

Chemical Composition Analysis of Volatile Oil and Seed Oil from *Allium mongolicum* Regel Seed by GC-MS

Jiandong Wu, Lihan Sun, Yibei Wang, Chunhui Ma*

College of Material Science and Engineering, Northeast Forestry University, Harbin Heilongjiang
Email: ^{*}liwei19820927@126.com

Received: Aug. 13th, 2017; accepted: Aug. 28th, 2017; published: Sep. 4th, 2017

Abstract

In this study, the seed of *Allium mongolicum* Regel as the raw material, extracted volatile oil by water distillation; and seed oil by carbon dioxide supercritical fluid extraction, respectively. The chemical composition of volatile oil and seed oil was analyzed by GC-MS. The results showed that the volatile composition main consisted of ethers, olefins, and it also contains acids, alcohols, aldehydes, furan and pyrrole. The content of adipic acid bis (2-ethylhexyl) ester and its isomers was the highest (RA% = 20.828%), and then squalene (RA% = 7.383%), and 2,2'-Methylenebis (6-tert-butyl-4-methylphenol) (RA% = 5.798%). The chemical composition of seed oil extracted by CO₂ supercritical fluid extraction was mainly linoleic acid (RA% = 68.533%), oleic acid (RA% = 16.640%), and palmitic acid (RA% = 6.374%), respectively. It also contained arachidic acid (RA% = 2.257%), and saturated fatty acids (19 carbonic acid RA% = 1.368%, 20 carbonic acid RA% = 0.760% and 22 carbonic acid RA% = 0.244%). The RA% of squalene in seed oil was 0.242%.

Keywords

Allium mongolicum Regel, Volatile Oil, Seed Oil, GC-MS, Chemical Composition Analysis

GC-MS法分析沙葱籽中挥发油与种子油的化学组成

武剑栋, 孙莉寒, 王艺蓓, 马春慧*

东北林业大学材料科学与工程学院, 黑龙江 哈尔滨
Email: ^{*}liwei19820927@126.com

收稿日期: 2017年8月13日; 录用日期: 2017年8月28日; 发布日期: 2017年9月4日

^{*}通讯作者。

摘要

本研究以沙葱籽为原料,采用水中蒸馏法得到沙葱籽挥发油,采用超临界二氧化碳萃取法得到沙葱种子油,并应用气质联用法(GC-MS)分析其化学组成。实验结果表明:沙葱籽挥发性成分多为酯类或烯烃类化合物,其中含量最高的为二乙基十六酸二乙酯,以及它的同分异构体(相对含量为20.828%);其次是角鲨烯(相对含量为7.383%);联二苯酚类含量也较高(相对含量为5.798%)。CO₂超临界流体萃取所得沙葱种子油中含有68.533%的亚油酸,16.640%的油酸和6.374%的棕榈酸,此外还含有2.257%花生酸和饱和脂肪酸(十九碳酸1.368%、二十碳酸0.760%、二十二碳酸0.244%),还含有微量角鲨烯(相对含量为0.242%)。

关键词

沙葱籽,挥发油,种子油,气质联用法(GC-MS),化学组成分析

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

沙葱(*Allium mongolicum* Regel),又名蒙古韭、蒙古葱,属百合科(Liliaceae),葱属(*Allium*)植物,是一种多年生鳞茎草本植物[1]。沙葱主要分布于我国北温带的甘肃西北部、新疆东北部、青海北部、宁夏北部和东部、陕西北部、辽宁西部和内蒙古等地的荒漠草原和沙地[2],抗寒、抗旱、适应能力强。现有研究表明沙葱中营养成分众多,所含的生物矿物质、营养必须的微量元素、氨基酸的含量高于一般的蔬菜[3],其中人体必需的氨基酸占氨基酸总量的27.47%(占绝干重),远高于菠菜、马铃薯、芹菜、黄瓜、番茄和韭菜等蔬菜[4]。与此同时,沙葱的药理作用也十分丰富。沙葱挥发油具有抗菌、抗炎、抗癌、抗病毒活性[5];甙体化合物和黄酮化合物在防治心血管疾病及抗肿瘤等方面具有潜在的疗效,极具开发价值[6];沙葱多糖可以提高人体免疫功能,能有效预防老年性痴呆症的发生,还能抑制和逆转癌细胞的异常增殖[7];而沙葱种子(沙葱籽)中的油脂是人类食物中的一个重要组成部分,植物油脂主要由饱和脂肪酸及不饱和脂肪酸组成,如棕榈酸、油酸、亚油酸、花生酸等,对于高血压、高血脂、心脏病、糖尿病、癌症等都有积极的防治作用[8]。本研究采用气质联机的方法对沙葱籽中挥发油和种子油脂的化学组成进行分析,为其合理高效的利用提供数据支持。

