

# 冬瓜子油的提取及其成分研究

陈易彬, 王维\*, 陈萱, 曹思毅

陕西科技大学生命科学与工程学院, 西安 710021

**摘要:** 为了明确冬瓜子油的含量与组成, 本研究采用单因素实验与正交实验综合评定相结合的方法, 以称重法和气相色谱-质谱联用(GC-MS)技术, 对冬瓜子中油脂的提取及其组成进行了研究。结果显示冬瓜子油的最佳提取工艺为: 使用 12 倍(V/W)量的复合溶剂, 于 80 °C, 提取 2 h, 提取率可达 16.0%; GC-MS 分析显示冬瓜子油含有 14 种脂肪酸, 亚油酸为主要成分, 含量为 84.7%, 不饱和脂肪酸总含量为 88.6%。多种不饱和脂肪酸的存在, 为冬瓜子油的开发利用奠定了物质基础。

**关键词:** 冬瓜子油; 提取工艺; 气相色谱-质谱法; 脂肪酸

中图分类号: R284.1; Q946.4

文献标识码: A

## Extraction and Component Analysis of Waxgourd Seed Oil

CHEN Yi-bin, WANG Wei\*, CHEN Xuan, CAO Si-yi

College of Life Sciences and Engineering, Shaanxi University of Science and Technology, Xi'an 710021, China

**Abstract:** To understand content and its constituents of waxgourd seed oil, univariate and orthogonal experiment and Weighing method and gas chromatography - mass spectrometry techniques was employed in the research. Through research obtained, the oil was well extracted at 80 °C for 2 h with 12 times (V/W) mixed solvent; and 14 kinds of fatty acids were contained. The oil rate is 16.0% by the extraction process. In the oil, unsaturated fatty acid contents are 88.6%; and linoleate is main component, and its content is 84.7%. The results are a reliable groundwork for reasonable exploitation of waxgourd seed oil.

**Key words:** waxgourd seed oil; extraction process; GC-MS; fatty acid

冬瓜子为葫芦科植物冬瓜 [*Benincasa hispida* (Thunb.) Cogn.] 的种子, 药食两用<sup>[1]</sup>。目前, 对冬瓜子的研究主要集中于生药及药理方面<sup>[2,3]</sup>, 其油脂的提取工艺及组成分析研究甚少。本文对其油脂溶剂法提取工艺进行了研究, 并用气-质联用技术(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)分析其组成, 以期对冬瓜子的进一步开发利用奠定基础。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料及仪器

冬瓜子购于西安万寿路药材市场, 经生药教研室杨文娟老师鉴定为 *Benincasa hispida*。净选、水洗、低温烘干、粉碎, 得冬瓜子药粉(以下统称药粉)备用。

HH-2 型电热恒温水浴锅(北京科伟永兴), RE52CS-1 旋转蒸发仪(上海亚荣), QP2010Ultra 气

相色谱-质谱联用仪(配 NIST05 标准质谱, 日本岛津); 氦气, 纯度 > 99.99%; 实验所用石油醚、苯等试剂均为分析纯。

### 1.2 提取工艺研究

#### 1.2.1 提油率测定方法

准确称取冬瓜子药粉, 加入 12 倍(V/W)量溶剂, 于 80 °C 水浴提取 2 h, 滤过, 将滤液转移到旋转蒸发器中, 回收溶剂, 浓缩液于 105 °C 恒温鼓风干燥箱中烘干至质量恒定后, 准确称重, 当两次称重之差不超过 0.002 g 时<sup>[4,5]</sup>, 按下式计算油脂提取率:

$$\text{提油率} = (\text{油脂重量} / \text{药粉重量}) \times 100\%$$

#### 1.2.2 单因素试验方法

由预试验得知, 冬瓜子皮韧仁脆, 皮破则仁细碎, 粒度控制无实用价值; 同时, 油脂仅存于籽仁中, 籽仁无纤维性, 底流持液量小于总量的 5%, 若加入溶剂为 6 倍量, 按浸出率方程<sup>[6]</sup>估算, 一次提取率可达 99%; 另外, 通过对冬瓜子油的溶解度参数测定, 得出了较为适合的复合溶剂; 故, 粉碎度、提取次数和溶剂种类不作为实验因素。选择考察的因素如

下:

