、浓缩与精制、天然色素的分离纯化等许多领域得到了广泛应用。

表2 分子蒸馏技术在天然产物分离纯化方面的应用实例

Table 2 Application examples of molecular distillation technology in the separation and purification of natural products

应用领域	分离纯化的目的	达到的效果	文献来源
Amplification field	Object of separation and purification	Achieved effect	Literature sources
中草药有效成分提取、分离	分离当归中亲脂性成分	超临界 CO ₂ 萃取亲脂性成分,得率为 2.15%,共 31 种成分,经分子蒸馏得率提高至 15.8%,共 35 种成分	文献[8]
	分离提纯苍术油	在 105℃、真空度为 100 Pa 条件下,对苍术油中苍术素的提取率为 52.17%,较超临界 CO ₂ 法(15%)高 37.17%	文献[9]
	提取分离白术挥发油	超临界 CO ₂ 萃取物回收率为 2.42%,分子蒸馏精分离后回收率为 26.3%,GC-MS 分析主要成分含量变化较大	文献[10]
	分离连翘的超临界 CO ₂ 萃取物	第一步蒸馏萜品醇 4、 α -萜品醇的含量分别达 87.61% 和 12.39%,第二步蒸馏 β -蒎烯和萜品醇 4 的含量分别为 54.46% 和 26.40%	文献[11]
	广藿香的水蒸气蒸馏产物精制脱色	提高了广藿香精油的质量和品位,广藿香醇的含量提高了 22%;广藿香油由棕褐色、有焦味变为浅黄色、无焦味、无异臭	文献[11,22]
	广藿香油的分离纯化	经 GC-MS 检测,广藿香油中的广藿香醇和广藿香酮的含量分别从 37.09%、12.15% 提高到 46.21% 和 25.88%	文献[13]
	分离干姜油中萜类和姜烯酚类化合物	结合超临界 CO ₂ 萃取,姜烯酚类化合物、6-姜烯酚、6-姜烯和丁香烯的含量分别达 86%、60%、55% 和 20% 以上	文献[14]
天然精油的精制与分离	川芎提取物中萜本内酯的分离	川芎超临界 CO ₂ 萃取物经分子蒸馏获得含量 80% 以上的萜本内酯	文献[15]
	分离提纯玫瑰精油	纯度 86% 以上,总收率大于 60%	文献[16]
	分离独活挥发油化学成分	超临界 CO ₂ 萃取物经分子蒸馏分离得到 29 种成分,较水蒸气蒸馏得率(0.2%)提高 0.24%	文献[17]
	精分离大蒜精油	超临界 CO ₂ 萃取物经分子蒸馏富集纯化,从 16 种成分中得到 4 种有效成分,含量分别为 11.9%、15.0%、59.6% 和 13.5%	文献[18]
	分离川芎挥发性成分	超临界 CO ₂ 萃取物含有 45 种成分,分子蒸馏后成分种类减少为 39 种。主要成分 2,3-丁二醇、 α -蒎烯、桉烯的相对含量分别从 0.11%、0.03%、0.11% 提高到 0.76%、0.16%、0.5%	文献[19]
	毛叶木姜子果挥发油中柠檬酸的分离纯化	柠檬酸纯度达 95%,产率为 53%	文献[20]
	从肉桂油中分离纯化肉桂醛	肉桂醛含量从 88.78% 提高到 95.15%,收率达 83.08%	文献[21]
	山苍子油的精制	柠檬醛含量从 80.6% 提高到 91.5%	文献[22]
	姜樟油的精制	柠檬醛含量从 65.39% 提高到 83.0%,颜色由黄色变为浅黄色	文献[22]
	岩兰草油的脱色除味	由黑色、有焦味变为浅黄色、无焦味、无异臭	文献[22]
动植物油脂的分离提纯与除异味脱色	粗香叶醇的脱色除味	由橙色、混浊、有焦味变为无色、无焦味、无异臭	文献[22]
	柏木油的脱色除味	由棕红色、有焦味变为浅黄色、无焦味、无异臭	文献[22]
	从深海鱼油中制备提纯 EPA、DHA	分子蒸馏法提取工序简单,效率高且有效成分含量在 70% 以上,而尿素沉淀法工序复杂,效率低,有尿素残留	文献[23]
	深海鱼油中多不饱和脂肪酸的分离	经三级串联分子蒸馏,得到高碳链不饱和脂肪酸质量分数为 90.96% 的鱼油产品;富集深海鱼油中 ω -3 脂肪酸的含量为 63%,得率为 13.46	文献[24-25]

