



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103940654 B

(45)授权公告日 2016.08.24

(21)申请号 201410188352.4

(22)申请日 2014.05.06

(73)专利权人 山东师范大学

地址 250014 山东省济南市历下区文化东路88号

(72)发明人 高文芳 刘代成

(74)专利代理机构 济南圣达知识产权代理有限公司 37221

代理人 彭成

(51) Int. Cl.

G01N 1/28(2006.01)

G01N 30/90(2006.01)

(56)对比文件

CN 1987450 A, 2007.06.27, 全文.

CN 101865888 A, 2010.10.20, 全文.

CN 103497171 A, 2014.01.08, 全文.

US 2012/0130094 A1, 2012.05.24, 全文.

向慧敏 等. 维生素E检测技术的研究进展.

《中国食品添加剂》. 2011, 第180-187页.

左景善 等. 薄层扫描法和荧光法测定油料和食品中维生素E. 《营养学报》. 1983, 第5卷(第3期), 第289-297页.

审查员 朱玫洁

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

从废白陶土中提取维生素E的方法及薄层层析检测方法

(57)摘要

本发明公开了一种从油脂加工废白陶土中提取维生素E的方法, 取油脂加工工艺中使用后的废白陶土, 加入95%的乙醇溶液, 超声提取3次; 合并上层溶液, 离心, 蒸除溶剂, 加入正己烷, 回流萃取, 静置分层, 取上层正己烷层, 蒸除正己烷即得维生素E。本发明还提供了一种维生素E的薄层层析扫描检测方法: (1)薄层层析: 将样品液, 以及维生素E油标准液点于同一块高效薄层硅胶板上, 预平衡20分钟, 将板放入展开缸, 上行展开, 取出晾干, 再次展开, 取出晾干, 浓硝酸显色; (2)薄层扫描, 检测计算得到维生素E标准品溶液质量和峰面积积分值的关系的回归方程, 然后计算出样品液中维生素E的质量浓度。具有简单、快速、准确、可靠、稳定等优点。

1. 一种从油脂加工废白陶土中提取维生素E的方法,其特征在于:步骤如下:

取油脂加工工艺中使用后的废白陶土50g,加入200~400ml 95%的乙醇溶液,20KHZ、300~700W超声12~24分钟,静置,取上层溶液,沉淀的白陶土再以相同方法提取2次;合并上层溶液,离心,取上清液,蒸除上清液中的乙醇、水,加入100~300ml正己烷,回流萃取2~4小时,静置分层,取上层正己烷层,蒸除正己烷,即得维生素E。

2. 一种维生素E的薄层层析扫描检测方法,其特征在于:步骤如下:

(1)薄层层析:将2 μ l样品液,以及体积分别为2,2.5,3,3.5,4,4.5,5.5 μ l的维生素E油标准液点于同一块高效薄层硅胶板GF254上,展开剂为正己烷-乙醚混合液,预平衡20分钟,将板放入展开缸,上行展开,展距6cm,取出晾干,再次放入预平衡20分钟的展开缸中,展距8cm,取出晾干,浓硝酸显色,105℃显色20分钟;

(2)薄层扫描:用薄层层析扫描仪进行扫描,扫描波长为500nm;得到薄层扫描峰面积积分值,检测计算得到维生素E标准品的质量和峰面积积分值的关系的回归方程,然后根据样品液的峰面积积分值计算出样品液中维生素E的质量,进而得到维生素E的质量浓度;

所述样品液是通过以下方法制备得到的:取油脂加工工艺中使用后的废白陶土50g,加入200~400ml 95%的乙醇溶液,20KHZ、300~700W超声12~24分钟,静置,取上层溶液,沉淀的白陶土再以相同方法提取2次;合并上层溶液,离心,取上清液,蒸除上清液中的乙醇、水,加入100~300ml正己烷,回流萃取2~4小时,静置分层,取上层正己烷层,蒸除正己烷,用无水乙醇溶解至5ml,得样品液。

3. 根据权利要求2所述的维生素E的薄层层析扫描检测方法,其特征在于:所述维生素E油标准液是通过以下方法制备得到的:精密称取维生素E油标准品0.02g,加入无水乙醇定容至4ml,制成浓度为0.005g/ml的标准液。

4. 根据权利要求2所述的维生素E的薄层层析扫描检测方法,其特征在于:所述回归方程 $Y=882.558+396.961X$, $r=0.99904$, $RSD=1.44\%$;以维生素E标准品的质量为X,峰面积积分值为Y。