### 1.2.2.1 液料比

准确称取药粉 5 份,分别加 6、8、10、12 和 14 倍量复合溶剂,于 80 °C 水浴中,提取 3 h;按 1.2.1 所述方法(以下称同法),测定油脂提取率。

### 1.2.2.2 提取温度

准确称取药粉 5 份,加 12 倍量复合溶剂,分别于 65、70、75、80 和 85 °C 水浴中,提取 2.0 h;同法测定油脂提取率。

### 1.2.2.3 提取时间

准确称取药粉 5 份,加 12 倍量复合溶剂,于 80 °C 水浴中,分别提取 1.5、2.0、2.5、3 和 3.5 h;同法测定油脂提取率。

### 1.2.3 正交试验

在单因素考察的基础上,为了进一步考察多因素的综合效应,选取液料比(A)、提取温度(B)、提取时间(C)作为试验因素,每个因素取 3 个水平,具体数值见表 1;试验安排选用  $L_9(3^3)$ ,每个实验重复 3 次,试验效应用平均提取率度量。实验结果采用 SPSS 软件进行统计学分析。

表 1 正交试验因素水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal experiments

| 水平<br>Level | A 液料比<br>Liquid/material<br>ratio (V/W) | B 提取温度<br>Extraction<br>temperature ( °C ) | C 提取时间<br>Extraction time ( h ) |
|-------------|---|--|---------------------------------|
| 1           | 11                                      | 78   | 2.0                             |
| 2           | 12                                      | 80   | 2.2                             |
| 3           | 13                                      | 82   | 2.4                             |

## 1.3 成分分析

### 1.3.1 衍生物制备

参照文献<sup>[7]</sup>介绍的方法,称取 100 mg 冬瓜子油,置于具塞试管中,加入约 2 mL 石油醚与苯(1:1)的混合液,振荡、摇匀,加入 0.4 mol/L 的 KOH-CH<sub>3</sub>OH 溶液约 2 mL,混匀后于室温(27 °C)下静置约 10 min,再次振摇、静置后取上层溶液,进行成分分析。

### 1.3.2 GC-MS 分析

参照文献<sup>[8]</sup>和以往的研究,选用如下实验条件和方法:色谱柱:Agilent HP-5 石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.50 μm);进样口温度:280 °C;柱温:60 °C;柱升温程序:50 °C/min 升到 210 °C 保持 1 min,再以 4 °C/min 升至 230 °C 保持 2 min;载气:氮气,流速,1 mL/min 横流模式;进样:分流进样,分流比 50:1,进样量 1 μL。

质谱条件:EI 离子源,离子源温度为 260 °C,接口温度为 260 °C,溶剂延迟 3 min,检测器电压为 1.14 kv。

定性分析:NIST05 标准谱库检索定性。

半定量分析:按峰面积计算相对含量。

## 2 结果与讨论

### 2.1 提取研究结果

#### 2.1.1 单因素试验结果

##### 2.1.1.1 液料比考察结果

此项考察结果如图 1 所示。由图 1 可知,液料比在小于 12:1 范围内,其提油率随溶剂用量增大而增加,当液料比达到 12:1 时,提取率趋于稳定。此结果符合扩散提取的一般规律,较好的液料比在 12:1(V/W)左右。

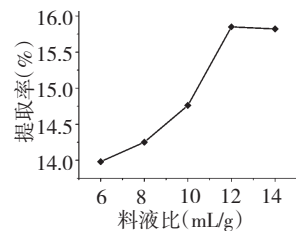


图 1 液料比对冬瓜子油得率的影响

Fig. 1 Effect on liquid-to-material ratio on extraction yield of seed oil from waxgourd

##### 2.1.1.2 提取温度考察结果

此项考察结果如图 2 所示。由图 2 可知,提取温度在小于 80 °C 范围内,油脂得率随提取温度的增加而升高,80 °C 以后,增加不明显。研究还得出 70、75、80 °C 浸出曲线的洗脱系数分别为 0.140、0.150 和 0.153,由此可见:温度高药粉吸收的能量多,细胞膜的破坏程度大,扩散阻力减小,油脂得率升高。80 °C 以后,温度升高只能加速溶剂回流的速度,对提油率影响不大。因此,较好的提取温度在 80 °C 左右。

