



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101855330 B

(45) 授权公告日 2014. 05. 07

(21) 申请号 200980100901. 5

B01D 11/02(2006. 01)

(22) 申请日 2009. 08. 07

(56) 对比文件

(30) 优先权数据

PI20084925 2008. 12. 04 MY

KR 10-0522206 B1, 2005. 10. 18, 全文.

CN 1810756 A, 2006. 08. 02, 全文.

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2010. 04. 30

Machmudah et al. Extraction of nigella satival L. using supercritical co2: a study of antioxidant activity of the extract. 《Separation science and technology》. 2005, (第6期), 1267-1275.

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/MY2009/000115 2009. 08. 07

(87) PCT国际申请的公布数据

W02010/064891 EN 2010. 06. 10

审查员 高雁

(73) 专利权人 马来西亚博特拉大学

地址 马来西亚雪兰莪

(72) 发明人 玛兹纳·伊斯梅尔

戈汉亚·阿尔-纳奎布 陈奇伟

拉加·努扎图尔·厄法·阿德纳恩

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 陈季壮

(51) Int. Cl.

C11B 1/10(2006. 01)

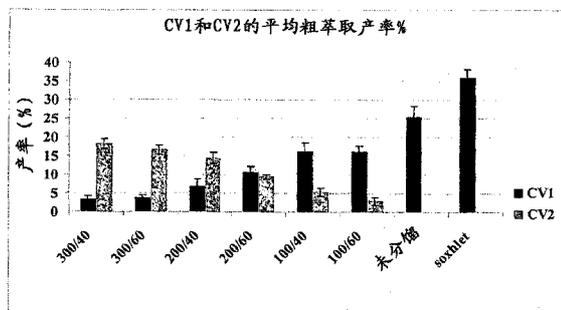
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

非挥发油和富含麝香醌的馏分 (TQRF) 的萃取

(57) 摘要

本发明报道了 SFE 适合于果黑种草种子油的萃取和分馏。通过 SFE 萃取 (600bar/40℃) 和分馏 (100-200bar/40-60℃) 生产的 TQRF 具有高含量的 TQ 和抗氧化剂活性。SFE 分馏在短的时间内和以低成本的方式有效地浓缩果黑种草种子油的 TQ 含量和抗氧化剂活性, 且没有使用任何有害的有机溶剂。



1. 具有 25-30g/min 的二氧化碳加料速度以供从果黑种草种子中萃取富含麝香醌的馏分 (TQRF) 的超临界流体萃取方法,该方法包括下述步骤:

(a) 在 300-600bar 的压力下和在 31-80°C 的温度下,萃取果黑种草种子的粗油,和

(b) 在 100-300bar 的压力下和在 31-80°C 的温度下,将在步骤 (a) 中获得的果黑种草种子的粗油进行分馏。

2. 权利要求 1 的方法,其中该方法进行 2-3 小时。

3. 权利要求 1 的方法,其中超临界流体是超临界的二氧化碳。

4. 权利要求 1 的方法,其中采用 100g 清洁、干燥和粉碎的果黑种草种子的样品大小进行该方法。

5. 权利要求 1 的方法,其中在 80°C 的温度和 600bar 的压力下的所述油内的麝香醌 (TQ) 含量为 0.08%。

6. 权利要求 1 的方法,其中在 40°C 的温度和 600bar 的压力下的所述油内的麝香醌 (TQ) 含量为 0.2%。

7. 权利要求 1 的方法,其中所述油内的麝香醌 (TQ) 含量范围为 5.7-64.5mg TQ/g 油。

8. 权利要求 1 的方法,其中 TQRF 显示出抗氧化剂活性。

9. 权利要求 8 的方法,其中  $\alpha$ -生育酚、生育三烯酚和植物甾醇提高 TQRF 的抗氧化剂活性。

10. 具有 25-30g/min 的二氧化碳加料速度以供从果黑种草种子中同时萃取非挥发油和富含麝香醌的馏分 (TQRF) 的超临界流体萃取方法,该方法包括下述步骤:

(a) 在 300-600bar 的压力下和在 31-80°C 的温度下,萃取果黑种草种子的粗油,和

(b) 在 100-300bar 的压力下和在 31-80°C 的温度下,将步骤 (a) 中获得的果黑种草种子的粗油进行分馏。

11. 权利要求 10 的方法,其中该方法进行 2-3 小时。

12. 权利要求 10 的方法,其中超临界流体是超临界的二氧化碳。

13. 权利要求 10 的方法,其中采用 100g 清洁、干燥和粉碎的果黑种草种子的样品大小进行该方法。

14. 权利要求 10 的方法,其中在 40-80°C 的分馏温度和 100-300bar 的分馏压力下,TQRF 内的 TQ 含量是非挥发油内 TQ 含量的 2-65 倍。