续表 2

应用领域 Amplification field	分离纯化的目的 Object of separation and purification	达到的效果 Achieved effect	文献来源 Literature sources
	从尿素预处理的鲑鱼内脏油乙酯中提取 EPA 和 DHA	EPA 的含量从 28.2% 提高到 39.0%, DHA 的含量从 35.6% 提高到 65.6%	文献[26]
	亚油酸的精制	由减压蒸馏的棕红色变为分子蒸馏的微黄色, 收率由 80% 提高到 95%	文献[27]
	鱼油乙酯的精制	由减压蒸馏的棕红色变为分子蒸馏的淡黄色, 收率由 75% 提高到 90%	文献[27]
	α -亚麻酸的提纯	经四级分子蒸馏, 提取物中 α -亚麻酸的含量由 67.5% 提高到 82.3%	文献[28-29]
	L-乳酸的精制	粗乳酸通过 2 次分子蒸馏得到纯度大于 95% 的 L-乳酸	文献[30]
	单脂肪酸甘油酯的分离提纯	经三级分子蒸馏分离出浓度高达 95% 以上的单脂肪酸甘油酯	文献[31]
	高酸值花椒油蒸馏脱酸	酸值分别从 21.7、41.2 mg KOH/g 降至 0.28 mg、3.8 mg KOH/g, 油脂得率分别为 86% 和 80.9%	文献[32]
	葡萄籽油脱酸	在 220 °C、1.5 ml/min 条件下使过氧化值从 5.16 meq/kg 降至 0.5 meq/kg, 游离脂肪酸含量低于 0.1%, 维生素 E 保持率高达 94.5%	文献[33]
	从蜂蜡中分离二十八烷醇	二十八烷醇在原料中的含量为 10%, 分子蒸馏后产品中二十八烷醇为 60%, 收率达到 11%	文献[34]
	从米糠蜡中分离二十八烷醇	刘方波等获得纯度为 52.6% 的二十八烷醇, 而 Fang Chen 将二十八烷醇含量从 25.4% 提高到 37.6%, 提高了 48.4%, 收率达 53.8%	文献[35-37]
	动物脂肪中胆固醇的脱除	达到食用标准, 但没有破坏三酸甘油酯	文献[38]
	从满天星种子油脂脂肪酸中富集奎酸	经一级分子蒸馏, C-8 和 C-10 饱和脂肪酸的含量达到 96%; 经多级分子蒸馏, 饱和脂肪酸的含量达到 99.8%	文献[39]
天然维生素的提纯、浓缩与精制	植物油脱臭馏出物提取维生素 E	得到浓度为 50% ~ 70% 的维生素 E; 经三级分子蒸馏, 从油菜籽油脱臭馏出物中提取得到浓度为 50% 的维生素 E 和 90% 的脂肪酸甲酯	文献[40-42]
	大豆油脱臭馏出物中生育酚的分离	从大豆油脱臭馏出物甲酯化成分中分离出甾醇后分子蒸馏, 得到纯度为 70% 以上的生育酚浓缩物, 回收率达 50% ~ 60%	文献[43]
	豆油除臭馏出物提纯天然维生素 E	经三级分子蒸馏, 豆油除臭馏出物中天然维生素 E 的含量由 3% 提高到 80%	文献[44]
	从植物油中提纯维生素 E 的分子蒸馏过程模拟	一步蒸馏就可将维生素 E 的浓度从 8% 提高到 40%	文献[45]
	分离大豆脱臭馏出物中的维生素 E	采用三级分子蒸馏, 得到纯度为 65% 的维生素 E, 回收率接近 90%	文献[46]
	维生素 K ₁ 的分离提纯	在蒸馏温度 160 °C、操作压力 0.5 Pa 和刮板转速 350 r/min 条件下蒸馏, 维生素 K ₁ 的纯度高达 93.20%	文献[47]
	分离维生素 D ₃ 和原维生素 D ₃	经过一级分子蒸馏, 维生素 D ₃ 和原维生素 D ₃ 的含量由 30% 提高到 75% 以上	文献[4]
天然色素分离纯化	从棕榈油中提取类胡萝卜素	类胡萝卜素含量超过 30 g/kg	文献[48-49]
	辣椒红色素的分离纯化	溶剂浸提后经普通真空蒸馏处理残留 1% ~ 2% 的溶剂, 但经分子蒸馏后, 残留溶剂小于 0.005%, 产品指标达到和超过了 FAO/WHO 和我国国家标准	文献[50]
	脱蜡的甜橙油中提取类胡萝卜素	不含外来有机溶剂, 产品色价较高	文献[51]

