

Лабораторный Анализ – Экстракты СКЭ

Описание образца(ов)

Наименование образца: Экстракт плодов шиповника

Тип образца: Экстракт сверхкритическим CO₂

Научное название (сырья): *Rosa canina*

Дата производства: -

Объём/масса образца: 4.48 г (взято для анализа три образца, 19.3 мг, 100.0 мг и 100.8 мг)

Клиент: -

Применённые методы пробоподготовки и анализа

Дата анализа: 14.01.2024

Аналитик: д-р наук Deniz Can Köseoğlu

Пробоподготовка:

Жирные кислоты: Трансэстерификация гидроксидом калия и метилоспиртовым раствором трифторида бора

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

Каротиноиды: Мягкая сапонификация гидроксидом калия и экстракция гексаном в соотношении 1:600 (w/v)

Анализы и дополнительные услуги:

Тестовая сверхкритическая экстракция (CO₂) и определение выхода экстракта (%)

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

Анализ методом ВЭЖХ-ДАД (бета-каротин, витамин Е)

Проверено и одобрено:

Altra Flora Doğal Bitki Ürünleri
San. T.İ.Ş.
Zafer Mahallesi 1033 Sokak Kapı No:16/A
Merkezeefendi - DENİZLİ
Telefon: 0 538 051 74 05
WhatsApp 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, плоды шиповника (*Rosa canina*), сверхкритический CO₂

Данный отчёт был подготовлен для -.

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

Образец экстракта (100.8 ± 0.1 мг) был помещён во флакон (40 мл) из затемнённого стекла. После добавления метилоспиртового 4 мл раствора гидроксида калия (KOH, 0.5 М), 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 м), 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-ПИД 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 C_{18} (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).

Пробоподготовка и анализ бета-каротина жидкостной хроматографией (ВЭЖХ-ДАД)

Образец экстракта (19.3 ± 0.1 мг) был помещён во флакон из затемнённого стекла и разведён в 10 мл подвижной фазы ВЭЖХ (75:20:5 ацетонитрил:метанол:дихлорметан, v/v/v). После добавления 10 мл метилоспиртового раствора гидроксида калия (KOH, 1.78 М), образец был перемешан на магнитной мешалке в течении 1 часа при комнатной температуре. Были добавлены 2 мл насыщенного раствора хлорида натрия и проведена экстракция гексаном (20 мл) трижды. Комбинированный растворитель был испарён на роторном испарителе (40 °C, 150 мбар) и экстракт бета-каротина перенесён в 10 мл подвижной фазы. Аликвота раствора (1 мл) была взята для анализа ВЭЖХ-ДАД (объём инъекции 20 мкл).

Для анализа полученного раствора бета-каротина использовалось следующее оборудование и параметры: жидкостный хроматограф Shimadzu i-Series LC-2050-3D с диодным детектором, колонка C_{18} (250 $\times$ 4.6 мм, 5 мкм) при температуре 30 °C, изократическое элюирование (2.0 мл/мин) в течении 25 мин. Измерение площади пиков проводилось при длине волны в 445 нм. Калибровка проводилась с помощью серии растворов бета-каротина (50–250 млн⁻¹).

Экстракт СКЭ, плоды шиповника (*Rosa canina*), сверхкритический CO₂

Данный отчёт был подготовлен для -

Идентификация метилэстеров жирных кислот методом ГХ-МС

Название кислоты	CAS	Тип кислоты	ВУ* (мин)	Соотношение (%)
C16:0 (пальмитовая)	57-10-3	НЖК	21.71	2.30
C18:2ω6 (линолевая)	60-33-3	ПНЖК	26.394	27.83
C18:3ω3 (альфа-линоленовая)	463-40-1	ПНЖК	26.511	16.47
C18:1ω9 (олеиновая)	112-80-1	МНЖК	26.611	51.77
C18:0 (стеариновая)	57-11-4	НЖК	27.384	1.63