15. 权利要求 10 的方法,其中每 g 非挥发油或 TQRF 显示出相当于 12-75mg  $\alpha$ -生育酚的抗氧化剂活性。

16. 权利要求 10 的方法,其中 TQRF 的抗氧化剂活性比非挥发油高 7 倍。

17. 权利要求 15 的方法,其中  $\alpha$ -生育酚、生育三烯酚和植物甾醇提高 TQRF 的抗氧化剂活性。

## 非挥发油和富含麝香醌的馏分 (TQRF) 的萃取

### 发明领域

[0001] 本发明一般地涉及非挥发油和富含麝香醌的馏分 (TQRF) 的萃取。

[0002] 发明背景

[0003] *Nigella sativa* L. 属于毛茛科 (Ranunculaceae) 属, 数千年以来, 毛茛科属被称为食品调味剂、食品防腐剂以及健康促进成分。一般地, 果黑种草 (*Nigella sativa*) 种子含有大于 30% 的非挥发油和 0.40% - 0.45% 挥发油。果黑种草油被视为优良的功能性可食用油之一, 因为它在人类营养以及预防和治疗疾病中具有有利的作用。

[0004] 在果黑种草挥发油内, 麝香醌 (TQ) 是主要的生物活性组分 (18.4% - 24%)。许多药学研究报道了果黑种草油及其生物活性化合物, TQ 拥有多种有益健康的活性成分, 其中包括抗肿瘤、消炎、抗菌、抗糖尿病、抗高血压、高血糖症、抗氧化和免疫调节活性成分,

[0005] 由于它的多种健康优势, 从果黑种草种子中萃取 TQ 是尤其重要的, 因此受到了研究者和最近全世界的营养工业连续的关注。然而, 在果黑种草种子中萃取油所使用的目前的方法 (溶剂萃取和水蒸馏) 不仅耗时、成本高和环境有害, 而且若有机溶剂没有完全从萃取物中除去的话, 则对消费者的健康产生威胁。关于这一点, 超临界二氧化碳流体萃取 (SFE) 似乎是果黑种草种子萃取的较好的替代方案。有利地, SFE 提供在萃取工艺中使用无毒、不爆炸、环境友好、成本有效、节约时间和选择性可调节的溶剂 (超临界二氧化碳流体)。此外, 还能在低温和不含氧的条件下实施油萃取。这一特征在萃取生物活性化合物中是非常关键的, 所述生物活性化合物, 例如 TQ 对氧化降解高度敏感。另一方面, 通过使用 SFE 同时分馏使得能以不含溶剂以及时间和成本节约的方式进行目标生物活性化合物, 例如 TQ 的浓缩。

[0006] 本发明的目的是开发萃取工序, 通过 SFE 萃取和分馏, 获得生物活性化合物 (例如 TQ) 含量高和抗氧化剂活性高的果黑种草种子油和馏分。

[0007] 发明概述

[0008] 因此, 提供从果黑种草种子中萃取非挥发油的超临界流体萃取方法, 该方法包括下述步骤: 在 300-600bar 的压力下和在 31-80°C 的温度下, 萃取果黑种草种子的粗油。

[0009] 还提供具有 25-30g/min 的二氧化碳加料速度的超临界流体萃取方法以供从果黑种草种子中萃取富含麝香醌的馏分 (TQRF), 该方法包括下述步骤: (a) 在 300-600bar 的压力下和在 31-80°C 的温度下, 萃取果黑种草种子的粗油, 和 (b) 在 100-300bar 的压力下和在 31-80°C 的温度下, 将步骤 (a) 中获得的果黑种草种子的粗油进行分馏。

[0010] 此外, 还提供具有 25-30g/min 的二氧化碳加料速度的超临界流体萃取方法以便从果黑种草种子中同时萃取非挥发油和富含麝香醌的馏分 (TQRF), 该方法包括下述步骤: (a) 在 300-600bar 的压力下和在 31-80°C 的温度下, 萃取果黑种草种子的粗油, 和 (b) 在 100-300bar 的压力下和在 31-80°C 的温度下, 将步骤 (a) 中获得的果黑种草种子的粗油进行分馏。

[0011] 本发明由在随后的说明书和附图中充分地描述和阐述的数个新型特征和部分的结合组成, 要理解, 可在没有脱离本发明的范围或牺牲本发明的任何优点的情况下, 可作出

细节的各种变化。

[0012] 附图简述

[0013] 附图构成本说明书的一部分且包括本发明的例举或优选的实施方案,这些实施方案可以各种形式体现。然而,应当理解,所公开的优选实施方案仅仅是本发明的例举,因此,此处的附图不解释为限制,仅仅是作为权利要求和教导本发明技术人员的基础。

