

# 薏苡仁提取油的成分分析

赵为武, 李俊\*, 郭晓关, 庞宏宇, 王震 (贵州省农产品质量安全监督检验测试中心, 贵州贵阳 550004)

**摘要** [目的]比较3家不同企业的薏苡仁提取油的成分差异。[方法]将3家企业的薏苡仁分别用正己烷提取,对提取物进行气相色谱-质谱联用(GC-MS)分析,并采用峰面积归一化法测定相对含量。[结果]不同企业薏苡仁提取油中共鉴定出48种成分,其中有10种成分是3种薏苡仁所共有,其中5种酸类、3种醛类、1种酯类、1种烷类,相同成分占总成分的89.50%~97.81%。[结论]不同企业的薏苡仁提取油成分差异较小,主要成分是油酸和棕榈酸。

**关键词** 薏苡仁;提取油;质谱联用法

中图分类号 TS218 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2014)01-00257-02

## Component Analysis of Extract Oil of Coix Seed

ZHAO Wei-wu et al (Guizhou Provincial Supervision and Testing Center for Agricultural Product Quality, Guiyang, Guizhou 550004)

**Abstract** [Objective] The component differences of Coix seed extract oil from three enterprises were compared. [Method] Coix seed was extracted with n-hexane, the extracts were analyzed by GC-MS method, and the relative content was determined by peak area normalization method. [Result] Totally 48 components were identified, of which there are 10 components of three kinds of Coix seed have in common. Five kinds of acids, 3 kinds of aldehydes, 1 kind of esters, 1 kind of alkanes, the same components accounted for 89.50% - 97.81% of total components. [Conclusion] The component difference of Coix seed extract oil from three enterprises is small, the main components are oleic acid and palmitic acid.

**Key words** Coix seed; Extract oil; GC-MS

薏仁(Semen Coicis)又名薏苡仁等,在我国栽培历史悠久,被我国卫生部列为药食兼用原料。薏苡仁中含有脂肪油7.2%,其中三酰甘油中油酸含量达48.4%,亚油酸为37.2%,软脂酸为14.4%,硬脂酸为1.1%<sup>[1]</sup>。近几十年来的国内外研究表明,薏苡仁的主要活性成分包括酯类、不饱和脂肪酸类、糖类及内酰胺类等<sup>[2]</sup>。目前临床应用较多的抗肿瘤药康莱特注射液的主要成分即是薏苡仁脂肪油,现已作为一种较为理想的抗肿瘤药物广泛应用于肺癌、胃癌、肝癌等的治疗和辅助治疗<sup>[3]</sup>。

油脂类成分的常用提取方法有水蒸气蒸馏法、溶剂萃取法、压榨法、吸收法等<sup>[4]</sup>。张凤清通过用90%的乙醇,料液比为1:8 g/ml,65℃热回流提取120 min,最后得出薏苡仁油的提取率为13.64%<sup>[5]</sup>。杜邵龙等采用酶法提取薏苡仁油,薏苡仁油的提取率为10.948%<sup>[6]</sup>。杨玲等用丙酮渗滤法提取粗油并采用GC-MS对薏苡仁油脂进行了定性定量分析,结果表明,薏苡仁油脂中甘油三酯达到87%以上,其主要的脂肪酸为油酸和亚油酸<sup>[7]</sup>。乐巍等用乙醚为萃取剂采用GC-MS对几个不同地区的薏苡种仁的脂肪酸成分进行分析,结果表明,几个不同地区共同检测出的成分为棕榈酸、亚油酸、油酸、壬二酸、11-十八碳烯酸及硬脂酸<sup>[8]</sup>。

笔者采用有机溶剂浸提法,以正己烷作为溶剂对贵州省兴义地区3个不同厂家的薏苡仁进行提油,通过气相色谱-质谱联用技术对提取油的挥发成分定性、定量鉴定。

## 1 材料与方

**1.1 材料** 供试薏苡仁来自于贵州省兴义地区3个不同企业,共3份薏苡仁样品,分别用S<sub>1</sub>、S<sub>2</sub>、S<sub>3</sub>表示。主要仪器:Thermo DSQ气相色谱-质谱联用仪,美国热电;NIST2008标