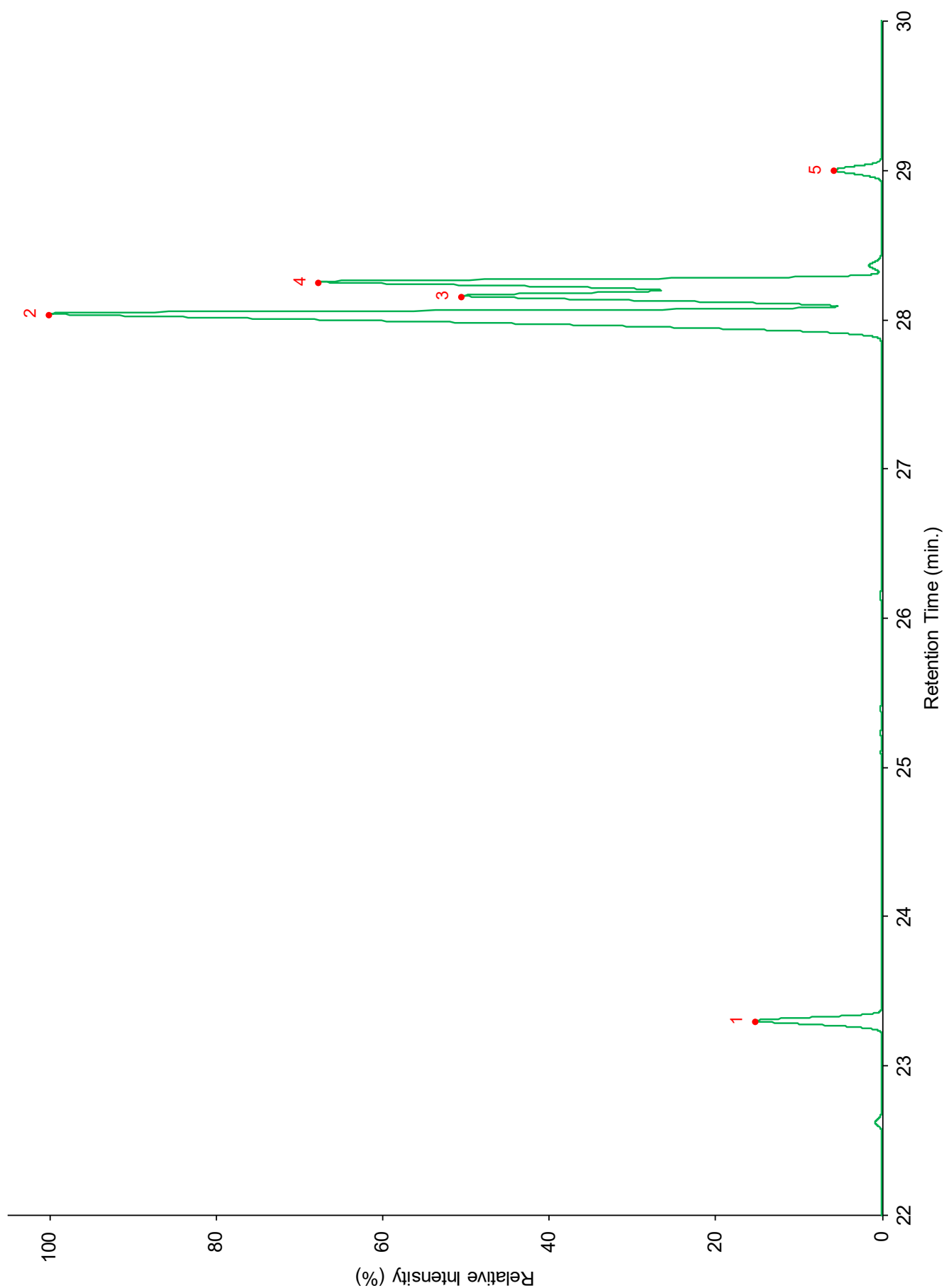
*Время удерживания (мин)

Определение процентного соотношения метилэстеров жирных кислот методом ГХ-ПВД

Название кислоты	CAS	Тип кислоты	ВУ* (мин)	Соотношение (%)
C16:0 (пальмитовая)	57-10-3	НЖК	23.303	4.97
C18:2ω6 (линолевая)	60-33-3	ПНЖК	28.041	50.83
C18:3ω3 (альфа-линоленовая)	463-40-1	ПНЖК	28.161	19.39
C18:1ω9 (олеиновая)	112-80-1	МНЖК	28.255	22.75
C18:0 (стеариновая)	57-11-4	НЖК	29.004	2.06

*Время удерживания (мин)

Хроматограмма метилэстеров жирных кислот (ГХ-ПВД)