4 应用前景展望

在“崇尚天然、回归自然”的今天, 天然产品日益受到人们的欢迎, 然而, 许多天然产物在传统的加工过程中不可避免地受到高温、有机溶剂和化学制剂等的影响, 导致热敏性化学成分受到破坏或含有有害物质而失去其天然性。分子蒸馏技术适用于高沸点、热敏性天然产物的提取、分离和精制, 可尽量保持物料的纯天然性, 分子蒸馏技术具有加工温度低、无毒、无害、无残留物、无污染、分离效率高等特点。

综上所述, 作为一种特殊的高新分离技术, 分子蒸馏技术克服了传统分离提取方法的种种缺陷, 是常规真空蒸馏的有效补充。随着分子蒸馏技术研究的不断深入, 该技术必将会被越来越多地应用于天然产物的分离与提纯, 分子蒸馏技术及其工业化装置在现代天然产物分离、加工产业中将会得到越来越广泛的应用。

参考文献

- [1] 陈文伟, 陈钢, 高荫榆. 分子蒸馏的应用研究进展[J]. 西部粮油科技, 2003(5): 35-37.
- [2] 张忠义, 雷正杰, 王鹏, 等. 分子蒸馏及其应用[J]. 第一军医大学学报, 2000, 20(5): 413-414.
- [3] 王军武, 许松林, 徐世民, 等. 分子蒸馏技术的应用现状[J]. 化工进展, 2002, 21(7): 499-501.
- [4] 刘红梅. 分子蒸馏技术在天然产物分离与提纯方面的应用[J]. 河南化工, 2003(4): 10-12.
- [5] 祝顺琴, 谈锋. 分子蒸馏技术在天然产物分离中的应用[J]. 精细化工, 2004, 21(1): 46-50.
- [6] 刘华, 葛发欢. 分子蒸馏新技术在天然产物分离和其他领域中的应用[J]. 中药材, 1999, 22(3): 152-156.
- [7] 应安国, 叶伟东. 分子蒸馏技术的特点及其在医药领域中的应用进展[J]. 食品与药品, 2006, 8(12): 63-66.
- [8] 张守尧, 王鹏, 张忠义, 等. 超临界 CO₂ 萃取-分子蒸馏对当归的提取分离[J]. 解放军药理学学报, 2003, 19(5): 375-377.
- [9] 高英, 李卫民, 倪晨, 等. 分子蒸馏技术在分离苍术油有效部位中的应用[J]. 广州中医药大学学报, 2004, 21(6): 476-478.
- [10] 张忠义, 王鹏, 雷正杰, 等. 超临界 CO₂ 萃取-分子蒸馏对白术挥发油的提取分离和 GC-MS 分析[J]. 分析测试学报, 2003, 22(4): 61-

