Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

使用MV-10 ASFE系统萃取动物饲料产品中的脂肪

美国马里兰州农业部，Tom Phillips；美国马萨诸塞州米尔福德沃特世公司，
Tom DePhillipo，Jeff Wright，Rui Chen

应用优势

- 超临界流体萃取可以作为一种替代技术以取代使用快速溶剂萃取技术(ASE)分析脂肪含量。
- 使用软件控制的萃取过程使脂肪的萃取及随后的分析具有更高的准确度和精密度。
- 基于超临界流体萃取的方法可以省掉与脂肪分析有关的水解步骤。
- 对环境的可持续性发展产生积极的影响，并可显著节约成本。

沃特世解决方案

MV-10 ASFE 系统

ChromScope™ 软件

关键词

脂肪，动物饲料，超临界流体萃取，快速溶剂萃取

引言

在动物饲料的生产中，脂肪含量是一项重要的营养和质量控制参数。因此，工艺的优化需要一种快速而可靠的测定方法。各种溶剂萃取方法 — 包括索式萃取和快速溶剂萃取(ASE)，以及随后进行的重力分析，常被用于脂肪含量的分析测定。这些萃取方法经常使用的溶剂包括正己烷和乙醚。

随着人们对环境可持续性意识的增强，超临界流体萃取(SFE)已被用于去除各种基质中的脂肪。超临界二氧化碳(SC-CO_2)的低极性特点是它成为适用于脂肪的一种理想溶剂[1-2]。此外，通过改变压力和温度和/或添加有机溶剂，改变所需的选择性，从而实现对溶解能力的调整。超临界流体萃取的其他优点还包括：二氧化碳毒性相对较小，不可燃且价格低廉；萃取物易于回收；溶剂消耗量和处理量降低。

在本篇应用纪要中，我们对用于从各种动物饲料产品中萃取脂肪的沃特世MV-10 ASFE™系统进行了性能评估，并将评估的结果与使用快速溶剂萃取方法的结果进行了对比。同时，还对采用超临界流体萃取法进行常规脂肪分析的前景进行了讨论。

实验

样品描述

除非另有说明，各种市售动物饲料按照收到时的饲料使用，不作其他处理。

方法条件

超临界流体萃取(SFE)的条件

对于每一个超临界流体萃取实验，将大约3 g研磨粉碎的动物饲料添加到一个5 mL的萃取容器中。将萃取得到的脂肪收集到一个预先称过重的闪烁瓶中。使用Zymark Turbovap LV型蒸发仪除去萃取物中的溶剂后，重新称量闪烁瓶的重量。重量差值即视为样品中脂肪的含量。

温度:	40 °C
压力:	3625 psi
共溶剂:	甲醇
共溶剂(%):	10%
流速:	8 mL/min
软件:	ChromScope
总运行时间:	25 min

快速溶剂萃取的条件

对于每一个快速溶剂萃取实验，将大约3 g研磨粉碎的动物饲料加入一个10 mL的萃取容器中。将萃取的脂肪收集到一个预先称过重的收集瓶中。使用Zymark Turbovap LV型蒸发仪除去萃取物中的溶剂后，重新称量收集瓶的重量。重量差值即视为样品中脂肪的含量。

温度:	125 °C
压力:	1000 psi
萃取溶剂:	正己烷
萃取炉预热时间:	5 min
萃取炉预热周期数:	2
静态时间:	3 min
静态循环次数:	2
冲洗体积:	60%
吹扫时间:	1 min
吹扫循环次数:	2
总运行时间:	18 min

结果与讨论

超临界流体萃取与快速溶剂萃取的对比情况

表1总结了15种动物饲料产品的脂肪分析结果。为了评估超临界流体萃取在脂肪分析中的普遍适用性，我们特意对样品进行了选择，以确保样品在产品形式和饲养动物上的多样性。另外值得注意的是，在进行快速溶剂萃取之前，将样品8和样品9进行了水解。在加速溶剂萃取方法中，通常的做法是萃取之前加入分解样品的水解步骤，以便破坏细胞壁，释放脂肪。

瓶号:	类型	饲养动物	标签声明 (%)	快速溶剂萃取法萃取出的脂肪量 (%)	超临界流体萃取法萃取出的脂肪量 (%)
1	粒状饲料	马	12.000	12.950	12.209
2	粗磨饲料	牛	2.000	4.300	2.093
3	粒状饲料	马	7.000	7.006	8.033
4	粉碎饲料	家禽	8.000	7.945	8.652
5	干草	牛	4.000	3.978	4.227
6	粗磨饲料	多种动物	5.000	4.966	5.840
7	粗磨饲料	马	2.750	3.447	2.602
8	干焙烤产品	配料	7.000	6.800*	7.090
9	粒状饲料	狗	14.000	13.600*	14.693
10	粒状饲料	羊	2.000	2.833	2.646
11	粒状饲料	羔羊	2.000	2.735	2.120
12	粗磨饲料	马	10.000	9.811	10.070
13	干甜菜浆	配料	0.250	0.671	0.238
14	粗磨饲料	牛	3.500	3.589	4.081
15	粒状饲料	马	12.000	12.400	12.265
*进行快速溶剂萃取之前，将样品用酸水解。					

表1. 15种动物饲料产品的脂肪含量。

但是，对于超临界流体萃取方法，并不需要这个水解步骤。对于样品8和样品9，使用超临界流体萃取法萃取得到的脂肪含量稍高于使用快速溶剂萃取法萃取得到的脂肪含量。这可能是由于超临界二氧化碳的独特性质导致的。超临界二氧化碳气体样的扩散性和液体样的溶解能力使二氧化碳更容易穿透其他溶剂难以穿透的基质，例如干焙烤产品中富含麸质的颗粒(样品8)，将脂肪成分溶解并将其转移出来。