从废白陶土中提取维生素E的方法及薄层层析检测方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种从油脂加工废白陶土中提取维生素E的方法,以及维生素E的薄层层析扫描检测方法。

背景技术

[0002] 维生素E(Vitamin E,简称VE),又称生育酚,天然维生素E广泛存在于各种植物中,尤其是油料作物中,如大豆油、菜籽油、棉籽油、米糠油和葵花籽油等均有较高含量。

[0003] 维生素E具有以下多种功能:①医药:维生素E是细胞内的抗氧化剂,对胃癌、子宫癌、乳腺癌、肺癌、咽喉癌等多种癌症具有积极的治疗作用;可用于妇科疾病的治疗,在临床上,可以防止早产、流产,对不妊症患者基础体温的改善、更年期综合症等都有一定的效果;对动脉硬化、冠心病、血栓、内分泌机能衰退、肌肉萎缩、贫血、脑软化、肝病等许多方面均有很好的医用价值。②食品:在食品方面,维生素E主要用脂肪和含油食品的抗氧化剂,保持加工食品稳定持久的新鲜风味,更适用于生产各种功能保健强化食品,特别是用作婴幼儿食品的抗氧化剂。③化妆品:天然维生素E易被皮肤吸收,能促进皮肤的新陈代谢和防止色素沉积,改善皮肤弹性,具有美容、护肤防衰老的特殊功能。④其他:维生素E作为饲料添加剂,作为食品工业塑料薄膜等制品的抗氧化剂等。鉴于天然维生素E在各行业广泛应用和市场需求量持续增长,一直是竞相生产开发的热点产品。

[0004] 植物油精炼一般包括脱胶、脱酸、脱色、脱臭等工序,在精炼同时会产生大量加工副产物,主要为油脚、皂脚、脱色废白陶土、脱臭馏出物等。对废白陶土进行超声处理,不仅可以提取其中的维生素E,而且可以使白陶土得以重新使用。

[0005] 发明内容 本发明提供了一种从油脂加工废白陶土中提取维生素E的方法,以及维生素E的薄层层析扫描检测方法。

[0006] 本发明是通过以下技术方案实现的:

[0007] 一种从油脂加工废白陶土中提取维生素E的方法,步骤如下:

[0008] 取油脂加工工艺中使用后的废白陶土50g,加入200~400mL 95%(体积百分数)的乙醇溶液,20KHZ(聚能式超声仪)、300~700W超声12~24分钟,静置一小时,取上层溶液,沉淀的白陶土再以相同方法提取2次;合并上层溶液,离心,取上清液,蒸除上清液中的乙醇、水,加入100~300mL正己烷,回流萃取2~4小时,静置分层,取上层正己烷层,蒸除正己烷,即得维生素E;用无水乙醇溶解至5mL,得样品液,用于下述的检测。

[0009] 一种维生素E的薄层层析扫描检测方法,步骤如下:

[0010] (1)薄层层析:将2 μ L样品液,以及体积分别为2,2.5,3,3.5,4,4.5,5.5 μ L的维生素E油标准液点于同一块高效薄层硅胶板GF254(10cm \times 10cm)上,展开剂为正己烷-乙醚混合液,混合液中,二者体积比为5.5:4.5,预平衡20分钟,将板放入展开缸(12cm \times 15cm \times 10cm),上行展开,展距6cm,取出晾干,再次放入预平衡20分钟的展开缸中,展距8cm,取出晾干,浓硝酸显色,105 $^{\circ}$ C显色20分钟;

[0011] (2)薄层扫描:用薄层层析扫描仪进行扫描,扫描速度为20mm/s,数据分辨率为

50um/step,照射灯为钨灯,扫描波长为500nm;得到薄层扫描峰面积积分值,以维生素E标准品的质量(ug)为横坐标(X),峰面积积分值为纵坐标(Y),检测计算得到维生素E标准品溶液质量和峰面积积分值的关系的回归方程(通过薄层色谱仪管理软件winCATS1.4.1计算出,为常规手段),然后根据样品液的峰面积积分值计算出样品液中维生素E的质量浓度。

[0012] 进一步地,所述回归方程 $Y=882.558+396.961X$, $r=0.99904$, $RSD=1.44\%$ 。

[0013] 所述维生素E油标准液是通过以下方法制备得到的:精密称取维生素E油标准品0.02g,加入无水乙醇定容至4ml,制成浓度为0.005g/ml的标准液。

[0014] 本发明的从油脂加工废白陶土中提取维生素E的方法,超声提取是关键技术之一。本发明的发明人曾对超声料液比、超声功率、超声时间、萃取溶剂量、回流萃取时间进行实验,结果表明,4~8倍料液比、超声功率300~700W、超声时间12~24分钟、2~6倍萃取溶剂量、2~4小时回流萃取时间,对油脂加工工艺中的废白陶土维生素E的提取效果最佳。本发明的维生素E的薄层层析扫描检测方法,具有简单、快速、准确、可靠、稳定等优点。