2. 实验

2.1. 材料与仪器

沙葱资源采自内蒙古,沙葱籽经振荡筛清理除杂,粉碎后(40目)作为挥发油和种子油的提取原料。

气质联机采用 Agilent 6890N-5973 型气相质谱联用仪(Agilent Technologies, 美国),HP-5MS 5% Phenyl Methyl Si-loxane 弹性石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm);升温程序为柱温 60℃,保持 5 min 后;以 4℃/min 速率升温至 120℃,保持 5 min;再以 3℃/min 速率升温至 170℃,保持 2 min;以 10℃/min 速率升温至 280℃,保持 5 min;汽化室温度 230℃;载气为高纯 He (99.999%);柱前压 43 kPa;载

气(He)体积流量 1.6 mL/min; 进样量 1.0 μ L, 不分流; 溶剂延迟时间 4.0 min。电子轰击(EI)离子源, 能量 70 eV; 离子源温度 230 $^{\circ}$ C; 四极杆温度 150 $^{\circ}$ C; 接口温度 280 $^{\circ}$ C; 质量扫描范围 m/z 40~400。

2.2. 实验方法

2.2.1. 沙葱籽含水率的测定

精密称取沙葱籽粉末 1.00 g (三份), 放入 105 $^{\circ}$ C \pm 3 $^{\circ}$ C 的烘箱干燥至恒重, 计算含水率为 7.15%。

2.2.2. 水中蒸馏法萃取沙葱挥发油

将沙葱籽粉末 200.0 g 放入圆底烧瓶中, 加入 1800 mL 蒸馏水, 电热套加热进行水中蒸馏 6 h, 电热套的功率为 450 W, 萃取完成后收集冷凝管中的精油。精油经乙醚萃取无水硫酸钠干燥后, -20 $^{\circ}$ C 冷冻保存。

2.2.3. 超临界法萃取沙葱种子油

本研究采用 CO₂ 超临界流体萃取法萃取沙葱种子油, 根据文献报道最佳萃取条件[4]。将沙葱籽粉末 200.0 g 放入超临界反应釜中, 反应釜萃取压力为 40 MPa, 反应釜萃取温度为 50 $^{\circ}$ C, 萃取时间为 60 min, CO₂ 流量为 4.0 L/h, 萃取完成后收集沙葱种子油, -20 $^{\circ}$ C 冷冻保存。

3. 结果与分析

3.1. 沙葱籽挥发油和种子油的萃取率

将含水率为 7.15% 的沙葱籽原料, 经水中蒸馏萃取挥发性成分, 采用 CO₂ 超临界流体萃取法萃取沙葱籽种子油, 所得种子油的质量(m)与所用原料的绝干质量(M)的比值, 乘以 100% 即为挥发油和种子油的萃取率。实验结果见图 1, CO₂ 超临界流体萃取法所得沙葱种子油的萃取率为 14.87%, 水中蒸馏法所得挥发性成分得率较少, 仅为 1.53%。