[0014] 图 1 示出了不同果黑种草种子油馏分的产率 ( $n = 2$ ) ;

[0015] 图 2 示出了不同果黑种草种子油馏分的 TQ 浓度 ( $n = 2$ ) ;

[0016] 图 3 示出了不同果黑种草种子油馏分的 DPPH 自由基清除活性 ( $n = 2$ ) ;和

[0017] 图 4 示出了不同果黑种草种子油馏分的加尔万氧基 (galvonoxyl) 清除活性 ( $n = 2$ )。

[0018] 优选实施方案的详细说明

[0019] 本发明特别地涉及非挥发油和富含麝香醌的馏分 (TQRF) 的萃取。下文中,说明书将根据本发明的优选实施方案描述本发明。然而,要理解,对本发明优选实施方案说明的限制仅仅有助于讨论本发明,和将预见本领域的技术人员可在没有脱离所附权利要求范围的情况下,作出各种改性和等价方案。

[0020] 本发明提供 SFE 萃取工序,它允许同时实施果黑种草种子的全部油萃取和果黑种草油馏分中的 TQ 浓缩。通过本发明,可以在没有使用任何进一步的纯化工艺(所述纯化工艺牵涉使用危险的有机溶剂以及昂贵的设备)情况下,在较短的时间内和以较低的成本方式,获得来自果黑种草种子的高度抗氧化的 TQRF。除了生产 TQRF 以外,本发明还同时生产可具有其他经济价值的大量果黑种草种子非挥发油 (NSO)。NSO 应当是在果黑种草营养和化妆 (cosmoceutical) 产品,例如功能性蒸煮油、面霜等等内的较低浓度范围使用的主要成分。因此,本发明还有助于果黑种草种子油的废物减少和功能多样化。

[0021] 一般地,本发明提供从果黑种草种子中萃取非挥发油和 TQRF,该方法包括下述步骤:在 300-600bar 的压力下和在 31-80°C 的温度下,萃取果黑种草种子的粗油,和在 100-300bar 的压力下和在 31-80°C 的温度下,将步骤 (a) 中获得的果黑种草种子的粗油分馏。

[0022] 萃取可以是独立的,即非挥发油和 TQRF 可以独立单独或同时萃取。

[0023] 在本发明的优选实施方案中,超临界流体是超临界的二氧化碳,和萃取基于 100g 清洁、干燥和粉碎的果黑种草种子的样品尺寸。

[0024] 参考下述实施例,和这些实施例旨在阐述而不是限制。

[0025] 选择 SFE 参数以供分馏

[0026] a. 样品制备

[0027] 清洁果黑种草种子并在 40°C 烘箱内干燥,直到达到恒重。然后通过使用电粉碎机 (Waring Blender),将 100g 种子粉碎成粉末,历时 1 分钟。这一工序应当仅仅在开始 SFE 萃取之前进行。

[0028] b. SFE 萃取

[0029] 通过使用超临界二氧化碳萃取剂 (Thar 1000F),在 4 个不同的萃取参数(压力 (bar)/温度 (°C)) 如下所述:400bar/40 ;600/40 ;600/60 ;600/80),萃取果黑种草种子。简而言之,将 100g 粉碎的果黑种草种子放置在 1 升萃取容器内。在紧密地密封萃取容器之后,

设定所需的萃取温度。采用恒定的二氧化碳流速 (30g/min) 增加萃取容器内的压力, 并通过自动化的反压调节器调节。在达到所需的温度和压力之后, 开始 SFE 萃取。整个萃取工艺持续 3 小时, 并在每 1 小时的间隔处, 从收集容器中收集油样品。通过累积各时间间隔的产率, 计算从萃取中得到的全部油产率。

[0030] c. 测定在果黑种草 SFE 油内的 TQ 含量

[0031] 通过使用配有  $C_{18}$  反相柱 (Zorbax SB-C18) 的分析 HPLC (Agilent1100), 测定在果黑种草油内的 TQ 含量。移动相由水、甲醇 (FisherScientific) 和异丙醇 (FisherScientific) 分别以 50 : 45 : 5(v/v) 之比组成。移动相的流速设定为 1.5ml/min。果黑种草油最初溶解在异丙醇内, 并经 0.45 微米的 Millipore 过滤器过滤, 之后注射 (20 微升) 到 HPLC 体系内。通过麝香酮标准 (Sigma) 曲线测定果黑种草 SFE 油中的麝香酮含量, 并以 mg TQ/g 油为单位表达。

[0032] d. 结果

[0033] 表 1: 通过 SFE 萃取的果黑种草种子油中油的产率 (n = 3)

[0034]