[0015] 植物油精炼一般包括脱胶、脱酸、脱色、脱臭等工序,在精炼同时会产生大量加工副产物,主要为油脚、皂脚、脱色废白陶土、脱臭馏出物等。从植物油加工副产物中提取天然生育酚,对充分开发我国油料资源、提高油脂企业经济效益有着显著意义。对油脂加工工艺中使用后的废白陶土进行超声提取处理,既可以回收利用白陶土,又可以充分利用吸附物,具有较高的经济效益。

具体实施方式

[0016] 下面结合实施例对本发明作进一步的说明。

[0017] 实例1提取维生素E并进行检测

[0018] 称取油脂加工工艺中使用后的废白陶土50g,加入300ml95%的乙醇溶液,20KHZ(聚能式超声仪)、500W超声18分钟,静置一小时,取上层溶液,沉淀的白陶土再以相同方法提取2次,合并上层溶液,对上层液离心,取上清液。蒸除上清液中的乙醇、水,加入200ml正己烷回流萃取3小时,静置分层,取上层正己烷层。蒸除正己烷后用无水乙醇溶解至5ml,得5ml样品液。

[0019] 精密称取维生素E油标准品0.02g,加入无水乙醇定容至4ml,制成浓度为0.005g/ml的标准液。将2ul样品液,以及体积分别为2,2.5,3,3.5,4,4.5,5.5ul的标准液点于同一块高效薄层硅胶板GF254(10cm×10cm)上,展开剂为正己烷-乙醚混合液,混合液中,二者体积比为5.5:4.5,向展开缸加入展开剂,预平衡20分钟,将板放入展开缸(12cm×15cm×10cm),上行展开,展距6cm,取出晾干,再次放入预平衡20分钟的展开缸中,展距8cm,取出晾干,浓硝酸显色,105℃显色20分钟。可见标准品和样品在同一水平上两个点对齐, $R_f=0.85$ 。

[0020] 薄层扫描:用薄层层析扫描仪进行扫描,扫描速度为20mm/s,数据分辨率为50um/step,照射灯为钨灯,扫描波长为500nm。薄层扫描峰面积积分值,以维生素E标准品的质量(ug)为横坐标(X),峰面积积分值为纵坐标(Y),检测计算得到维生素E标准品溶液质量和峰面积积分值的关系的回归方程 $Y=882.558+396.961X$, $r=0.99904$, $RSD=1.44\%$ 。结果表明,样品液在10~27.5ug线性良好,2ul样品液中维生素E的含量为10.29ug,经计算5ml提取液中含维生素E25.725mg,即50g废白陶土中维生素E的含量为25.725mg。维生素E $R_f=$

0.85。

[0021] 实例2提取维生素E并进行检测

[0022] 称取油脂加工工艺中使用后的废白陶土50g,加入200ml95%的乙醇溶液,20KHZ(聚能式超声仪)、400W超声15分钟,静置一小时,取上层溶液,沉淀的白陶土再以相同方法提取2次,合并上层溶液,对上层液离心,取上清液。蒸除上清液中的乙醇、水,加入150ml正己烷回流萃取2小时,静置分层,取上层正己烷层。蒸除正己烷后用无水乙醇溶解至5ml,混匀得5ml样品液。

[0023] 检测步骤同实施例1,经检测计算,5ml样品液(即50g废白陶土)含维生素E平均为25.704mg。

[0024] 实例3提取维生素E并进行检测

[0025] 称取油脂加工工艺中使用后的废白陶土50g,加入400ml95%的乙醇溶液,20KHZ(聚能式超声仪)、600W超声21分钟,静置一小时,取上层溶液,沉淀的白陶土再以相同方法提取2次,合并上层溶液,对上层液离心,取上清液。蒸除上清液中的乙醇、水,加入250ml正己烷回流萃取4小时,静置分层,取上层正己烷层。蒸除正己烷后用无水乙醇溶解至5ml,混匀得5ml样品液。

[0026] 检测步骤同实施例1,经检测计算,5ml样品液(即50g废白陶土)含维生素E平均为25.712mg。