使用MV-10 ASFE系统降低天然产物样品的复杂性

通过MV-10 ASFE系统实现了超临界流体萃取(SFE)从大戟属植物的胶液中萃取出巨大戟醇，是一种高效而特别的方法。

目的

使用沃特世MV-10 ASFE™系统有选择性地从复杂的天然产物基质中萃取和富集巨大戟醇，以便实现下游色谱分析和纯化的方法优化。

背景

天然产物一直是药物研发和药物发展线索的巨大来源。尚待开发的生物资源与筛选、分离和合成中的技术成果相结合，使天然产物药物的研发工作再次焕发活力。

天然产物研究中的一个关键步骤是分离具有生物活性的化合物，而这些化合物通常浓度很低，往往被复杂的样品基质所掩盖。这种复杂性成为了随后进行的色谱分析，尤其是制备型色谱分析的一项挑战。由于目标化合物和基质共同竞争色谱柱上的结合位点，因此样品的上样量和纯化通量均会受到严重限制。在收集到所需量的化合物之前，需要进行重复操作，这个过程即费时又费力。

如图1所示，巨大戟醇是一种天然的具有生物活性的化合物，人们正在对其进行研究，将其用作一种治疗获得性免疫缺乏综合征(AIDS)的药物。目前，巨大戟醇的分离方法是使用正己烷萃取大戟属植物，然后进行色谱纯化。由于样品的复杂性导致了整个工艺的收益率非常低。

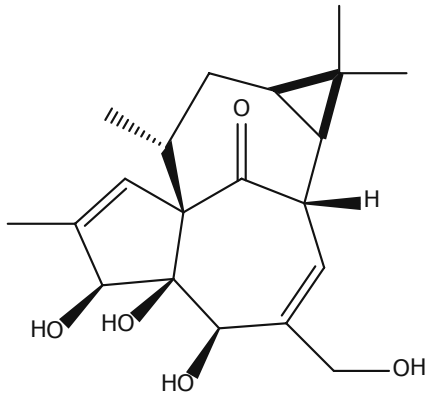

图1. 巨大戟醇的化学结构

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

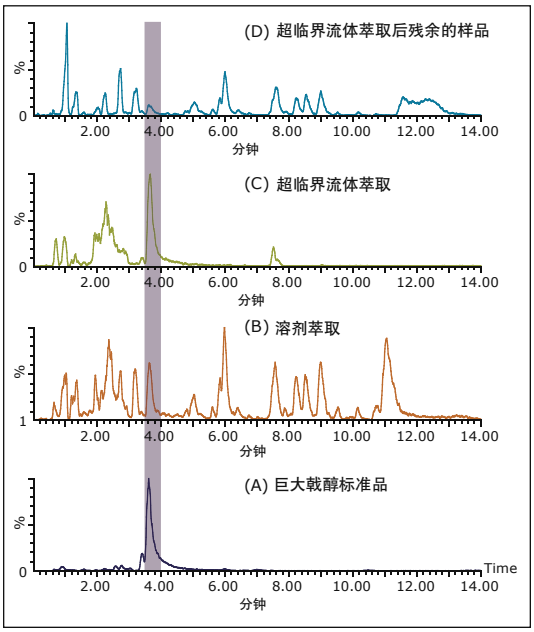

图2. (A)巨大戟醇标准品；(B)溶剂萃取；(C)超临界流体萃取；以及(D)超临界流体萃取后残余的样品这四种分析的SFC/MS BPI色谱图。阴影区域表示目标化合物。请注意，与传统的溶剂萃取相比，使用超临界流体萃取可以提高化合物的收率。

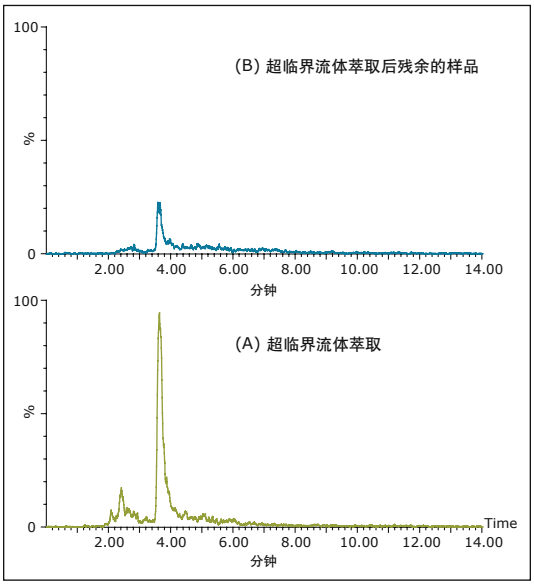

图3. (A)超临界流体萃取；以及(B)超临界流体萃取后残余的样品的SFC/MS XIC (m/z=347) 色谱图。

解决方案

所有超临界流体萃取均在MV-10 ASFE系统上进行。将200 mg的乳胶颗粒装入一个5 mL的容器中，总流速为5 g/min，使用10%的正己烷作为共溶剂。

图2A和图2B显示了使用溶液萃取得到的巨大戟醇标准品和乳胶萃取物的SFC色谱图。尽管出现很强的质谱信号响应，在原样品中的巨大戟醇百分比重量预计小于0.5% (w/w)。图2B中的溶剂萃取物与图2C中的超临界萃取物之间差异明显，在图2C的超临界流体萃取物中，大部分色谱峰在第4分钟后都被消除，呈现出一个更干净、更简洁的色谱图。需要注意的是，图2C中的色谱峰仅与SFC中狭窄的共溶剂浓度范围 (15%~30%) 相对应。使用梯度聚焦可以轻松地开展进一步的方法优化，以保证巨大戟醇能从样品基质中完全分离出来。此外，与溶剂萃取相比，巨大戟醇在超临界流体萃取物的含量明显增大，从而实现了高效的色谱纯化。

图3显示了标准化的超临界流体萃取物和超临界流体萃取后残余样品的提取离子色谱图 (XIC) (m/z=347，去质子化巨大戟醇)。经过1.5小时的动态萃取后，图3B中显示的残留在容器中的巨大戟醇大约为图3A中萃取物的20%。延长萃取时间可以进一步提高萃取的效果。

总结

在精心筛选的条件下，通过超临界流体萃取可以萃取出大戟属植物中80%以上的巨大戟醇。通过对比溶剂萃取与超临界流体萃取萃出物的SFC/MS色谱图，可以得知超临界流体萃取比溶剂萃取具有更高的专属性和效率。因此，样品复杂性得到了显著的降低，能够较容易地进行色谱方法优化。超临界流体萃取萃出物中目标化合物的含量也得到了提高，从而能够更高效地对目标化合物进行色谱纯化。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

Waters是沃特世公司的注册商标。MV-10 ASFE和The Science of What's Possible是沃特世公司的商标。其他所有商标均归各自的拥有者所有。

© 2012 沃特世公司。印制于中国。
2012 年 4 月 720004273ZH LL-PDF

沃特世科技 (上海) 有限公司
北京：010 - 5209 3866
上海：021 - 6156 2666
广州：020 - 2829 6555
成都：028 - 6554 5999

沃特斯中国有限公司
香港：852 - 2964 1800

免费售后服务热线：800 (400) 820 2676
www.waters.com