SFE 参数	每小时 SFE 萃取的油产率 (% , w/w)			累积产率 (% , w/w)
	第 1 小时	第 2 小时	第 3 小时	
400bar/40°C	-	-	-	19.32 <sup>a</sup> ± 0.81
600bar/40°C	18.81 ± 0.22	5.08 ± 0.48	4.02 ± 0.70	27.92 <sup>b</sup> ± 1.27
600bar/60°C	19.24 ± 0.65	5.78 ± 0.47	4.55 ± 0.37	29.47 <sup>b</sup> ± 1.26
600bar/80°C	24.44 ± 0.38	7.34 ± 0.95	5.08 ± 0.09	36.87 <sup>c</sup> ± 0.81

[0035] a-c : 在同一栏内不同的字母表示置信度差异 (P < 0.05)。

[0036] 表 2: 通过 SFE 萃取的果黑种草种子油中 TQ 的含量 (n = 3)

[0037]

SFE 参数 (bar/°C)	每小时 SFE 萃取中油内的 TQ 含量			油中的累积 TQ 含量 (mg TQ/g 油)	在全部油产量 内累积的 TQ 含 量 (g TQ/100g 种子)
	第 1 小时	第 2 小时	第 3 小时 (g TQ/100g 油)		
600/40	2.77 ± 0.20	0.93 ± 0.18	0.49 ± 0.09	21.01 <sup>a</sup>	0.587
600/60	2.49 ± 0.38	1.08 ± 0.53	0.79 ± 0.64	19.59 <sup>a</sup>	0.577
600/80	2.10 ± 0.16	0.70 ± 0.10	0.52 ± 0.04	16.02 <sup>b</sup>	0.590

[0038] a-b : 在同一栏内不同的字母表示置信度差异 (P < 0.05)。

[0039] 表 1 和 2 分别表明, 通过 SFE 萃取的果黑种草种子油的产率和 TQ 含量。结果表明在等温条件 (40°C) 下, 萃取压力从 400bar 升高到 600bar 将显著增加果黑种草油的产量 (P < 0.05)。除此以外, 结果还表明在 600bar 的恒定压力下, SFE 萃取温度升高显著增加所得

产率,但降低油中的 TQ 含量 ( $P < 0.05$ )。在第 1 小时的萃取中,在 600bar 下结合 40-80℃ 的温度范围萃取 SFE 将有效地从果黑种草种子中萃取大多数油和 TQ (> 50% 来自全部可萃取物质)。然而,在随后 2 小时的萃取中观察到油产量和 TQ 含量下降。通过这一实验,选择 600bar/40℃ 作为进一步分馏的 SFE 参数,因为其 TQ 含量高和能量(热)要求低。

[0040] 通过 SFE 分馏,从果黑种草种子中生产高度抗氧化的 TQRF

[0041] a. 样品制备

[0042] 清洁并在烘箱内在 40℃ 下干燥果黑种草种子,直到达到恒重。然后通过使用电粉碎机(Waring Blender)1 分钟,将 100g 种子粉碎成粉末。这一工序应当仅仅在开始 SFE 萃取之前进行。

[0043] b. SFE 萃取和分馏

[0044] 通过使用超临界二氧化碳萃取剂(Thar 1000F),在 9 种不同的分馏参数(压力(bar)/温度(℃))如下所述:300bar/40℃,300bar/60℃,200bar/40℃,200bar/60℃,100bar/40℃,100bar/60℃)下,(600bar/40℃)萃取果黑种草种子并分馏。简而言之,将 100g 粉碎的果黑种草种子放置在 1 升萃取容器内。在紧密地密封萃取容器之后,设定萃取温度在 40℃ 下。采用恒定的二氧化碳流速(25g/min)增加萃取容器内的压力,并通过自动化的反压调节器调节。在萃取容器达到 600bar 和 40℃ 之后,开始 SFE 分馏。在第一收集容器内,根据 6 种不同的设计分馏参数(压力(bar)/温度(℃))如下所述:300bar/40℃,300bar/60℃,200bar/40℃,200bar/60℃,100bar/40℃,100bar/60℃),通过调节容器的内部压力和温度,实施果黑种草油的分馏。与此同时,第二收集容器的条件设定在大气压(1bar)和室温(25℃)下,以便从第一容器内的馏分中收集所有的萃取物。整个萃取和分馏工艺持续 2.5 小时。在完成萃取之后,使萃取容器和第一收集容器减压,并分别从第一收集容器和第二收集容器中收集馏分。最后计算在第一收集容器和第二收集容器内的果黑种草馏分的产量。在这一实施例中,为了比较,使用未分馏的 SFE 和石油醚萃取(Soxxhlet,AOAC 方法)的油作为主题。