准质谱图库;旋转蒸发器,瑞士布奇。主要试剂:正己烷。

## 1.2 方法

**1.2.1 样品制备。**称取粉碎薏苡仁样品20 g,置于250 ml三角瓶中,加入正己烷200 ml,浸提过夜,过滤处理,旋转蒸发至有机溶剂挥发,用正己烷定容5 ml,低温保存供GC-MS进行定性定量分析。

**1.2.2 气相色谱-质谱联用仪分析条件。**气相色谱条件:TR-35MS(60×0.25 mm,0.25 μm);进样口温度230℃;载气为氦气;流速1 ml/min;进样量2 μl;不分流;柱温程序为60℃保持2 min,以10℃/min升温速率升至150℃保持2 min,再以8℃/min升至210℃保持20 min。

质谱条件:电子碰撞源;电子能量70 eV;离子温度230℃;传输线温度250℃;品质范围40~450 amu,溶剂延迟7 min。

## 2 结果与分析

**2.1 不同样品的挥发性成分总离子流图** 对3份薏苡仁样品进行GC-MS检测,3份样品的挥发性成分总离子流图见图1~3。采用Xcalibur 2.0版本软件及NIST2008谱图库进行薏苡仁油成分的检索鉴定,兼顾保留时间进行鉴定,采用峰面积归一化法定量分析。

