

微波辐照诱导萃取南瓜子油及其脂肪酸组成分析

Pumpkin Seed Oil Extracted by Microwave Method and Analysis of the Fatty Acid by GC-MS

周永红, 郭辰, 黄慧

ZHOU Yong-hong, GUO Chen, HUANG Hui

(广西大学化学化工学院, 广西南宁 530004)

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Guangxi University, Nanning, Guangxi, 530004, China)

摘要:采用微波辐照诱导萃取南瓜子油,并利用GC-MS对其脂肪酸进行化学成分分析和鉴定。结果得到,用微波辐照诱导萃取南瓜子油的最佳工艺条件是在微波功率900W下,用正己烷提取50s,南瓜子油得率为41%。南瓜子油中亚油酸含量高达56.54%,不饱和脂肪酸含量达到65.43%,是制备营养保健油的优质原料。微波提取的南瓜子油颜色澄清、香味自然,与其他提取方法相比,具有提取时间短、得率高等优点。

关键词:南瓜子油 脂肪酸 提取 微波

中图分类号:O657.63 **文献标识码:**A **文章编号:**1005-9164(2007)02-0147-03

Abstract: Pumpkin seed oil was extracted by the microwave method and the chemical components of fatty acids were analyzed by GC-MS. The results show that when pumpkin seeds were extracted at 900W with n-hexane for 50s, the obtained rate of pumpkin seeds oil is 41%. The relative contents of Linoleic acid from pumpkin seeds oil was up to 56.54% and the unsaturated fatty acids were 65.43%, they were the high quality material to make nutrimental and sanitarian oil. Pumpkin seeds oil extracted by microwave method is quite clear and fragrant. The microwave method has more advantages than the other extracting methods on shorter extracting time, higher obtained rate etc.

Key words: pumpkin seed oil, fatty acids, extraction, microwave

南瓜子又称南瓜仁、白瓜子、金瓜子。为葫芦科植物南瓜 (*Cucurbita moschata* Duch) 的成熟种子。中医史书《滇南本草》中记载:“南瓜性温、味甘无毒,入脾、胃二经,能润肺益气、化痰排脓、驱虫解毒,治咳嗽、哮喘、便秘等症^[1]。南瓜子富含人体必须的脂肪酸、氨基酸、植物甾醇、矿物及维生素等。是一味药食同源的传统中药,具有驱虫、降低胆固醇、抗炎抗氧化、缓解高血压、降低膀胱和尿道压力等作用,毒性很小,且其药效成份主要存在于南瓜子油中,临床上用于治疗绦虫病、血吸虫病、前列腺炎、前列腺增生、尿道结石等^[2]。本文应用微波辐照诱导萃取技术^[3],初步研究南瓜子油的提取方法,考察不同萃取条件对南瓜子油萃取率的影响,并利用GC-MS联用分析南瓜子油脂肪酸的

化学组成,为合理开发利用南瓜子油提供科学依据。

1 材料与方 法

1.1 材 料

南瓜子产于南宁市郊区,经广西大学刘雄民教授鉴定为葫芦科南瓜属植物南瓜 (*Cucurbita moschata* Duch) 的成熟种子。

1.2 仪 器

家用微波炉 (Galantz WD 900B), 输出: 微波 900W, 2450MHZ。

分析仪器: GC-MS/QP5050A 气相色谱-质联用仪 (日本岛津公司出品)。

1.3 方 法

(1) 称取 10g 南瓜子, 粉碎, 过 14 目筛。

(2) 选用石油醚 (60~90℃) 作溶剂进行微波萃取, 石油醚的介电常数较低, 微波很容易透过介质作用于植物原料。

收稿日期: 2006-11-02

修回日期: 2007-01-12

作者简介: 周永红 (1970-), 女, 高级工程师, 主要从事天然产物的研究、开发及仪器分析工作。

(3)将物料与 50ml 石油醚装入 200ml 锥形瓶,用保鲜薄膜封口,置于微波炉中进行微波萃取。

(4)过滤分离残渣,减压浓缩回收溶剂,得到南瓜子油。

(5)取南瓜子油 0.5g,加入 $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{KOH}-\text{CH}_3\text{OH}$ 溶液 4ml,置 60°C 水浴上皂化 30min(油珠完全消失),冷却后加入 $150\text{g} \cdot \text{L}^{-1}\text{BF}_3-\text{CH}_3\text{OH}$ 溶液 2ml,于 60°C 水浴上酯化 5min,冷却后加正己烷和饱和氯化钠水溶液各 2ml,取上清液供 GC-MS 分析^[4]。