[0045] c. 采用 Soxhlet 方法溶剂萃取

[0046] 通过使用 Soxhlet 方法(AOAC 方法),进行溶剂萃取,和所使用的溶剂是石油醚。首先,称取 10g 粉碎的果黑种草种子,并转移到萃取套管内。然后将套管转移到 Soxhlet 萃取器(Witeg,德国)内,并固定称重过的烧瓶。将 200ml 石油醚加入到烧瓶内。连接该装置到冷凝器上并开启自来水。在电热萃取单元上进行萃取 8 小时。在 8 小时之后,取出含石油醚的烧瓶。减压蒸发石油醚。然后将烧瓶转移到真空烘箱内 1 小时,干燥萃取物。最后,在干燥器内冷却烧瓶,和计算馏分的产量。

[0047] d. 测定在果黑种草 SFE 馏分内的 TQ 含量

[0048] 通过使用配有  $C_{18}$  反相柱(Zorbax SB-C18)的分析 HPLC(Agilent1100),测定在果黑种草馏分内的 TQ 含量。移动相由水、甲醇(FisherScientific)和异丙醇(FisherScientific)分别以 50 : 45 : 5(v/v)之比组成。移动相的流速设定为 1.5ml/min。果黑种草馏分最初溶解在异丙醇内,并经 0.45 微米的 Millipore 过滤器过滤,之后注射(20 微升)到 HPLC 体系内。通过麝香酮标准(Sigma)曲线测定果黑种草 SFE 馏分中的麝香酮含量,并以 mg TQ/g 馏分为单位表达。

[0049] e. 果黑种草 SFE 馏分的 DPPH 自由基清除活性

[0050] 测量果黑种草 SFE 馏分的 DPPH 自由基清除活性。在这一试验中,  $\alpha$ -生育酚用作标准的亲脂抗氧化剂。简而言之, 添加不同浓度下的 0.1ml 甲苯样品溶液和 0.39ml 新鲜甲苯的 DPPH 溶液 (0.1mM)。然后, 剧烈地摇动混合物并静置在暗处 60 分钟。最后, 使用 UV-可见分光光度计 (Pharmaspec uv-1700, Shimadzu), 相对于纯甲苯 (空白), 在 515nm 处测量混合物的吸光度。通过  $\alpha$ -生育酚标准曲线测定果黑种草 SFE 馏分的 DPPH 自由基清除活性, 并以 mg  $\alpha$ -生育酚当量 (Teq)/g 样品为单位表达。

[0051] f. 果黑种草 SFE 馏分的加尔万氧基自由基清除活性

[0052] 测量果黑种草 SFE 馏分的加尔万氧基自由基清除活性。在这一试验中,  $\alpha$ -生育酚用作标准的亲脂抗氧化剂。简而言之, 允许 20mg 油样品 (在 200 微升甲苯内) 与加尔万氧基 (0.125mM) 的 200 微升甲苯溶液反应 60 分钟。随后, 在室温下, 通过使用 ESR (JEOL, 日本), 在下述条件: 中心流体 =  $336.374 \pm 5\text{mT}$ ; 扫描时间 = 1 分钟; 微波功率 = 4mW; 调制频率 = 100kHz, 调制宽度 = 0.08mT; 振幅 = 60 和时间恒定 = 0.1 秒下, 测量样品的抗自由基活性。通过  $\alpha$ -生育酚标准曲线测定果黑种草 SFE 馏分的加尔万氧基自由基清除活性, 并以 mg  $\alpha$ -生育酚当量 (Teq)/g 样品为单位表达。

[0053] g. 结果

[0054] 附图中阐述了这一试验的结果。图 1 表明不同果黑种草种子油馏分的产量。结果表明, 与所有的 SFE 萃取相比, 从果黑种草种子中 Soxhlet 萃取得到较高百分数的油 ( $P < 0.05$ )。除此以外, 结果还表明, 分馏压力下降将降低在第二收集容器内获得的馏分产量, 而在大多数情况下, 分馏温度的变化没有改变馏分产量 ( $P > 0.05$ )。

[0055] 图 2 表明不同果黑种草种子油馏分中的 TQ 浓度。结果表明, 与未分馏和 Soxhlet 样品相比, 在 100bar/40°C 下的分馏将有效地增加果黑种草油中的 TQ 含量约 10 倍 ( $P < 0.05$ )。另一方面, 在 100bar/40°C 下分馏 ( $\sim 6.5\%$  w/w 油) 的 TQ 含量比现有技术中报道的果黑种草油 (0.05% w/w 油) 中的 TQ 含量高约 100 倍。