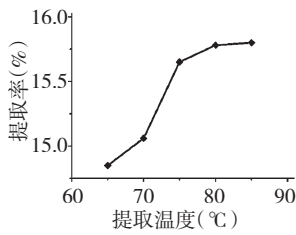


图2 提取温度对冬瓜子油得率的影响

Fig. 2 Effect on extraction temperature on extraction yield of seed oil from waxgourd

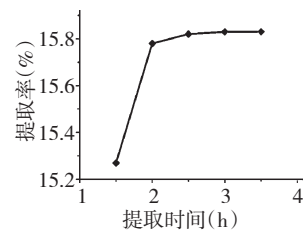


图3 提取时间对冬瓜子油得率的影响

Fig. 3 Effect on extraction time on extraction yield of seed oil from waxgourd

### 2.1.1.3 提取时间考察结果

此项考察结果如图3所示。由图3可知,提取时间在小于2 h范围内,油脂得率随提取时间的延长而增加,2 h以后,增加不明显。研究还得出80 °C浸出速度方程,快速段为 $Y = 7.54X$ ,慢速段为 $Y = 0.01X + 15.79$ ,两线的交点约在2.1 h。由此可见,较适宜的提取时间在2 h左右。

### 2.1.2 正交试验结果

正交实验的结果如表2所示。由表2可知, $A_2B_2C_3$ 组合在试验范围内提油率最高。

方差分析结果如表3所示。由表3可以看出,实验3因素对提油率的影响均有统计意义,顺序为 $A > C > B$ ,即液料比 > 时间 > 温度。这说明液料比是主要因素。结合节能和操作控制,最终确定:液料比12:1,温度80 °C,时间2 h,为冬瓜子中油脂提取的工艺参数。3次平行实验,油脂得率稳定在16.0%。

表2 正交实验设计和结果

Table 2 Results of  $L_9(3)^3$  orthogonal experiments

| 试验号<br>No. | A 液料比<br>Liquid-to-material<br>ratio (mL/g) | B 提取温度<br>Extraction<br>temperature (°C) | C 提取时间<br>Extraction time (h) | 提取率<br>Extraction yield (%) |
|------------|---|--|-------------------------------|-----------------------------|
| 1          | 1(11)                                       | 1(78)                                    | 1(2.0)                        | 15.5                        |
| 2          | 1   | 2(80)                                    | 2(2.2)                        | 15.8                        |
| 3          | 1   | 3(82)                                    | 3(2.4)                        | 15.7                        |
| 4          | 2(12)                                       | 1  | 2                             | 15.8                        |
| 5          | 2   | 2  | 3                             | 16.0                        |
| 6          | 2   | 3  | 1                             | 15.9                        |
| 7          | 3(13)                                       | 1  | 3                             | 15.3                        |
| 8          | 3   | 2  | 1                             | 15.1                        |
| 9          | 3   | 3  | 2                             | 15.2                        |
| $K_1$      | 47  | 46.6                                     | 46.5                          |                             |
| $K_2$      | 47.7  | 46.9                                     | 46.8                          |                             |
| $K_3$      | 45.6  | 46.8                                     | 47                            |                             |
| R          | 2.1   | 0.3                                      | 0.5                           |                             |

表3 方差分析结果

Table 3 Results of ANOVA analysis

| 变异来源<br>Source of variation             | 离差平方和 $\times 10^{-2}$<br>Sum of squares<br>of deviations | 自由度<br>Degree<br>of freedom | 均方和 $\times 10^{-2}$<br>Sum of<br>mean square | F 值<br>F ratio | 显著性<br>Significance |
|---|---|-----------------------------|---|----------------|---------------------|
| 液料比(V/W) Liquid-to-material ratio (V/W) | 76.22   | 2                           | 38.11   | 26.37          | **                  |
| 提取温度(°C) Extraction temperature (°C)    | 1.55  | 2                           | 0.75  | 0.54           |                     |
| 提取时间 Extraction time (h)                | 4.22  | 2                           | 2.11  | 1.46           |                     |
| 误差 Error                                | 2.89  | 2                           | 1.45  |                |                     |