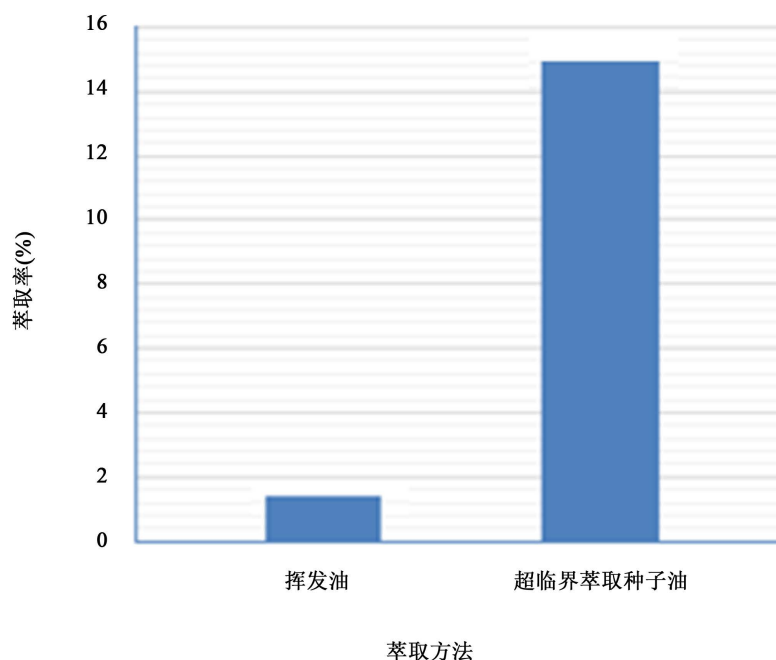


Figure 1. Extraction yields of volatile oil and seed oil from *Allium mongolicum* Regel seed

图 1. 沙葱籽挥发油与种子油的得率

3.2. 沙葱挥发油的化学组成

挥发油又称精油，其具有抗菌活性、抗炎活性、抗肿瘤活性、抗病毒活性、及抗氧化、抗过敏等生物学活性[9] [10]。本研究将沙葱挥发油通过气质联用法分析其化学组成，挥发性成分的分类，CAS 号、分子式、结构式及相对含量详见表 1，GC-MS 的总离子流图如图 2 所示。

从表 1 中可以看出，沙葱挥发性成分多为酯类、烯烃和酚类化合物，还有少量醇、醛、酸以及呋喃和吡咯类化合物。其中含量最高的为二乙基十六酸二乙酯，相对含量为 20.828%；其次是角鲨烯，相对含量为 7.383%；联二苯酚类含量也较高，为 5.798%。从图 2 中可以看出，保留时间 35.0 min 后柱流失比较严重，造成已鉴定出的化合物的相对含量之和远小于 100%，但此现象并不影响已知化合物相对含量的比较。

3.3. 沙葱籽种子油的化学组成

将超临界流体法萃取所得沙葱种子油经甲酯化后，通过气质联用法分析其化学组成，GC-MS 的总离子流图如图 3 所示，其中化学组成的分类，CAS 号、分子式、结构式及相对含量详见表 2。

从图 3 看出，在超临界流体萃取法所得种子油中鉴定出了 14 种成分，主要为脂肪烃类、不饱和醇类及脂肪酸类化合物。经检测其中主要成分见表 2，依次为亚油酸甲酯(68.533%)、油酸甲酯(16.640%)和棕榈酸甲酯(6.374%)，此外还含有花生酸甲酯(2.257%)和饱和脂肪酸甲酯(十九碳酸甲酯 1.368%、二十碳酸甲酯 0.760%、二十二碳酸甲酯 0.244%)，还含有微量角鲨烯(0.242%)。因此，CO₂ 超临界流体萃取更易获得脂肪烃和脂肪酸类化合物含量较高的沙葱种子油，其中不饱和脂肪酸含量占 90%以上。沙葱籽油脂具有降血脂的功能，研究表明沙葱籽油能有效调节脂质代谢，减少脂质在体内的积累；能显著降低高酯血症

