

Лабораторный Анализ – Масло Семян Конопли

Описание образца(ов)

Наименование образца: Масло семян конопли

Тип образца: Растительное масло (экстракт scCO_2)

Научное название (сырья): *Cannabis sativa*

Количество и объём/масса образца(ов): Сверхкритический CO_2 экстракт

1 образец для определения жирных кислот (50.0 mg), 1 для определения токоферолов (витамин E; 100.0 mg)

Клиент: -

Применённые методы пробоподготовки и анализа

Дата анализа: 31.11.2023

Аналитик: д-р наук Deniz Can Köseoğlu

Пробоподготовка:

Жирные кислоты: Трансэстерификация гидроксидом калия и метилспиртовым раствором трифторида бора

Витамин E: Экстракция метиловым спиртом в соотношении 1:100 (w/v)

Анализы и дополнительные услуги:

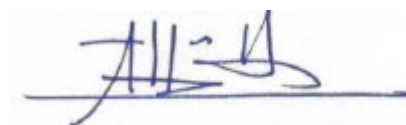
Тестовая сверхкритическая экстракция (CO_2) и определение выхода экстракта (%)

Анализ метилэстеров жирных кислот методами ГХ-МС и ГХ-ПИД

Анализ методом ВЭЖХ-ДАД (витамин E)

Проверено и одобрено:

Altra Flora Doğal Bitki Ürünleri
San. TİC. A.Ş.
Zafer Mahallesi 1033 Sokak Kapı No:16/A
Merkezeafendi - DENİZLİ
Telefon: 0 538 051 74 05
Gökpinar V.D. 065 083 2816



Профессор Abdullah Akdoğan

Этот отчет не может быть опубликован, в том числе в Интернете, без письменного разрешения AltraFlora A.Ş. Результаты, представленные в отчете, описывают только образцы, прошедшие тестирование.

Экстракт СКЭ, семена конопли (*Cannabis sativa*)

Данный отчёт был подготовлен для -.

Трансэстерификация жирных кислот (ЖК) и ГХ метилэстеров пламенно-ионизационным и массовым спектрометрическим детекторами

Образец экстракта (100.4 ± 0.1 мг) был помещён во флакон (40 мл) из затемнённого стекла. После добавления метилоспиртового 4 мл раствора гидроксида калия (KOH, 0.5 M), крышка флакона была закрыта и раствор был перемешан магнитной мешалкой при температуре ≥ 80 °C в течении 2 мин. Перемешка была продолжена в течении 1 минуты после добавления 5 мл раствора трифторида бора (14% v/v в метиловом спирте). После во флакон были добавлены 5 мл гептана и раствор вновь перемешан при 80 °C (1 мин). После охлаждения при комнатной температуре, были добавлены 15 мл насыщенного раствора хлорида натрия (NaCl) с последующим встряхиванием флакона. После, 1 мл супернатанта (раствор метилэстеров в гептане) был взят для анализа газовой хроматографией (ГХ).

Для анализа полученных метилэстеров жирных кислот использовалось следующее оборудование и параметры: газовые хроматографы Shimadzu GC-2030 и Shimadzu QP-2020NX (ГХ-МС), неполярная колонка Rxi-5SilMS (30 м $\times$ 0.25 мм $\times$ 0.25 μ m), скорость тока водорода-носителя 2.0 мл/мин, скорости тока вспомогательных газов пламенно-ионизационного детектора 32 мл/мин (водород), 30 мл/мин (азот), и 350 мл/мин (воздух). Температура инжектора и детектора 260 °C и 280 °C соответственно. Температура источника ионов МС-детектора 230 °C. Коэффициент деления потока 70. Объём инъекции 1 μ л. Температурная программа: 50 °C (удерживается 1 мин), 140 °C (+10 °C/мин), 260 °C (+3 °C/мин, удерживается 5 мин). Соотношение жирных кислот (%) было определено ГХ-ПВД основываясь на площади пиков.

Пробоподготовка токоферолов (витамина Е) и анализ жидкостной хроматографией (ВЭЖХ-ДАД)

Образец экстракта (100.0 ± 0.1 мг) был разведён в метиловом спирте в соотношении 1:100 (w/v) в затемнённой центрифужной пробирке объёмом 50 мл, взболтан вручную (1 мин), обработан в ультразвуковой ванне (30 мин), и центрифугирован (5000 об/мин, 3 мин). После, 1 мл супернатанта был взят для анализа ВЭЖХ-ДАД (объём инъекции 10 мкл).