- 64.
- [11] 王鹏, 张忠义, 吴惠勤. 超临界 CO₂ 萃取-分子蒸馏对连翘挥发油的提取分离[J]. 中国医院药学杂志, 2002, 22(4): 253-254.
- [12] 陆生椿. 广藿香油的提取加工和成份研究[J]. 四川日化, 1996(3): 26-31.
- [13] 胡海燕, 彭劲甫, 黄世亮, 等. 分子蒸馏技术用于广藿香油纯化工艺的研究[J]. 中国中药杂志, 2004, 29(4): 320-322.
- [14] 王发松, 胡海燕, 黄世亮, 等. 姜油的分子蒸馏纯化与化学成分分析[J]. 中国医药工业杂志, 2003, 34(3): 125-127.
- [15] 郭晓玲, 冯毅凡, 梁汉明, 等. 川芎超临界 CO₂ 萃取物化学成分的 GC-MS 分析[J]. 中国医药工业杂志, 2005, 36(8): 472-474.
- [16] 任艳奎, 许松林, 栾礼侠. 应用分子蒸馏技术分离提纯玫瑰精油[J]. 应用化工, 2005, 34(8): 509-512.
- [17] 古维新, 张忠义, 周本杰, 等. 超临界 CO₂-分子蒸馏对独活化学成分萃取与分离[J]. 广东药学院学报, 2002, 18(2): 85-86.
- [18] 张忠义, 雷正杰, 王鹏, 等. 超临界 CO₂ 萃取-分子蒸馏对大蒜化学成分的提取与分离[J]. 分析测试学报, 2002, 21(1): 65-67.
- [19] 周本杰, 张忠义, 石勇, 等. 超临界 CO₂ 流体萃取与分子蒸馏联用技术提取分离川芎挥发性成分及其 GC-MS 分析[J]. 第一军医大学学报, 2002, 22(7): 652-653.
- [20] 王发松, 黄世亮, 胡海燕, 等. 柠檬醛分子蒸馏纯化新工艺与毛叶木姜子果油成分分析[J]. 天然产物研究与开发, 2002, 14(2): 55-57.
- [21] 黄敏, 钟振声. 肉桂醛分子蒸馏纯化工艺研究[J]. 林产化工通讯, 2005, 39(2): 13-16.
- [22] 陆韩涛, 程玉镜. 芳香油的分子蒸馏提纯[J]. 精细化工, 1993, 16(3): 44-47.
- [23] 张相年, 刘演波, 赵树进, 等. 从深海鱼油中制备提纯二十碳五烯酸(EPA)和二十二碳六烯酸(DHA)乙酯的研究[J]. 广东药学院学报, 1999, 15(3): 171-173.
- [24] 傅红, 裘爱咏. 分子蒸馏法制备鱼油多不饱和脂肪酸[J]. 无锡轻工大学学报, 2002, 21(6): 617-621.
- [25] 傅红, 裘爱咏. 分子蒸馏法富集鱼油 ω-3 脂肪酸[J]. 中国粮油学报, 2006, 21(3): 156-158.
- [26] LUCY SUN HWANG, JER-HOUR LIANG. Fractionation of ureapretreated squid visceral oil ethyl esters[J]. Journal of the American Oil Chemists Society, 2001, 78(5): 473-476.
- [27] 张新位, 胡德荣. 分子蒸馏技术浅释[J]. 首都师范大学学报: 自然科学版, 2006, 27(3): 45-47.
- [28] 许松林, 郑涛. 短程蒸馏提纯胡麻籽油中 α-亚麻酸的工艺研究[J]. 中草药, 2004, 35(3): 264-266.
- [29] 郑涛, 许松林. 分子蒸馏提纯 α-亚麻酸的研究[J]. 化学工业与工程, 2004, 21(1): 25-28.
- [30] 许松林, 郑涛, 徐世民. 精制 L-乳酸的分子蒸馏工艺研究[J]. 高校化学工程学报, 2004, 18(2): 246-249.
- [31] 李巧玲, 张朝珍. 分子蒸馏技术及在食品工业中的应用[J]. 中国食品添加剂, 2004(4): 94-97.
- [32] 马传国, 王兴国, 张根旺, 等. 分子蒸馏对高酸值花椒籽油脱酸的初步探讨[J]. 中国油脂, 2001, 26(3): 50-52.
- [33] MIRIAM MARTINELLO, GONZALO HECKER, MARIA DEL CARMEN PRAMPARO. Grape seed oil deacidification by molecular distillation: A-nalysis of operative variables influence using the response surface methodology[J]. Journal of Food Engineering, 2007, 81: 60-64.
- [34] XU S L, WANG J W, XU S M, et al. Purification of octacosanol by agitated short-path distillation[J]. Chin J Chem Eng, 2003, 11(4): 480-482.
- [35] 刘方波, 王兴国. 分子蒸馏技术分离米糠活性物质二十八烷醇的研究[J]. 中国油脂, 2006, 31(11): 50-52.
- [36] CHEN F, WANG Z F, ZHAO G H, et al. Purification process of octacosanol extracts from rice bran wax by molecular distillation[J]. Journal of Food Engineering, 2007, 79: 63-68.
- [37] CHEN F, CAI T Y, ZHAO G H, et al. Optimizing conditions for the purification of crude octacosanol extract from rice bran wax by molecular distillation analyzed using response surface methodology[J]. Journal of Food Engineering, 2005, 70: 47-53.
- [38] ARMANDO L, PAOLO B, CARLO M, et al. A new short path distillation system applied to the reduction of cholesterol in butter and lard[J]. Journal of the American Oil Chemists Society, 1994, 71(6): 609-614.
- [39] CERMAK S C, JOHN A L, EVANGELISTA R L. Enrichment of decanoic acid in cuphea fatty acids by molecular distillation[J]. Industrial Crops and Products, 2007, 26: 93-99.
- [40] 曹国锋, 龚仁, 刘红天. 脱臭馏出物中天然维生素 E 提取[J]. 粮食与油脂, 2001(5): 42-43.
- [41] JURAL LUTISAN, JAN CVENGROS. Mean free path of molecules on molecular distillation[J]. The Chemical Engineering Journal, 1995, 56(1): 39-50.
- [42] JIANG S T, SHAO P, PAN L J, et al. Molecular distillation for recovering tocopherol and fatty acid methyl esters from rapeseed oil deodoriser distillate[J]. Biosystems Engineering, 2006, 93(4): 383-391.
- [43] 赵国志. 油脂脱臭馏出物的回收和利用[J]. 中国油脂, 1997, 22(2): 51-53.
- [44] 栾礼侠, 许松林, 任艳奎. 分子蒸馏技术提纯天然维生素 E 的工艺研究[J]. 中国粮油学报, 2006, 21(6): 100-103.
- [45] BATISTELLA C B, MORAES E B, FILHO R M, et al. Molecular distillation - rigorous modeling and simulation for recovering vitamin E from vegetal oils[J]. Applied Biochemistry and Biotechnology, 2002, 98/100: 1187-1206.
- [46] SHIMADA Y, NAKAI S, SUENAGA M, et al. Facile purification of tocopherols from soybean oil deodorizer distillate in high yield using lipase[J]. Journal of the American Oil Chemists Society, 2000, 77(10): 1009-1013.
- [47] 闫广, 李庆生, 尹侠. 分子蒸馏法提纯维生素 K₁ 的研究[J]. 过滤与分离, 2004, 14(2): 14-17.
- [48] BATISTELLA C B, MACIEL M R W. Recovery of carotenoids from palm oil by molecular distillation[J]. Computers and Chemical Engineering, 1998, 22(1): 53-60.
- [49] BATISTELLA C B. Molecular distillation process for recovering biodiesel and carotenoids from palm oil[J]. Applied Biochemistry and Biotechnology, 2002, 98/100: 1149-1159.
- [50] 陆韩涛, 程玉镜. 利用分子蒸馏精制植物精油[J]. 精细化工, 1998, 21(10): 44-46.
- [51] 钟耕, 吴永娴, 曾几坤. 从甜橙油中提取类胡萝卜素工艺及其性质研究[J]. 四川日化, 1995(3): 6-9.