注:  $F_{0.10}(2,2) = 9.00$ ,  $F_{0.05}(2,2) = 19.00$

## 2.2 成分分析

按上述方法所得冬瓜子油,用 GC-MS 分析共得

出 14 种脂肪酸成分,其中匹配度在 99 以上的有 10 种,详见表 4。

表 4 冬瓜子油中脂肪酸的组成及含量

Table 4 components of fatty acid from the waxgourd seed oil

| 编号<br>No. | 组分<br>Compound           | 保留时间<br>RT( min) | 匹配度 *<br>Match Factor | 相对百分含量<br>RC( % ) |
|-----------|--------------------------|------------------|-----------------------|-------------------|
| 1         | 亚油酸 Linoleic acid        | 8.739            | 99                    | 84.68             |
| 2         | 硬脂酸 Octadecanoic acid    | 11.526           | 99                    | 8.01              |
| 3         | 蓖麻油酸 Ricinoleic acid     | 14.178           | 99                    | 3.67              |
| 4         | 花生酸 Eicosanoic acid      | 17.505           | 99                    | 0.11              |
| 5         | 二十三烷酸 Tricosanoic acid   | 24.16            | 99                    | 0.16              |
| 6         | 木蜡酸 Tetracosanoic acid   | 29.177           | 99                    | 0.75              |
| 7         | 二十五烷酸 Pentacosanoic acid | 34.852           | 99                    | 0.23              |
| 8         | 蜡酸 Hexacosanoic acid     | 40.95            | 99                    | 0.49              |
| 9         | 二十八烷酸 Octacosanoic acid  | 55.527           | 99                    | 0.03              |
| 10        | 维生素 E Vitamin E          | 54.091           | 99                    | 0.06              |

\* 100 表示完全匹配。

\* 100 means totally match.

## 3 结论

通过以上研究得出:(1)冬瓜子油的提取可以使用 12 倍(V/W)量的复合溶剂,于 80 ℃,提取 2 h,提取率可达 16.0%;(2)冬瓜子油的脂肪酸有 14 种组分,不饱和脂肪酸含量为 88.6%,其中亚油酸含量最高,为 84.7%。

多不饱和脂肪酸(PUFAs)具有预防心脑血管疾病,调节人体脂质代谢,等方面的生理作用<sup>[9]</sup>;冬瓜子油成分与含量的揭示,无疑可为其应用与开发提供实验依据。

### 参考文献

- 1 Jiangsu College of New Medicine(江苏新医学院). Dictionary of Chinese Herbal Medicines(中药大辞典). Shanghai: Shanghai Science and Technology Publishing House, 1975. 761.
- 2 Zhang B(张斌), Wu J(武杰), Xu H(许晖). Current status and prospect of research on waxgourd. *Food Nutri China* (中国食物与营养), 2009, 5: 19-21.
- 3 Chen H(陈颢), Li LJ(李丽娟), Zhang JG(张继光), et al. Chemical constituents of ethyl acetate fraction from wax-

gourd. *Yunnan Chem Technol*(云南化工), 2011, 38(5): 14-17.

- 4 Zhang WM(张伟敏), Wei J(魏静), Zhu XF(朱晓芳), et al. Optimal extraction and fatty acid analysis of seed oil from *Areca catechu* L. *Food Sci* (食品科学), 2011, 32(24): 21-25.
- 5 Shi R(石蕊), Liu ZL(刘智龙). Applications of extraction of soybean oil with Soxhlet's extractor. *Shaanxi Agric Sci*(陕西农业科学), 2009, 6: 75-76.
- 6 Chen YB(陈易彬). Foundation of Chinese Pharmaceutical Engineering(中药工程基础). Xi'an: Tianze Publishing House, 1989. 127.
- 7 Deng QC(邓乾春), Zeng CM(曾常敏), Tian BQ(田斌强), et al. Extraction and fatty acid composition of Ginkgo oil. *China Oils Fats*(中国油脂), 2007, 32(10): 76-79.
- 8 Ding CH(丁呈华), Cao FP(曹丰璞), Wang YH(王燕华), et al. Extraction of fatty constituents from *Tabanus bivittatus* and their analysis by GC-MS. *J Chin Med Mater*(中药材), 2013, 36: 188-190.
- 9 Wang P(王萍), Zhang YB(张银波), Jiang ML(江木兰). Research advance in poly-unsaturated fatty acid. *China Oils Fats*(中国油脂), 2008, 33(12): 42-46.