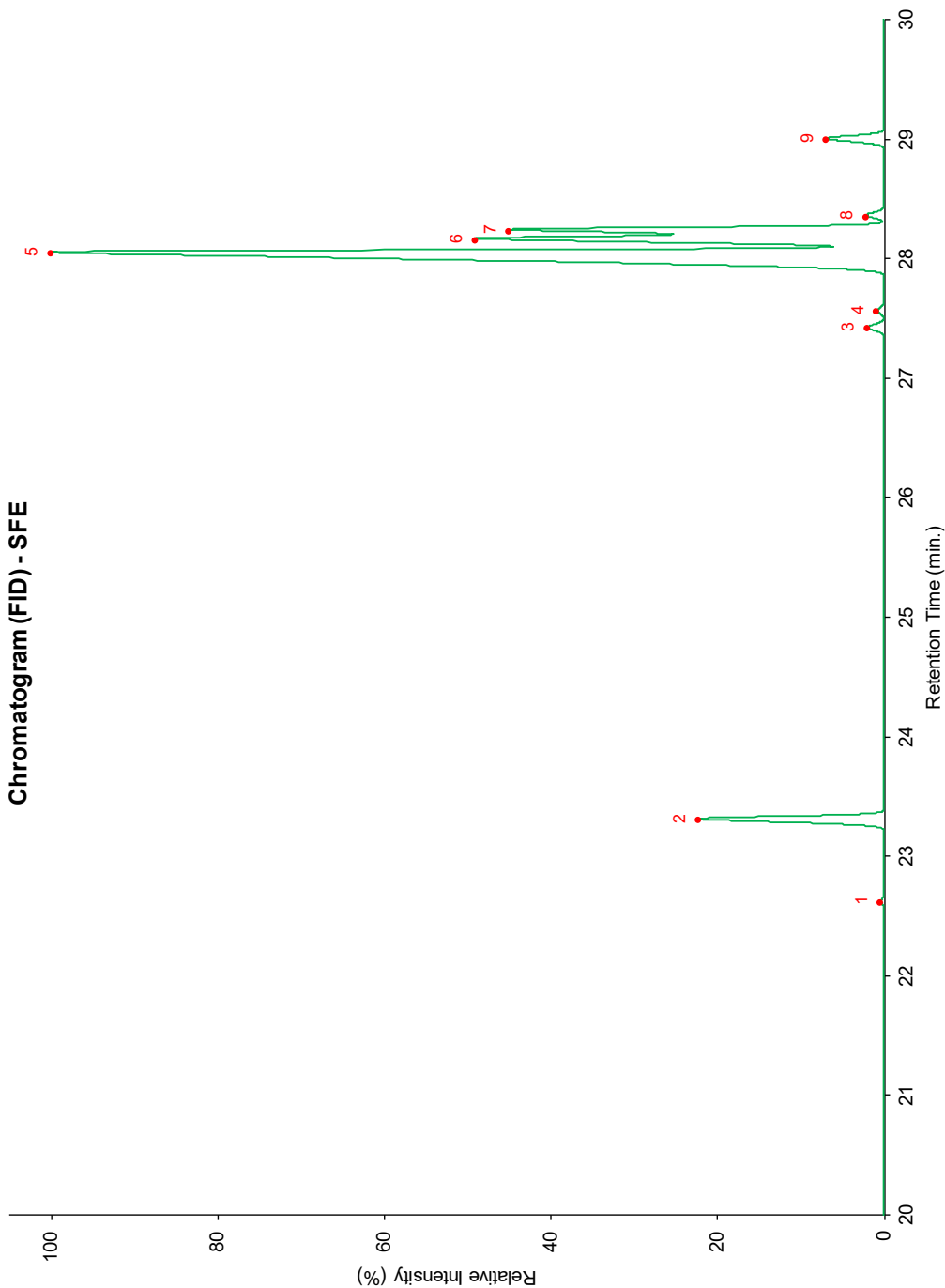
Для анализа полученного раствора витамина Е использовалось следующее оборудование и параметры: жидкостный хроматограф Shimadzu i-Series LC-2050-3D с диодным детектором, колонка C₁₈ (250 $\times$ 4.6 мм, 5 мкм) при температуре 30 °C, изократическое элюирование раствором ацетонитрила:метанола (30:70 v/v, 1.0 мл/мин) в течении 24 мин. Измерение площади пиков проводилось при длине волны в 291 нм. Калибровка проводилась с помощью серии растворов альфа- (10–50 млн⁻¹) и гамма-токоферола (100–500 млн⁻¹).

