利用MV-10 ASFE系统对核桃中γ-生育酚的萃取进行系统性优化

目的

通过使用沃特世MV-10 ASFE™系统，对超临界流体萃取过程(包括萃取时间、压力和温度)进行系统性优化，从而提高从核桃中萃取γ-生育酚的产量。

MV-10 ASFE系统配备多萃取器萃取能力和自动化控制软件，是唯一一种用于超临界流体萃取方法开发和优化的理想的超临界流体萃取系统。

背景

很长时间以来，超临界流体萃取法(SFE)用于从各种基质中萃取药疗营养品和生物活性化合物。借助于超临界二氧化碳(CO_2)具有的高扩散性和类似于液体的溶解能力，通过使用液态CO_2作为主要的萃取溶剂，使超临界流体萃取能够实现速度更快、选择性更高的萃取操作，减少有机溶剂用量、缩短溶剂后处理时间。

γ-生育酚(γ-T)存在于多种植物种子、坚果及植物油中，并且是由膳食中摄取的维生素E的主要表现形式。最近的研究显示，γ-生育酚具有独特的抗氧化和抗炎性质。此外，γ-生育酚与前列腺癌之间具有明显的逆相关关系。因此，在饮食中补充γ-生育酚强化维生素的需求不断增加。

γ-生育酚的低极性(LogP=10.4)性质使其成为超临界萃取的理想选择。由于过程变量(例如温度和压力)可能对萃取收率产生重大的影响，在此我们阐述了一种使用超临界流体萃取方法对核桃中γ-T萃取进行系统性优化的方法。

解决方案

为了量化萃取收率，开发出了针对萃取物分析的SFC/MS方法，如图1所示。

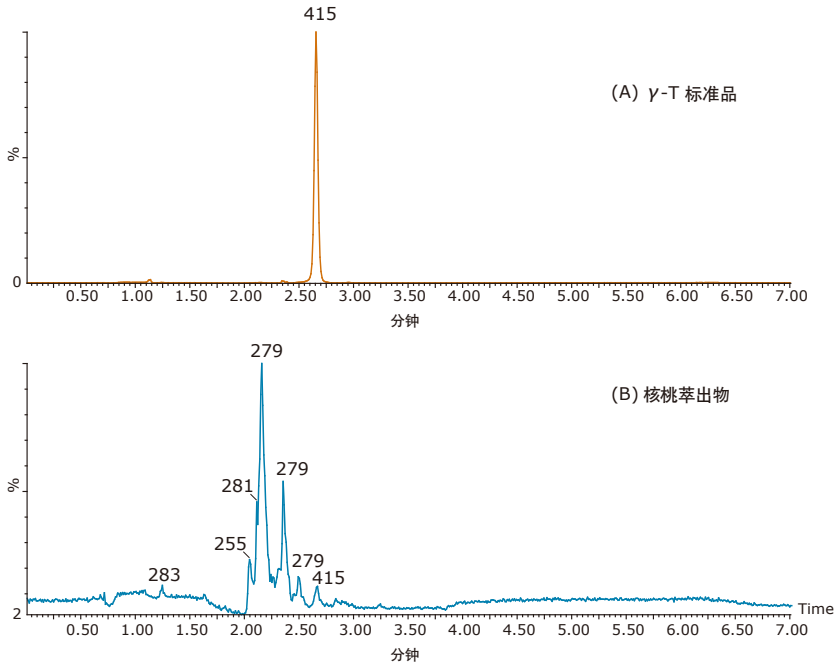

图1. (A) γ-T标准品和(B)核桃萃取物的SFC/MS色谱图。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

所有萃取实验均在MV-10 ASFE系统上进行。在不同级别上对三个关键萃取变量(时间、压力和温度)进行测试。在每次萃取操作中，将总共10 g磨碎的核桃加入25 mL的用手指拧紧的萃取容器中。随后，将萃取物用乙醇稀释，送SFC/MS分析。

图2总结了时间对萃取收率的影响。图中明显看出，在90分钟以后，萃取收率开始达到稳定水平，而提取时间延长导致收率增加很小。例如，将新鲜的核桃萃取60分钟，产生的γ-T的量是萃取时间从90分钟延长至150分钟得到的γ-T量的16倍。这些结果说明，90分钟至120分钟的萃取时间实现收率与总生产率之间理想的平衡。

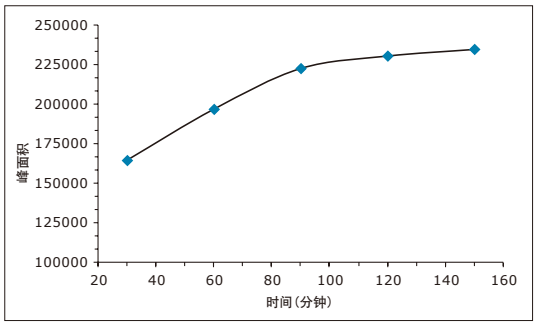

图2. 萃取时间对萃取收率的影响。

随后，对四个温度和五个压力设置进行测试。在多个萃取器中加入样品，置于MV-10 ASFE系统的多萃取器柱温箱内。随后，该萃取操作采用ChromScope™软件自动运行。由于本萃取步骤的主要目的是找出温度和压力的最佳条件，因此，为加快优化速度，所有实验采用的萃取时间都是30分钟。

温度和压力对萃取收率的影响总结见图3。对于温度而言，在50℃至60℃之间，收率最大。温度升高至70℃时，在所有测试的压力设置范围内，收率均降低。其最有可能的原因是γ-T发生热力学降解。另外，压力的影响并没有这么直接。但是，萃取压力为300 bar时，50℃至60℃下的收率达到最高。

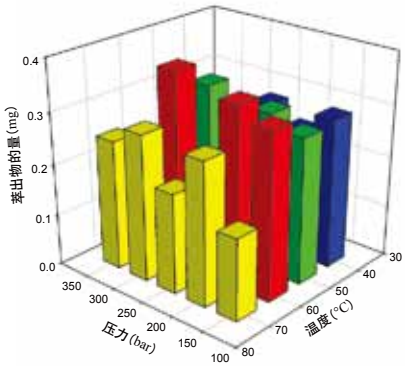

图3. 萃取温度和压力对萃取收率的影响。

总结

配备ChromScope软件的MV-10 ASFE系统使超临界流体萃取的规模化分析的方法开发变得简单和富有成效。在本例中，自动化地对多个萃取器萃取操作的三种过程变量(包括萃取时间、温度和压力)进行了评价。随后的分析以图形说明了以下最佳条件：萃取时间为90至120分钟，萃取压力为300 bar，萃取温度为50℃至60℃。MV-10 ASFE系统的规模减少了原料的使用和溶剂的消耗量。此外，该系统的多萃取器和可编程软件控制的模式尽量减少了操作人员的干预，从而加速了工艺优化过程。MV-10 ASFE系统是对多个变量进行整体评价的超临界流体萃取方法开发和优化的理想选择。

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

Waters是沃特世公司的注册商标。MV-10 ASFE、ChromScope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 720004274EN 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