2 结果与分析

2.1 萃取时间对南瓜子油得率的影响

在萃取时间为 50s 时,萃取介质开始出现沸腾现象,把萃取时间延长至 70s 的提取结果如图 1 所示。从图 1 可以看出,在萃取时间 50s 时南瓜子油得率最高(35%),随着介质的沸腾和提取时间的延长,特别是其中一些沸点较低的成分,可能随着介质的沸腾而挥发掉了。所以,在后面的实验中,选择萃取时间为 50 s。

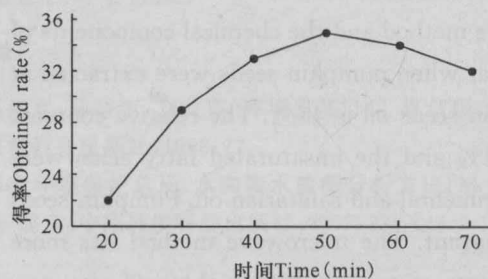


图 1 萃取时间对南瓜子油得率的影响

Fig. 1 Effect of time on obtained rate of pumpkin seed oil

2.2 微波功率对南瓜子油得率的影响

将萃取时间定为 50 s,随着微波功率的增强,南瓜子油的得率与功率的关系如图 2 所示。图 2 显示,在微波功率 900W 时,所得到的南瓜子油得率最高。

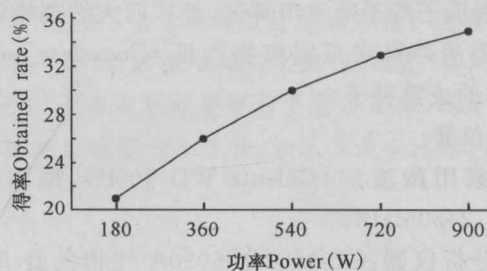


图 2 不同微波功率对南瓜子油得率的影响

Fig. 2 Effect of different microwave power on obtained rate of pumpkin seed oil

2.3 溶剂用量对南瓜子油得率的影响

图 3 结果显示,溶剂用量对南瓜子油得率的影响基本呈直线关系。增大溶剂与物料的比例,南瓜子油

得率有所增加,但增加幅度不大,且容易造成溶剂浪费,所以在实验中选择溶剂:物料=5:1(V:g)的比例为佳。

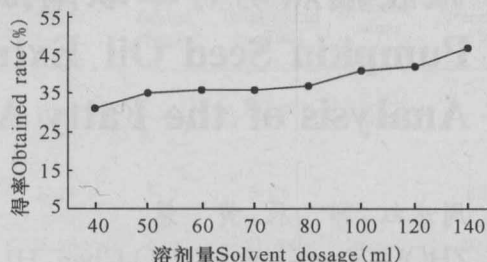


图 3 溶剂用量对南瓜子油得率的影响

Fig. 3 Effect of extraction solvent dosage on obtained rate of pumpkin seed oil

2.4 萃取溶剂对南瓜子油得率的影响

表 1 为不同溶剂在相同萃取时间(50s)、溶剂用量和微波功率(900W)都相同时对南瓜子油得率的影响。从表 1 结果可以看出,正己烷提取的南瓜子油的得率明显高于石油醚,相当于石油醚:物料=10:1 时所提取的南瓜子油的量。因考虑石油醚比正己烷便宜,所以在本实验中选用石油醚做萃取溶剂。但从实验数据可以看出,正己烷的萃取效果更好。

表 1 不同萃取剂对南瓜子油得率的影响

Table 1 Effect of different extraction solvent on obtained rate of pumpkin seed oil

溶剂 Extraction solvent	得率 Obtained rate (%)
石油醚 Petroleum ether	35
正己烷 n-hexane	41

2.5 南瓜子油脂肪酸的化学成分分析

GC 条件:DB-1 型弹性石英毛细管色谱柱,规格为 $0.25\mu\text{m} \times 0.25\text{mm} \times 30\text{m}$;载气为高纯度氦气;柱前压 47kPa;采用三阶程序升温: $150^\circ\text{C} \xrightarrow{4^\circ\text{C}/\text{min}} 200^\circ\text{C} \xrightarrow{3^\circ\text{C}/\text{min}} 220^\circ\text{C} \xrightarrow{10^\circ\text{C}/\text{min}} 260^\circ\text{C}$ (10min);进样口温度 280°C ,接口温度 250°C ,分流比 1:50,进样量为 $0.5\mu\text{l}$ 。

MS 条件:EI 电离源,电子能量 70eV,电子倍增器电压 1.2kV,质量扫描范围 33~800amu,全扫描方式,溶剂延迟 3min。

南瓜子油甲酯化后经 DB-1 共分离出 25 个峰,分离效果较好(图 4)。鉴定了其中的 17 种脂肪酸,采用不做校正的峰面积归一化法得出各组分的相对含量,各色谱峰相应的质谱图检索采用 NIST 标准谱库进行检索,并逐个解析各峰相应的质谱图,定性定量结果见表 2。