Определение процентного соотношения метилэстеров жирных кислот методом ГХ-ПВД

Название кислоты	CAS	Тип кислоты	ВУ* (мин)	Соотношение (%)
C16:0 (пальмитовая)	57-10-3	НЖК	23.313	7.64
C18:2ω6 (линолевая)	60-33-3	ПНЖК	28.056	54.77
C18:3ω3 (альфа-линоленовая)	463-40-1	ПНЖК	28.171	18.46
C18:1ω9 (олеиновая)	112-80-1	МНЖК	28.245	13.71
C18:0 (стеариновая)	57-11-4	НЖК	29.007	2.45

*Время удерживания (мин)

Хроматограмма метилэстеров жирных кислот (ГХ-ПВД)



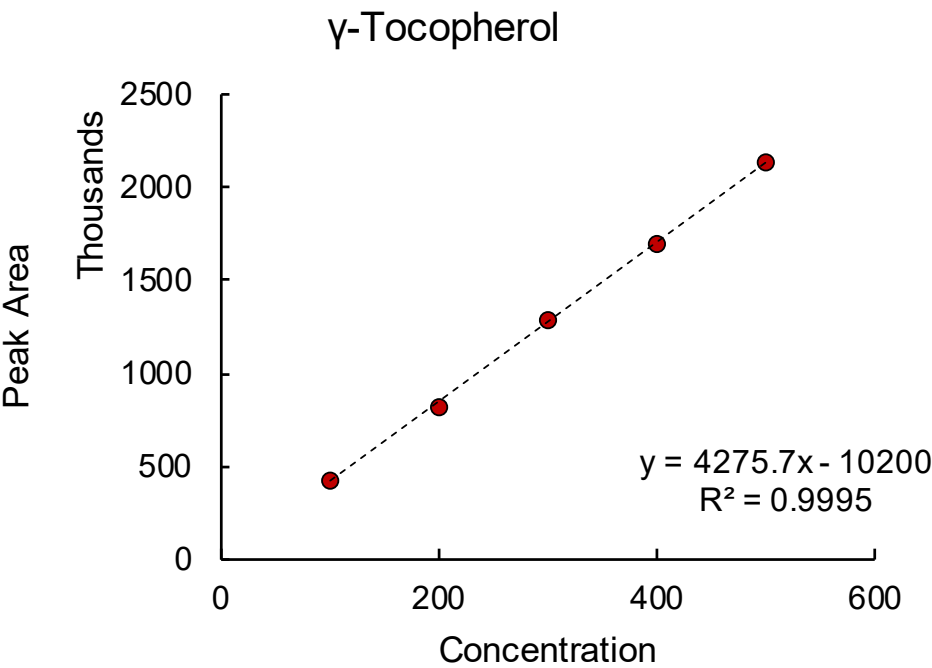
Экстракт СКЭ, семена конопли (*Cannabis sativa*)
Данный отчёт был подготовлен для -.

Калибровочные данные ВЭЖХ-ДАД (токоферолы)

Название	CAS	Концентрация (млн ⁻¹)	ВУ* (мин)	Площадь пика
γ-Токоферол	54-28-4	100	19.285	425020
		200	19.283	824539
		300	19.284	1292061
		400	19.285	1691580
		500	19.282	2129350

* Время удерживания (мин)