[0056] 图 3 和 4 表明不同果黑种草种子油馏分的 DPPH 和加尔万氧基自由基清除活性。结果表明, 与未分馏和 Soxhlet 样品相比, 在 100bar/40°C 和 100bar/60°C 下分馏将大大地改进果黑种草油对 DPPH 和加尔万氧基自由基的抗自由基活性 ( $P < 0.05$ )。总之, 发现在 100bar/40°C 下分馏是生产高度抗氧化的 TQRF 的最好的 SFE 分馏参数, 因为其 TQ 含量高且抗氧化剂活性大大地改进。

[0057] 如图所示, 控制各种参数, 例如压力和温度使得能优化产量。例如, 在等温条件 (40°C) 下从 400bar 升高萃取压力到 600bar 将增加油的产率从 19.32% 到 27.919%。另一方面, 在等压条件 (600bar) 下升高萃取温度从 40 到 80°C 将增加油的产率从 27.919% 到 36.87%。在等压条件 (600bar) 下降低萃取温度从 80°C 到 40°C 将增加油内的 TQ 含量从 0.08% 到 0.2% (w/w)。在 600bar 下的萃取压力结合在 40°C 下的萃取温度是进一步分馏所选择的最佳的 SFE 参数, 以便从果黑种草种子中同时生产油和 TQRF。

[0058] 二氧化碳原料为 25-30g/min, 和在萃取容器达到萃取压力为 400-600bar 和萃取温度为 40-80°C 之后, 萃取持续时间为 2.5-3 小时。

[0059] 注意, SFE 适合于果黑种草种子油萃取, 其中萃取压力范围为 400-600bar, 结合萃取温度范围为 40-80°C, 这将导致范围为 19.32% -36.87% (w/w) 的油产率。

[0060] 在 600bar 下的萃取压力结合在 80°C 下的萃取温度导致最高的油产率 (36.87%)。

与此同时,在 600bar 下的萃取压力结合 40℃下的萃取温度导致油中最高的 TQ 含量(0.2%)。

[0061] 在等压(600bar)下,在温度范围为 40–80℃下,在第一小时的萃取中,SFE 萃取将有效地从果黑种草种子中萃取大多数油和 TQ(>50%来自于全部可萃取物质)。

[0062] 该方法提供的油产率范围为 3.84–36.01%,TQ 含量范围为 5.7–64.5mg TQ/g 油。注意,在第二和第三小时的萃取中,观察到油产率和 TQ 含量下降。

[0063] 通过 Soxhlet 萃取,根据 AOAC 方法,通过使用石油醚,获得图 1-4 所示的 Soxhlet 果黑种草种子油。注意 Soxhlet 萃取得到比所有 SFE 萃取和分馏高的产率。Soxhlet 萃取得到比所有 SFE 萃取和分馏低的 TQ 含量。分馏果黑种草种子油得到比 Soxhlet 法(高于 4.3–58.8mgTQ/g 油)和未分馏(高于 2.4–56.9mg TQ/g 油)的果黑种草种子油高的 TQ 含量。

[0064] 为了比较目的,生产未分馏和 Soxhlet 法果黑种草种子油。与未分馏的油相比,在 100–300bar 的压力和 40–60℃的温度下,通过使用超临界流体萃取,分馏果黑种草种子油会降低所得的全部油产率,其范围为 3.8%–6.1%。

[0065] 在第一收集容器内,在等压条件(分别 100、200 和 300bar)下,分馏温度从 40 增加到 60℃将增加油的产率,但在第二收集容器内,相应地降低油产率。另一方面,在等温条件(分别 40 和 60℃)下,分馏压力从 100 增加到 300bar 会降低第一收集容器内的油产率,但相应地增加第二收集容器内的油产率。

[0066] 注意,通过 DPPH 自由基清除活性试验,每 g 果黑种草种子油或馏分提供类似于 40.96g–73.68mg  $\alpha$ -生育酚的抗氧化剂活性。类似地,通过加尔万氧基自由基清除活性试验,每 g 果黑种草种子油或馏分提供类似于 12.26–73.44mg  $\alpha$ -生育酚的抗氧化剂活性。

[0067] 通过 DPPH 和加尔万氧基自由基清除活性试验,在 600bar 的萃取压力和 40℃的萃取温度下,接着在 100–200bar 的分馏压力和 40–60℃的分馏温度下生产的果黑种草馏分显示出比 Soxhlet 和未分馏的油好的抗氧化剂活性(高于 2.4–56.9mg TQ/g 油)。

[0068] 注意,从果黑种草种子油的萃取物中获得的 TQRF 具有比 SFE-未分馏的果黑种草种子油和常规溶剂(石油醚)萃取油高的 TQ 含量和抗氧化剂活性。这是因为其他抗氧化化合物,例如  $\alpha$ -生育酚、生育三烯酚和植物甾醇等等也可有助于 TQRF 的抗氧化剂活性。