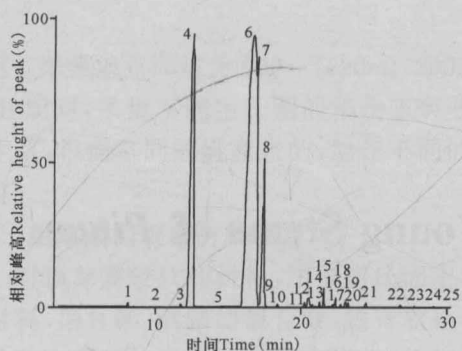


图4 南瓜子油脂肪酸甲酯的总离子流色谱

Fig. 4 TIC of the fatty acids methyl ester in pumpkin seed oil

表2 南瓜子油中脂肪酸化学组成及相对含量

Table 2 Chemical components of fatty acids in pumpkin seed oil and their relative content

峰号 Peak No.	脂肪酸 Fatty acid	分子式 Molecular formula (methylene ester)	分子量 Molecular mass (methylene ester)	相对含量 Relative Content (%)
1	Myristic a. (肉豆蔻酸)	C ₁₅ H ₃₀ O ₂	242	0.10
2	Pentadecylic a. (十五酸)	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	0.02
3	Palmitoleic a. (棕榈油酸)	C ₁₇ H ₃₂ O ₂	268	0.11
4	Palmitic a. (棕榈酸)	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270	25.52
5	Margaric a. (十七烷酸)	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284	0.05
6	Linoleic a. (亚油酸)	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	294	56.45
7	Oleic a. (油酸)	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	296	8.72
8	Stearic a. (硬脂酸)	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	298	7.36
9	Isooleic a. (异油酸)	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	296	0.06
10	9,11- Octadecadienoic a. (9,11-十八碳二 烯酸)	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	294	0.03
13	11-Eicosenoic a. (11-二十碳烯酸)	C ₂₁ H ₄₀ O ₂	324	0.06
15	Arachidic a. (花生酸)	C ₂₁ H ₄₂ O ₂	326	0.28
21	Behenic a. (山萘酸)	C ₂₃ H ₄₆ O ₂	354	0.10
22	Tricosanoic a. (二十三烷酸)	C ₂₄ H ₄₈ O ₂	368	0.02
23	Lignoceric a. (木焦油酸)	C ₂₅ H ₅₀ O ₂	382	0.04
24	Pentacosanoic a. (二十五烷酸)	C ₂₆ H ₅₂ O ₂	396	0.01
25	Cerotic a. (蜡酸)	C ₂₇ H ₅₄ O ₂	410	0.01
	未鉴定 Not identify			1.06

由分析结果(表2)可以看出,南瓜子油中含饱和脂肪酸12种,占总含量的33.51%,其中以棕榈酸(25.52%)、硬脂酸(7.36%)、花生酸(0.28%)为主;含不饱和脂肪酸6种,占总含量的65.43%,其中以亚油酸(56.45%)、油酸(8.72%)、异油酸(1.21%)、棕榈油酸(0.11%)为主。

3 结论

(1)与其他传统提取方法相比,微波辐照诱导萃取法在萃取用时上短得多,并且可以提高有效成分的萃取得率,不需要特殊的萃取分离步骤。

(2)用微波辐照诱导萃取法萃取南瓜子油,其最佳工艺是10g南瓜子在功率900W下,用正己烷提取50s,南瓜子油得率为41%。微波辐照诱导萃取法具有有效成分提取得率高、质量优、萃取时间短、操作成本低等优点,而且减少了原料预处理费用,并无害于环境,微波提取技术将有更广阔的应用前景。

(3)南瓜子油中亚油酸含量高达56.45%,饱和脂肪酸含量达到65.43%,是制备营养保健油的优质原料。作为一种富含不饱和脂肪酸的功能性油脂,南瓜子油具有营养保健和药疗功效,可作为高血脂、冠状动脉粥样硬化、心血管病人的长期食疗保健油品,具有很好的开发应用前景。

参考文献:

- [1] 田代华. 实用中药辞典:下卷[M]. 北京:人民卫生出版社,2002:1321-1323.
- [2] 吴国欣,李永星,陈密玉,等. 南瓜子的研究进展[J]. 海峡药学,2003,15(2):11-13.
- [3] 金钦汉,戴树珊,黄卡玛. 微波化学[M]. 北京:科学出版社,1999:166-167.
- [4] 张学杰,李法曾,程传格. 栎树种油中脂肪酸组成的气相色谱-质谱分析[J]. 分析测试学报,2000,19(4):46-47.

(责任编辑:邓大玉)