丰度

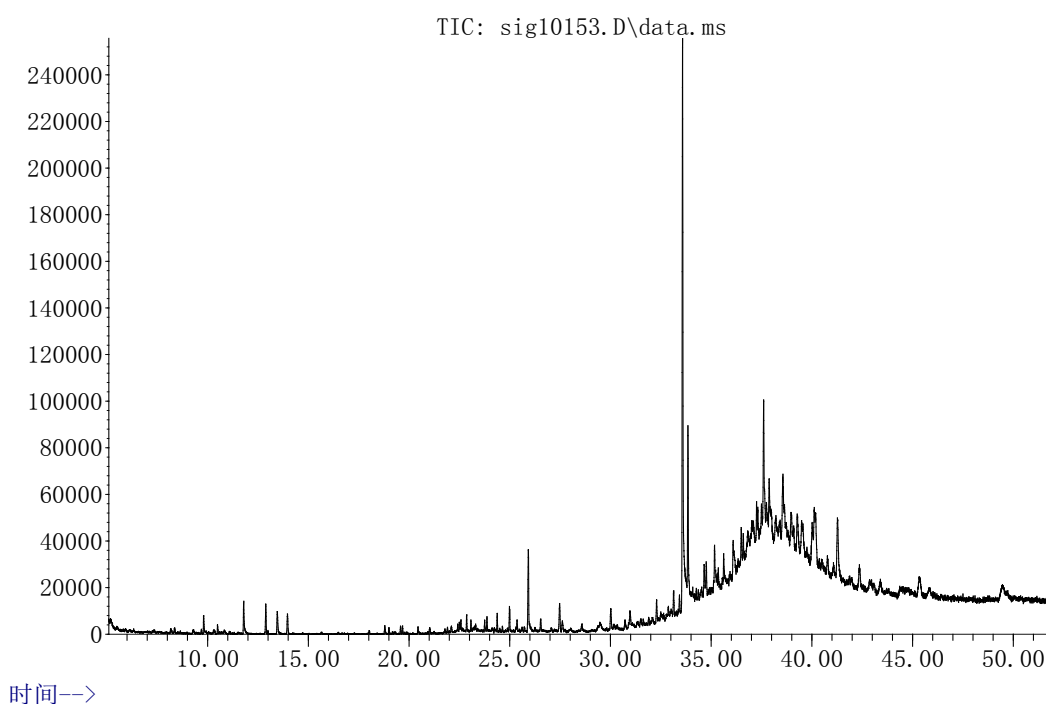


Figure 2. Total ion chromatography of *Allium mongolicum* Regel volatile oil
图 2. 沙葱籽精油的总离子流图

Table 1. Chemical composition of volatile oil from *Allium mongolicum* Regel seed
表 1. 沙葱籽挥发油主要组成化合物








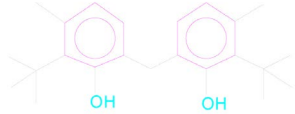

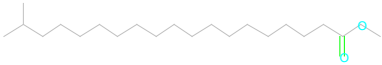
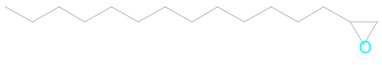
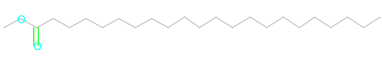
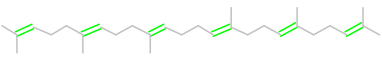
编号	保留时间 min	化合物名称	CAS 号	分子式	匹配度	相对含量 RA%	结构式
1	9.81	苯基乙醇	000060-12-8	C ₈ H ₁₀ O	91%	0.480%	
2	11.77	苯并呋喃	000496-16-2	C ₈ H ₈ O	96%	1.003%	
3	12.87	α -苯乙基甲醛	004411-89-6	C ₁₀ H ₁₀ O	90%	0.867%	
4	13.48	吲哚	000120-72-9	C ₈ H ₇ N	97%	0.852%	
5	13.95	2-甲氧基-4-乙烯基苯酚	007786-61-0	C ₉ H ₁₀ O ₂	97%	0.696%	
6	25.92	n-十六酸	000057-10-3	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	94%	2.671%	
7	33.60	二乙基十六酸二乙酯	000103-23-1	C ₂₂ H ₄₂ O ₄	93%	20.828%	
8	33.87	联二苯酚类	000119-47-1	C ₂₃ H ₃₂ O ₂	95%	5.798%	
9	37.63	角鲨烯	007683-64-9	C ₃₀ H ₅₀	98%	7.383%	

Table 2. Chemical composition analysis of seed oil of *Allium mongolicum* Regel seed
表 2. 沙葱籽种子油化学组成分析