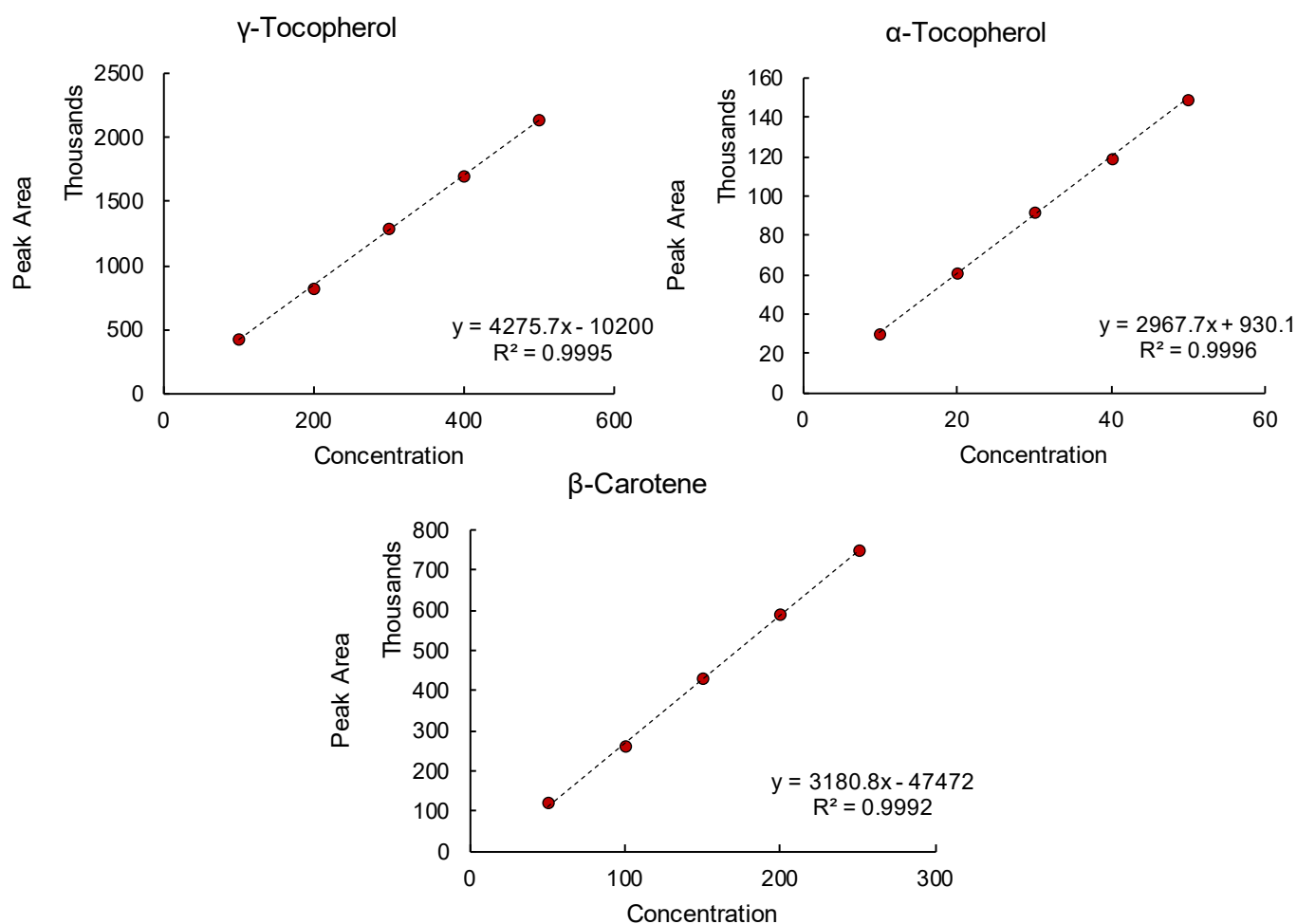
Экстракт СКЭ, плоды шиповника (*Rosa canina*), сверхкритический CO₂
Данный отчёт был подготовлен для -.

Калибровочные данные ВЭЖХ-ДАД (токоферолы и бета-каротин)

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
α-Токоферол	10191-41-0	10	22.517	30007
		20	22.515	60314
		30	22.516	91521
		40	22.518	118827
		50	22.514	149135
β-Каротин	7235-40-7	50	21.952	119854
		100	21.973	259976
		150	21.984	428000
		200	21.984	590686
		250	21.955	749687

*Время удерживания (мин)

Калибровочные графики ВЭЖХ-ДАД (токоферолы и бета-каротин)