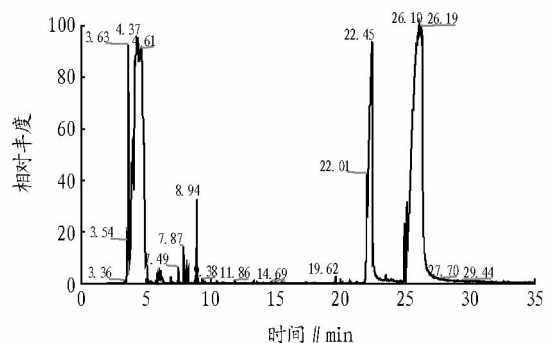


图1 样品1挥发性成分总离子流

**作者简介** 赵为武(1958-),男,河北保定人,高级农艺师,从事食品安全研究,E-mail:zhaoww8328@sina.com。\*通讯作者,高级实验师,硕士,从事食品安全研究及仪器分析。

收稿日期 2013-12-09

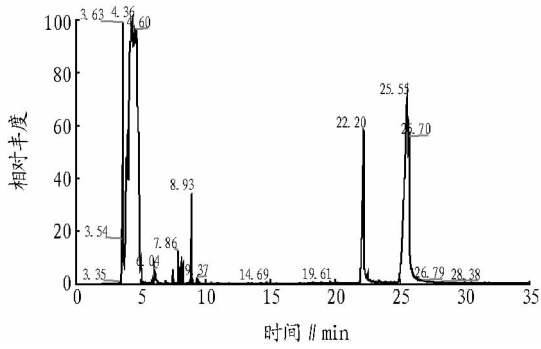


图2 样品2挥发性成分总离子流

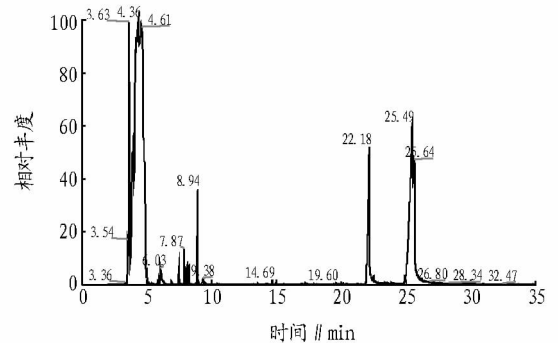


图3 样品3挥发性成分总离子流

表1 薏苡仁提取油的成分

类别	序号	保留时间//min	化合物	分子式	相对含量//%			
					样品1	样品2	样品3	
醇类	1	7.49	2-甲基-2,4-戊二醇	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	0.22	-	-	
	2	6.92	3-甲基环戊醇	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O	0.11	0.13	0.23	
醛类	3	14.69	2,4-癸二烯醛	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	-	-	0.15	
	4	13.76	2-羟基-6-甲基苯甲醛	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	0.01	-	-	
	5	14.99	2-十一烯醛	C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> O	0.01	0.02	0.03	
	6	14.69	反式-2,4-癸二烯醛	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	0.02	0.06	0.03	
	7	13.58	反式-2-癸烯醛	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	0.01	0.02	0.03	
	8	17.90	十五烷醛	C <sub>15</sub> H <sub>30</sub> O	-	0.03	-	
	9	16.01	桃醛	C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	-	0.01	-	
	10	10.96	天然壬醛	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O	0.01	0.03	0.03	
酮类	11	7.87	2,2-二甲基-3-戊酮	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O	0.43	1.11	1.46	
	12	10.10	2-戊酮	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O	-	0.01	0.01	
	13	9.38	3,3,6-三甲基-1,5-庚二烯-4-酮	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	-	-	0.57	
	14	9.78	3,6-辛二酮	C <sub>7</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	-	-	0.01	
	15	10.46	6-乙酰基-2-己酮	C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> O <sub>3</sub>	0.05	0.07	0.10	
烷类	16	8.08		C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	0.18	0.63	-	
	17	12.66	十一烷	C <sub>11</sub> H <sub>24</sub>	-	0.01	0.02	
	18	30.94	2,4,6-三甲基-癸烷	C <sub>13</sub> H <sub>28</sub>	-	0.01	-	
	19	15.63	2-甲基-2-苯基十五烷	C <sub>22</sub> H <sub>38</sub>	-	-	0.02	
	20	22.52	正二十一烷	C <sub>21</sub> H <sub>44</sub>	-	-	1.77	
	21	20.12	正十九烷	C <sub>19</sub> H <sub>40</sub>	0.01	0.03	0.03	
	22	12.66	正十三烷	C <sub>13</sub> H <sub>28</sub>	0.01	-	-	
酯类	23	24.02	11,14-二十碳二烯酸甲酯	C <sub>21</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	-	0.02	-	
	24	21.24	14-甲基十五烷酸甲酯	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	-	0.02	-	
	25	23.88	6-十八碳烯酸甲酯	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	-	0.01	-	
	26	11.18	DL-泛酸内酯	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub>	-	-	0.01	
	27	32.47	单油酸甘油酯	C <sub>21</sub> H <sub>40</sub> O <sub>4</sub>	-	-	0.01	
	28	32.96	亚油酸乙酯	C <sub>20</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	0.01	0.15	-	
	29	18.32	乙二醇油酸酯	C <sub>20</sub> H <sub>38</sub> O <sub>3</sub>	-	0.21	-	
	30	32.59	油酸丙酯	C <sub>21</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub>	0.02	-	-	
	31	29.45	棕榈酸丁酯	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub>	0.02	-	-	
	32	21.24	棕榈酸甲酯	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	0.01	-	0.03	
酸类	33	32.42	反式-油酸	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	-	0.01	-	
	34	10.29	庚酸	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>	0.01	-	-	
	35	30.13	花生酸	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub>	0.11	-	-	
	36	13.31	壬酸	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	0.03	0.03	0.02	
	37	11.85	辛酸	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>	0.03	0.03	0.03	
	38	32.83	亚油酸	C <sub>18</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	-	0.01	0.03	
	39	26.19	油酸	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	72.82	69.79	66.11	
	40	19.62	正十四碳酸	C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub>	0.08	0.09	0.09	
	41	20.75	正十五碳酸	C <sub>15</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	0.05	0.04	0.04	
	42	22.43	棕榈酸	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	24.26	22.54	21.50	
	其他	43	16.43	1-十八烯	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub>	-	-	0.01
		44	16.42	1-十六烯	C <sub>16</sub> H <sub>30</sub>	-	0.01	-
45		7.48	2-甲基-2-硫醇	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> S	-	0.57	0.82	
46		9.38	2,3,3-三乙基-1-丁烯	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub>	0.10	-	0.03	
47		15.75	8-甲基-十一烯	C <sub>12</sub> H <sub>24</sub>	0.04	-	-	
48		15.41	二十烯	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub>	-	0.02	-	