编号	保留时间 min	化合物 名称	CAS 号	分子式	匹配度	超临界萃取 RA%	结构式
1	22.52	十七烷	000629-78-7	C ₁₇ H ₃₆	99%	0.144%	
2	23.77	十八烷	000593-45-3	C ₁₈ H ₃₈	98%	0.235%	
3	25.01	十九烷	000629-92-5	C ₁₉ H ₄₀	98%	0.299%	
4	25.43	棕榈酸甲酯	000112-39-0	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	99%	6.374%	
5	26.56	二十烷	000112-95-8	C ₂₀ H ₄₂	98%	0.326%	
6	28.87	亚油酸甲酯	000112-63-0	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	99%	68.533%	
7	28.97	油酸甲酯	002345-29-1	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	99%	16.640%	
8	29.37	花生酸甲酯	000112-61-8	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	99%	2.257%	
9	31.98	十四碳 不饱和醇	100013-10-4	C ₁₄ H ₂₄ O	98%	1.983%	
10	32.36	二十碳酸 甲酯	100033-36-8	C ₂₁ H ₄₀ O ₂	99%	0.760%	

Continued

11	32.73	十九碳酸甲酯	100035-22-6	C ₂₁ H ₄₂ O ₂	99%	1.386%	
12	32.92	十三烷基环氧乙烷	018633-25-5	C ₁₅ H ₃₀ O	92%	0.576%	
13	34.99	二十二碳酸甲酯	000929-77-1	C ₂₃ H ₄₆ O ₂	99%	0.244%	
14	37.62	角鲨烯	000111-02-4	C ₃₀ H ₅₀	99%	0.242%	