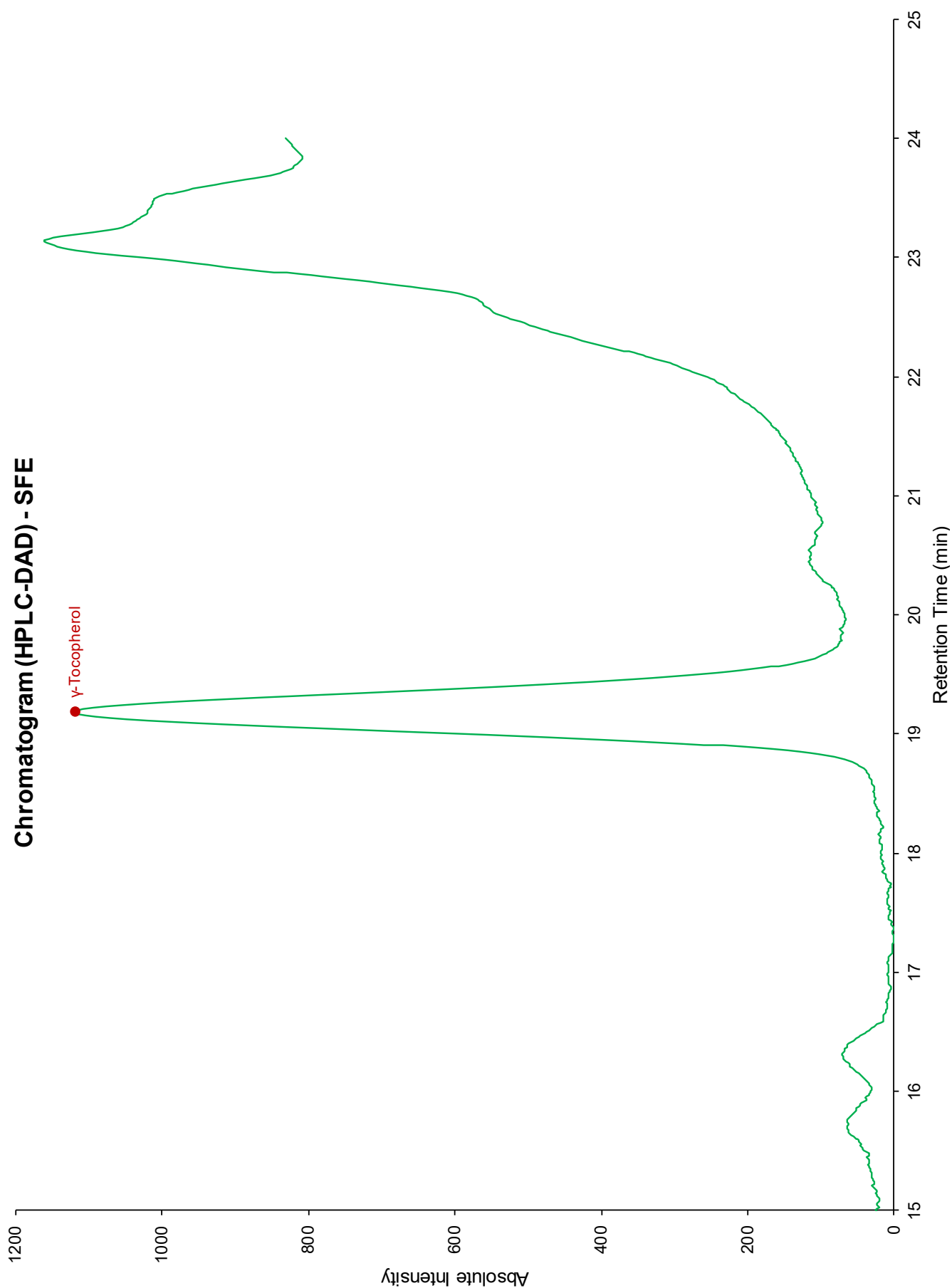
Калибровочные графики ВЭЖХ-ДАД (токоферолы)



Определение концентрации методом ВЭЖХ-ДАД (токоферолы)

Название	CAS	ПП*	В экстракте (млн ^{-1**})
γ-Токоферол	54-28-4	26364	855.17

*Площадь пика; **Или мг/кг



Экстракт СКЭ, семена конопли (*Cannabis sativa*)

Данный отчёт был подготовлен для -.

Дополнительные данные

Выход сверхкритической экстракции (300 бар, 40 °С, чистый CO₂): 34.17 г из 158.93 г семян (21.5 %)