Экстракт СКЭ, плоды шиповника (*Rosa canina*), сверхкритический CO₂

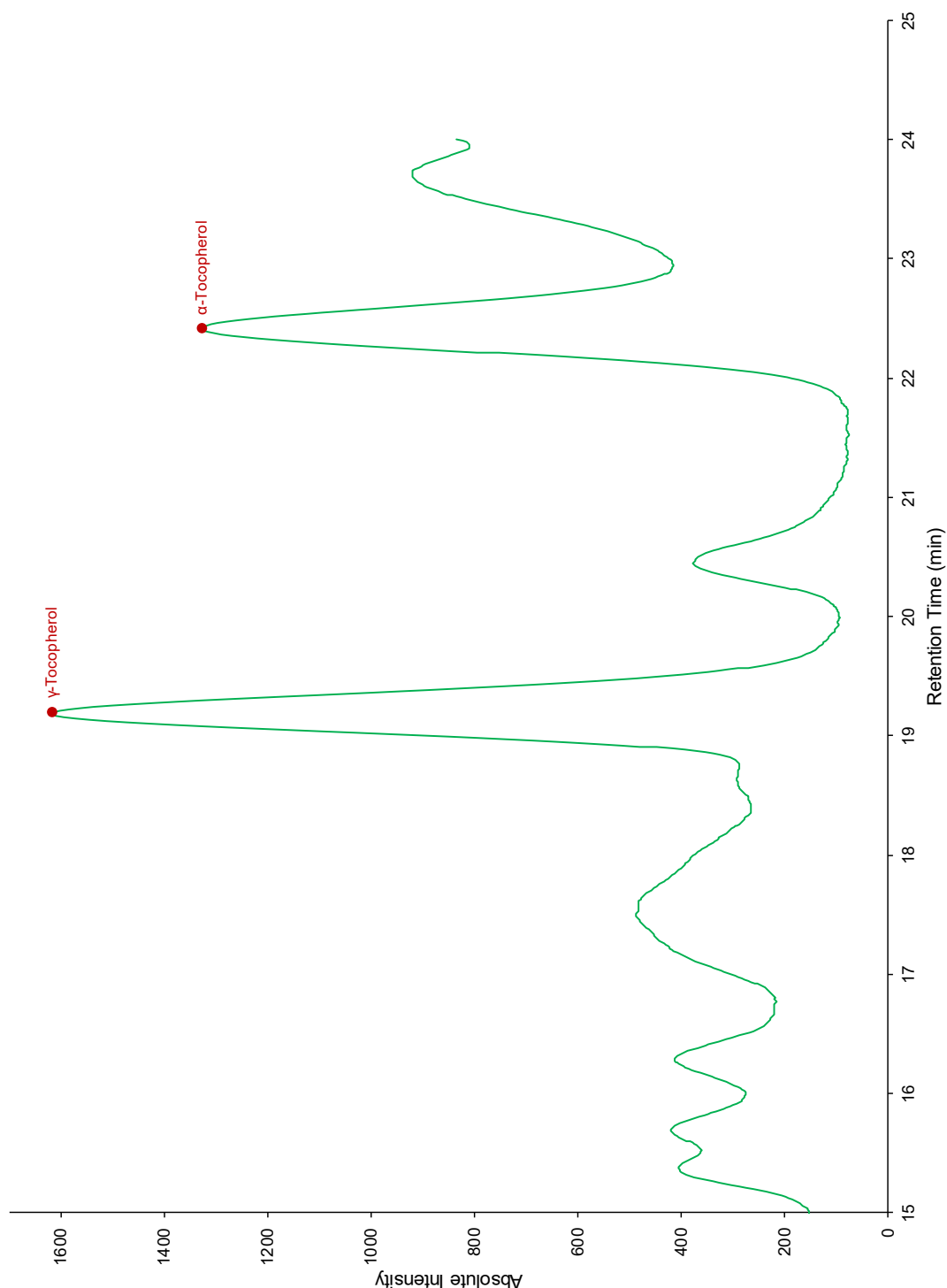
Данный отчёт был подготовлен для -.