地、钢材、能量的使用,更加经济、环保、高效,值得推广使用。

生物质制油装置研究在不断的改进完善中,干燥系统也随着不断发展,在满足制油过程前提下,设计成本低、可连续生产和安全可靠的干燥设备,在不远的将来通过研究人员的不断努力而实现。

### 参考文献

[1] 官巧燕,廖福霖,罗栋. 国内外生物质能发展综述[J]. 农机化学研究,

2007(1):20-24.

- [2] 吕薇,李彦东,李瑞杨,等. 生物质秸秆颗粒气流干燥试验研究及数值模拟[J]. 哈尔滨理工大学学报,2011(5):39-42.
- [3] 袁伟光. 固体粉料气流输送[J]. 无机盐工业,1981(3):27-33.
- [4] 金国森. 干燥器[M]. 北京:化学工业出版社,2008.
- [5] 万凤岭,谢苏江,周昭军. 干燥设备的现状及发展趋势[J]. 化工装备技术,2006(1):10-12.
- [6] 王喜忠,于才渊,刘永霞. 中国干燥设备现状及进展[J]. 无机盐工业,2003(2):4-6.

(上接第 258 页)

**2.2 不同样品的提取油成分的 GC-MS 分析** 从表 1 可以看出,采用 GC-MS 技术在 3 种样品中共鉴定出 48 种成分,这些成分主要是醇类 2 种、醛类 8 种、酮类 6 种、烷类 6 种、酯类 10 种、酸类 10 种、其他类 6 种。杨爽等在综述中写到,用 GC-MS 技术对薏苡仁中的挥发性物质进行研究,鉴定了其中 55 个组分,主要为醇类、醛酮类、酸类、酯类,另外发现 4 个含氮或含硫杂环类化合物<sup>[9]</sup>。

S<sub>1</sub> 中共检测出 26 种成分,占总峰面积的 98.15%,其中醇类占 0.33%、醛类占 0.06%、酮类占 0.66%、烷类占 0.22%、酯类占 0.06%、酸类占 97.39%。提取油的主要成分为花生酸、油酸、棕榈酸,相对含量分别为 0.11%、72.82%、24.26%。

S<sub>2</sub> 中共检测出 29 种成分,占总峰面积的 95.71%,其中醇类占 0.13%、醛类占 0.17%、酮类占 1.76%、烷类占 0.04%、酯类占 0.41%、酸类占 92.54%。提取油的主要成分为油酸和棕榈酸,相对含量分别为 69.79%、22.54%。

S<sub>3</sub> 中共检测出 25 种成分,占总峰面积的 92.35%,其中醇类占 0.23%、醛类占 0.27%、酮类占 2.15%、烷类占 1.84%、酯类占 0.05%、酸类占 87.81%。提取油的主要成分为油酸和棕榈酸,相对含量分别为 66.11%、21.5%。

**2.3 不同样品提取油成分的共性比较** 3 种薏苡仁提取油共鉴定出 48 种成分,共同检出成分有 10 种,其中 5 种酸类、3 种醛类、1 种酯类、1 种烷类,相同成分占总成分的 89.50%~97.81%。5 种酸类占 87.13%~97.08%,其中油酸占 66.11%~72.82%,棕榈酸占 21.03%~24.26%,其他酸类有壬酸、辛酸、正十五酸占 0.02%~0.08%。3 种醛类占 0.03%~2.50%,其中有 2-十一烯醛、反式 2-癸烯醛和天然癸醛。1 种酯类是亚油酸乙酯,1 中烷类是正十九烷占 0.01%~0.03%。