[0069] 还必须理解,以上所述的方法可用于浓缩其他挥发的生物活性化合物。

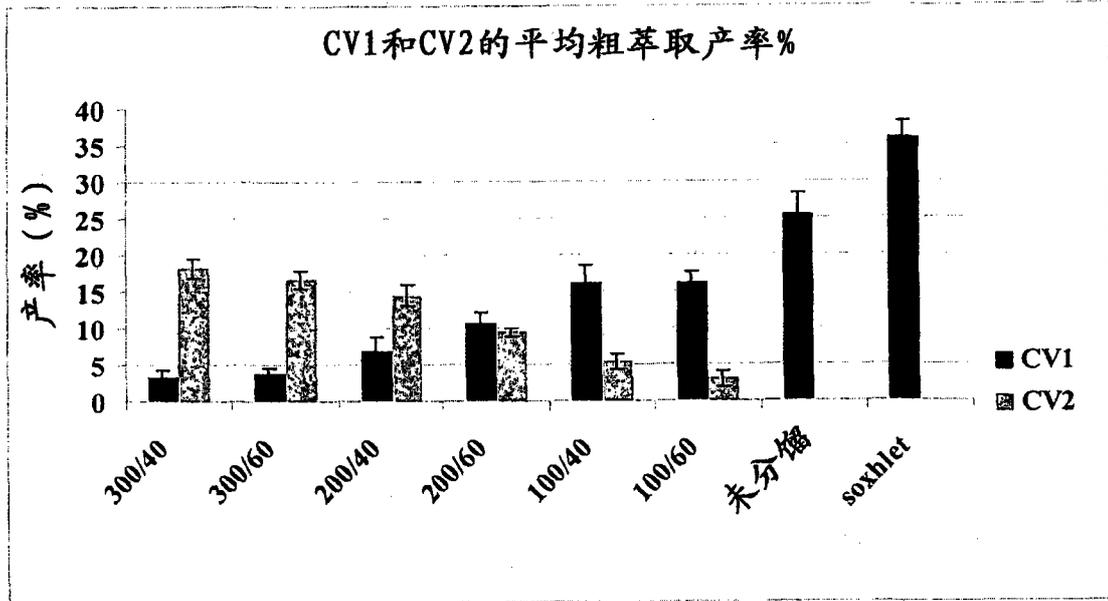


图 1

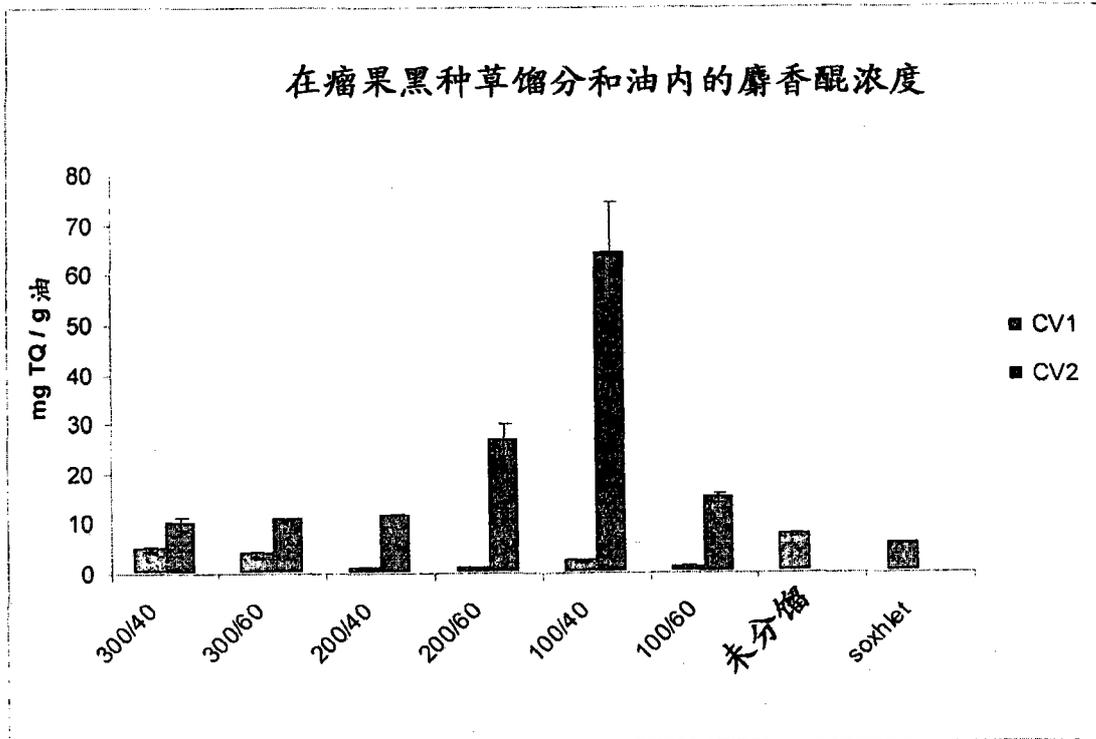