(上接第 9835 页)

表 4 含量测定结果

Table 4 Determination results of the content

序号 No.	取样量/g Sampling amount	样品含量//mg/袋 Sample content
39.6	0.409 1	39.9
2	0.407 6	39.6
3	0.410 3	40.3
4	0.406 5	39.3
5	0.405 8	39.1

药苷含量基本稳定, 故选择超声时间为 30 min.

2.10 测定波长选择 结果表明, 在 231 nm 波长处有最大吸收, 考虑到与药典方法的一致性, 选用 230 nm 为吸收波长.

2.11 流动相选择 结果表明, 以乙腈-水调至 15:85 时,

芍药苷与周围杂质峰能达到基线分离, 而且经济, 更易于操作, 故选用乙腈-水(15:85)为洗脱剂.

3 结论与讨论

(1) 芍药苷在 0.16~0.83 μg 范围内与峰面积呈良好线性关系, 加样回收率为 99.20%, RSD 为 1.2% (n=6).

(2) 采用 RP-HPLC 法对健肝乐颗粒中芍药苷进行含量测定, 具有操作简单、准确、重复性好、精密度高、专属性强的特点, 可用于健肝乐颗粒的质量检测.

参考文献

- [1] 中华人民共和国国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S] 2005 年版. 北京: 化学工业出版社, 2005: 一部 68-69.
- [2] 陈春水, 庞晓华. RP-HPLC 法测定当归芍药散中芍药苷的含量[J]. 药物研究, 2008, 5(13): 30-31.
- [3] 陈金震, 吕晓霞, 彭禹. HPLC 法检测阑尾灵颗粒芍药苷含量的方法的建立[J]. 中国新技术新产品, 2008, (10下): 96.