**2.4 不同样品提取油主要成分的差异性比较** 从表 2 中可以看出,3 种薏苡仁提取油的主要检出成分为酸类物质。S<sub>1</sub> 中的酸类含量是 97.39%,S<sub>2</sub> 中是 92.54%,S<sub>3</sub> 的酸类含量为 87.81%。从表 1 中得出,S<sub>1</sub> 中的酸类中主要含有油酸、棕榈酸,没有检测出亚油酸。S<sub>2</sub> 和 S<sub>3</sub> 中的酸类中主要含有油酸和棕榈酸,其中亚油酸的含量较少。S<sub>1</sub> 中的油酸和棕榈酸

的含量是 72.82%、24.26%,S<sub>2</sub> 中的油酸和棕榈酸的含量为 69.79%、22.54%,S<sub>3</sub> 中的油酸和棕榈酸的含量为 66.11%、21.50%。

表 2 样品中各成分含量

样品	醇类	醛类	烷类	酮类	酯类	酸类
S <sub>1</sub>	0.33	0.06	0.66	0.22	0.06	97.39
S <sub>2</sub>	0.13	0.17	1.76	0.04	0.41	92.54
S <sub>3</sub>	0.23	0.27	2.15	1.84	0.05	87.81

### 3 结论

通过 GC-MS 分析不同批次的薏苡仁提取油的成分,在 3 种薏苡仁中共检测出提取油成分 48 种,共同检出成分有 10 种,其中 5 种酸类、3 种醛类、1 种酯类、1 种烷类,其中主要检出成分是油酸和棕榈酸,并且 S<sub>1</sub> 的油酸含量明显高于 S<sub>2</sub> 和 S<sub>3</sub>,棕榈酸含量略高于 S<sub>2</sub> 和 S<sub>3</sub>,S<sub>3</sub> 的油酸和棕榈酸的含量都是最低的。不同企业的薏苡仁提取油成分差异较小,主要成分是油酸和棕榈酸。薏苡仁油中的活性成分棕榈酸、硬脂酸、油酸对抑制肿瘤有很好的效果,以薏苡仁油为原料的康莱特注射液已用于临床癌症的治疗。近几年还有一些新发现的药理活性,其有效成分和作用机制还不明确,有待进一步研究。

### 参考文献

- [1] 丁怡,唐星. 柱前衍生 HPLC 法测定薏苡仁油中的脂肪酸含量[J]. 药物分析杂志,2004,24(3):249-252.
- [2] 吴岩,原永芳. 薏苡仁的化学成分和药理活性研究进展[J]. 华西药学杂志,2010,25(1):111-113.
- [3] 胡军,金国梁. 薏苡仁的营养与药用价值[J]. 中国食物与营养,2007(6):57-58.
- [4] 金宏,朱庆书,赵文英,等. 微波法提取薏苡仁油的研究[J]. 化学与生物工程,2009,26(7):52-54.
- [5] 张凤清. 薏苡仁油的提取工艺研究[J]. 长春工业大学学报,2010,31(1):70-73.
- [6] 杜邵龙,周春山. 酶法提取薏苡仁油的优化[J]. 天然产物研究与开发,2007,19(5):847-853.
- [7] 杨玲,苏维埃,钱建东,等. 薏苡仁油脂的化学成分分析[J]. 食品科学,2001,22(5):60-62.
- [8] 乐巍,邱容丽,吴德康,等. 不同居群薏苡仁脂肪酸成分的 GC-MS 分析[J]. 中药材,2008,31(11):1613-1614.
- [9] 杨爽,王李梅,王妹麒,等. 薏苡仁化学成分及其活性综述[J]. 中药材,2011,34(8):1306-1311.