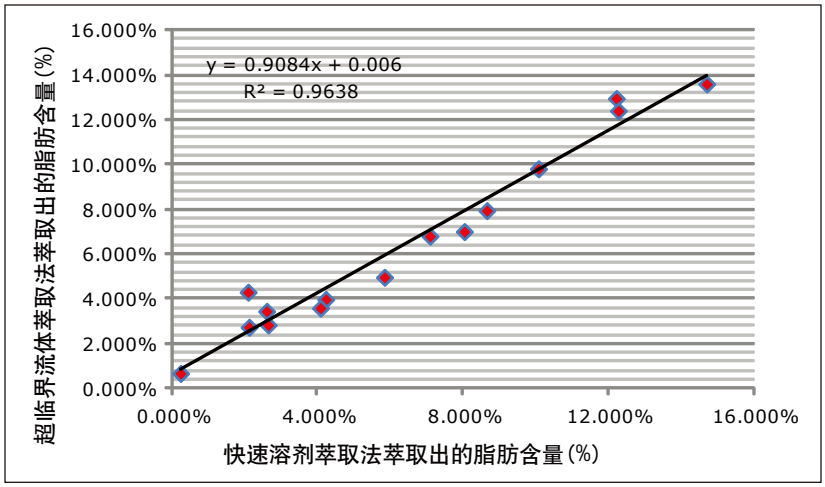

图1. 通过超临界流体萃取法与快速溶剂萃取法萃取得到的脂肪含量之间的关系。

图1是通过超临界流体萃取法与快速溶剂萃取法萃取得到的脂肪含量之间的关系。很明显，两种萃取方法是一致的。其结果表明，在脂肪分析中，超临界流体萃取是快速溶剂萃取的一种潜在替代方法。

准确度和精密度

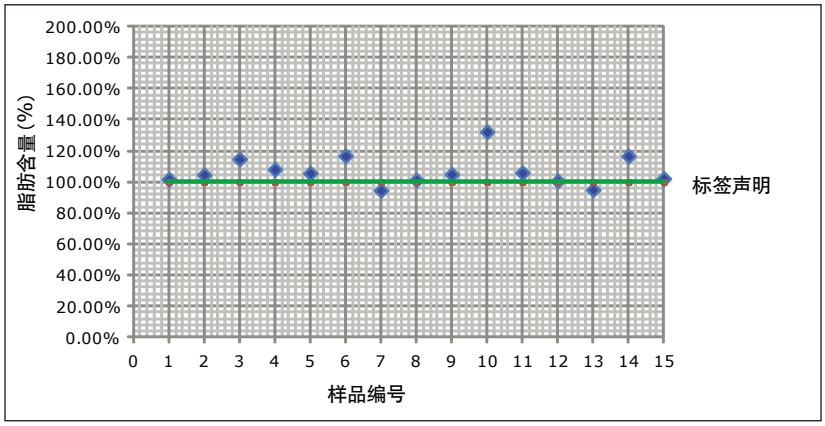

图2. 通过超临界流体萃取法萃取得到的脂肪含量 (%) 与标签声明 (15种样品)。

图2是根据超临界流体萃取法得到的脂肪含量 (%) 的分布状况。脂肪含量 (%) 范围是95%至132%，大部分样品 (11/15个样品) 的脂肪含量范围是95%至110%，表明其脂肪含量完全符合标签声明。

表2汇总了基于超临界流体萃取法进行脂肪分析的再现性研究的数据。五个平行实验的相对标准偏差%(RSD%)小于2%。MV-10 ASFE系统由ChromScope软件控制。样品加入萃取器后，萃取过程无需用户干预，从而保证后续分析的高精密度。

瓶号：	空瓶 (g)	脂肪+空瓶 (g)	样品重量 (g)	脂肪含量%
1	24.6961	24.8251	3.15	4.095
2	24.7558	24.8848	3.09	4.175
3	24.6134	24.7424	3.07	4.202
4	24.9672	25.0962	3.22	4.006
5	24.8170	24.9486	3.18	4.138
平均值				4.123
标准偏差				0.000767
相对标准差%				1.861%

表2. 五个平行实验的脂肪分析结果。

应当注意的是，所有实验均使用了超额的萃取时间(25 min)，以保证萃取安全。实际上，脂肪成分在开始后的5分钟时间内就流出。初步的时长研究表明，脂肪分析的最佳萃取时间可以缩短至10分钟以内。

结论

在本应用纪要中，我们说明了超临界流体萃取可以替代工业中主要采用的快速溶剂萃取方法，将其用于动物饲料脂肪含量的测定。使用软件控制的萃取工艺实现了整个分析的准确度和精密度。基于超临界流体萃取的方法也省去了水解步骤，而这一步骤是其他萃取方法的必需步骤。最后，除对环境可持续性产生的积极影响外，与快速溶剂萃取中使用的正己烷相比，超临界流体萃取使用的是甲醇，这样可以显著节约成本。

参考文献

1. Taylor SL, King JW, List GR. Determination of oil content in oilseeds by analytical supercritical fluid extraction. *J Am Oil Chem Soc.* 1993 Apr; 70(4):437-9.
2. King JW, Eller FJ, Snyder JM, Johnson JH, McKeith FK, Stites CR. Extraction of fat from ground beef for nutrient analysis using analytical supercritical fluid extraction. *J Agric Food Chem.* 1996 Sept; 44:2700-4.

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 年沃特世公司。印制于中国

2012 年 9 月 720004446EN AG-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