丰度

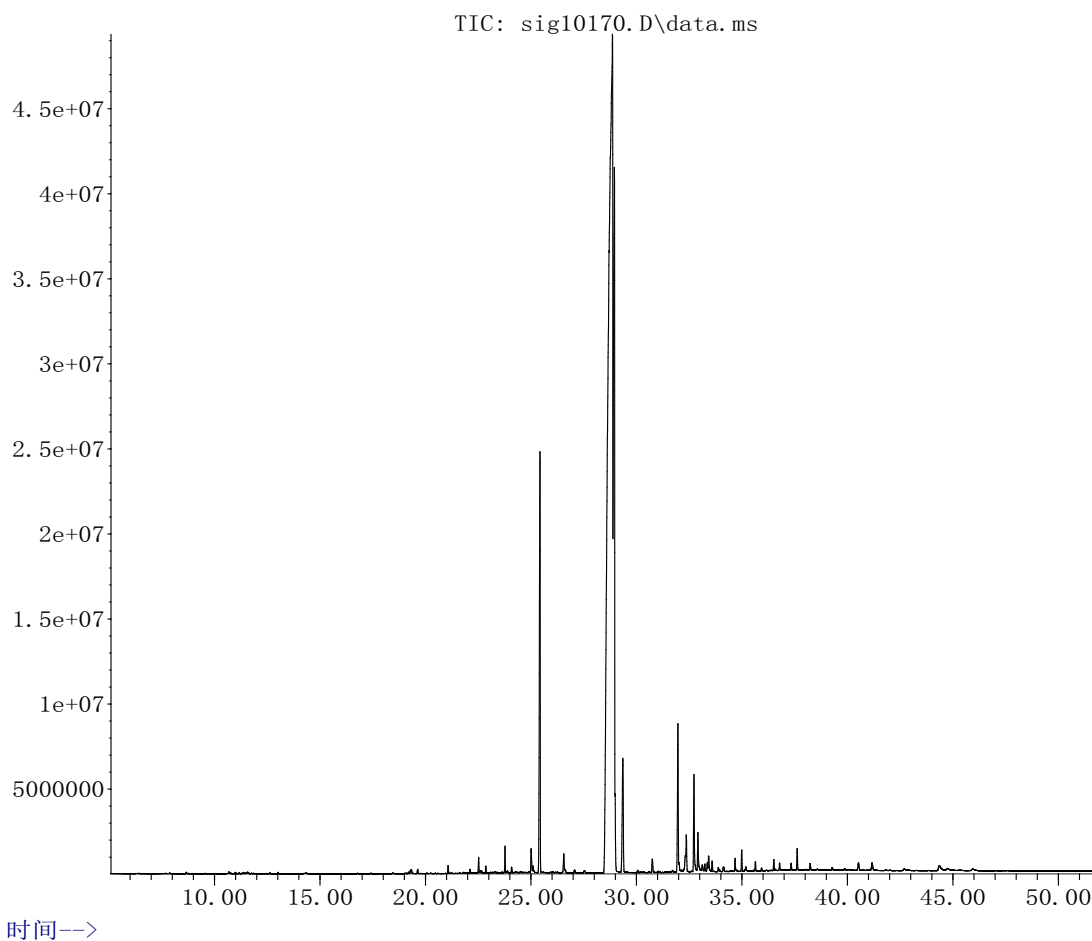


Figure 3. Total ion chromatography of seed oil methyl ester by supercritical fluid extraction

图 3. CO₂ 超临界萃取沙葱籽种子油甲酯化总离子流图

血清含量,提高血清 SOD 活性和 GSH-Px 活性;能显著提高机体内源性抗氧化酶活性,降低体内脂质过氧化水平,起到拮抗动脉粥样硬化的作用[7]。

4. 结论

本研究采用 CO₂ 超临界流体萃取法所得沙葱籽种子油的萃取率为 14.87%,水中蒸馏法所得挥发性成分得率较少,仅为 1.53%。沙葱挥发性成分多为酯类、烯烴和酚类化合物,还有少量醇、醛、酸以及呋喃和吡咯类化合物。其中含量最高的为二乙基十六酸二乙酯,相对含量为 20.828%;其次是角鲨烯,相对含量为 7.383%;联二苯酚类含量也较高,为 5.798%。在超临界流体萃取法所得种子油中鉴定出了 14 种成分,主要为脂肪烴类、不饱和醇类及脂肪酸类化合物。主要成分为亚油酸(相对含量为 68.533%)、油酸(相对含量为 16.640%)和棕榈酸(相对含量为 6.374%),此外还含有花生酸(相对含量为 2.257%)和饱和脂肪酸(十九碳酸相对含量为 1.368%、二十碳酸相对含量为 0.760%、二十二碳酸相对含量为 0.244%),还含有微量角鲨烯(相对含量为 0.242%),其中不饱和脂肪酸含量大于 90%。因此,CO₂ 超临界流体萃取更易获得脂肪烴和脂肪酸类化合物含量较高的沙葱种子油。

致 谢

作者感谢中央高校基本科研业务费专项资金项目(2572016BB01)和东北林业大学大学生创新训练项目(201710225018)的资助。

参考文献 (References)

- [1] 马全林,刘世增,严子柱,贺访印.沙葱的抗旱性特征[J].草业科学,2008,25(6):56-61.
- [2] 贺访印,刘世增,严子柱,马全林.野生沙葱的资源分布与保护利用[J].中国野生植物资源,2007,26(2):14-17.
- [3] 巴俊杰,张春丽,高建萍,秦玉荣,吴彩霞.沙葱营养成分分析[J].内蒙古农业大学学报(自然科学版),2002(4):114-115.
- [4] 杨忠仁.大漠野菜——沙葱的研究进展及开发策略[C]//中国园艺学会.中国园艺学会第七届青年学术讨论会论文集.2006:4.
- [5] 敖长金.沙葱化学成分及其生物学@功能研究进展[J].饲料工业,2010(18):1-5.
- [6] 刘丽娟,刘银燕,杨晓虹.葱属植物甾体化合物及黄酮化合物的研究进展[J].中国药学杂志,2000(6):7-11.
- [7] 张君萍.沙葱籽油和多糖的提取及其降血脂作用[D]:[博士学位论文].南京:南京农业大学,2011.
- [8] 吴时敏.功能性油脂[M].北京:中国轻工业出版社,2001.
- [9] 郭建忠,沈建康,周洪语.榄香烯抗肿瘤作用基础研究进展[J].中国肿瘤临,2003,30(10):752-754.
- [10] 韩轶,戴璨,汤璐瑛.艾叶挥发油抗病毒作用的初步研究[J].氨基酸和生物资源,2005(2):36-38.

期刊投稿者将享受如下服务：

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击：<http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱：br@hanspub.org