图 2

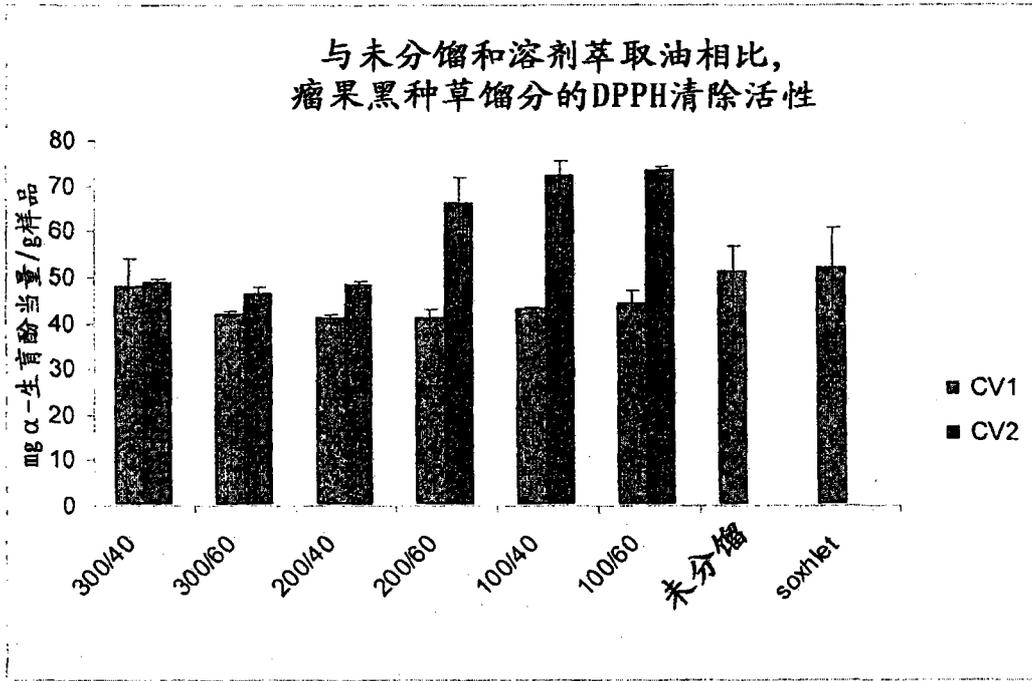


图 3

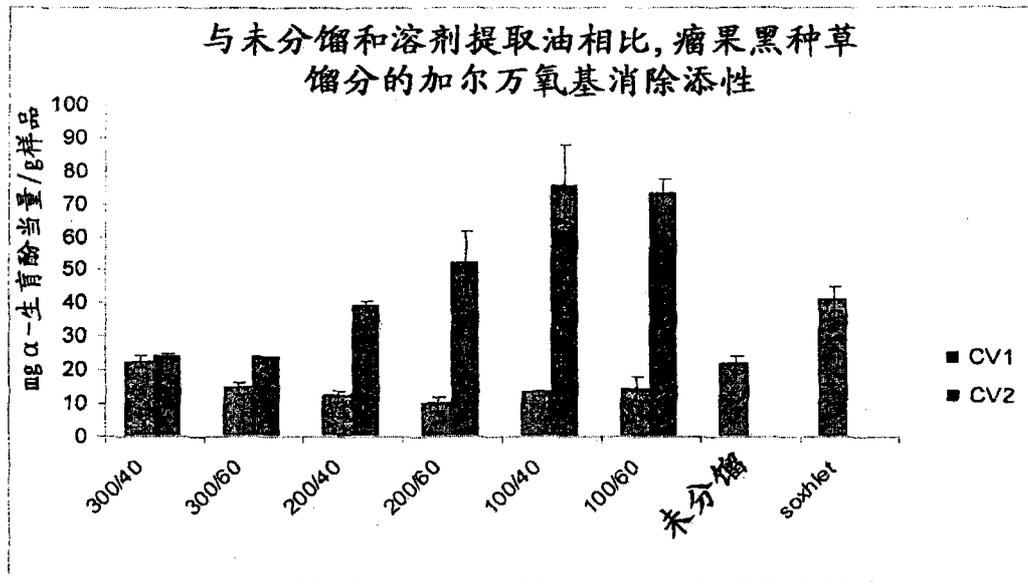


图 4