Определение концентрации методом ВЭЖХ-ДАД (токоферолы и бета-каротин)

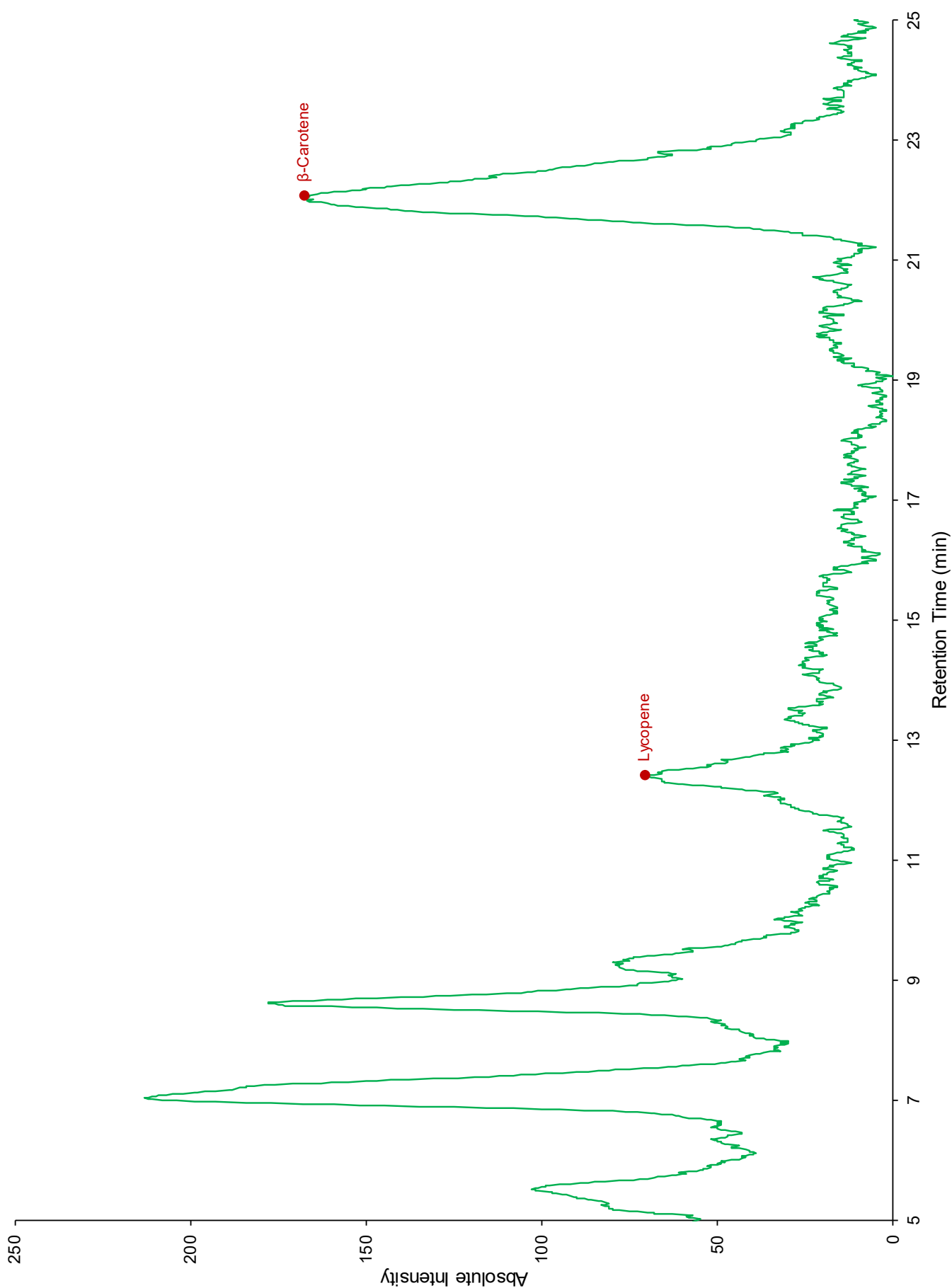
Название	CAS	ПП*	В образце (млн ⁻¹ **)	В экстракте (млн ⁻¹)	В сухой массе (млн ⁻¹)
γ-Токоферол	54-28-4	35727	10.74	1074.15	29.86
α-Токоферол	10191-41-0	28624	9.33	933.18	25.94
β-Каротин	7235-40-7	8758	12.20	9159.73	254.63

*Площадь пика; **Или мг/кг

Хроматограмма (ВЭЖХ-ДАД) – Токоферолы



Экстракт СКЭ, плоды шиповника (*Rosa canina*), сверхкритический CO₂
 Данный отчёт был подготовлен для -.



Экстракт СКЭ, плоды шиповника (*Rosa canina*), сверхкритический CO₂
Данный отчёт был подготовлен для -.

Дополнительные данные

Выход сверхкритической экстракции (300 бар, 40 °С, чистый CO₂): 4.48 г из 161.16 г плодов (2.78 %)