

# 白坚木皮醇提取工艺中的脱色净化研究

华南热带农产品加工设计研究所(湛江 524001) 邓瑶筠

白坚木皮醇是一种具有旋光活性的药用天然化合物。利用白坚木皮醇可以简单地转变成为多种广泛用于生物、医药方面的肌醇衍生物<sup>[1]</sup>。天然橡胶新鲜胶乳经离心浓缩后,胶清部分再经凝固处理获得的废水,称为胶清水。胶清水除含有白坚木皮醇外,还含有丰富的蛋白质、酶、色素物质、丙酮溶物等成分。其中蛋白质、酶和色素物质极易使浅黄色的胶清水变成黑褐色;丙酮溶物等树脂类物质容易导致产生胶粘物质<sup>[2]</sup>,影响了白坚木皮醇与异构体的分离和提纯。因此,提高白坚木皮醇的产品质量关键是解决胶清水的脱色净化。我们作过脱色净化剂的选择试验,结果以活性炭处理效果较为理想。在此基础上进行了多项有关因素的考虑,找出最佳的脱色净化条件,为白坚木皮醇提高质量提供依据。

## 1 材料和方法

1.1 材料:胶清水:来源于广东省化州市国营红阳农场橡胶厂。粉末活性炭:分析纯,天津市津北精细化工厂生产。518-G 光电比色计。

### 1.2 方法

1.2.1 不同活性炭使用量的净化效果试验:试验设置 5 个使用量处理,即分别在胶清水试样中加入相当于试样重 0%,5%,10%,15%和 18%的活性炭,分别置于 90℃和 50℃水浴中处理 1 h,滤液供比色检测。

1.2.2 不同温度的净化效果试验:试验设置 5 个温度处理,即分别在胶清水试样中加入相当于试样重量 10%的活性炭,分别置于室温,50℃,80℃,90℃和 100℃水浴中处理 1 h,取滤液供比色检测。

1.2.3 不同时间的净化效果试验:试验设置 4 个时间处理,即分别在胶清水试样中加入相当于试样重 10%的活性炭,置于 50℃水浴中分别处理 0.5,1,2 和 3 h。取滤液供比色检测。

## 2 结果

2.1 活性炭使用量与净化效果的试验:见表 1。

该试验设置了两组试验条件,即一组 90℃水浴处理 1 h,二组 50℃水浴处理 1 h。从结果可以看出,两组结果随活性炭使用量的增加,试样的透光率随之提高。其中使用量为 10%的处理,透光率的提高幅

度最大,而且基本上达到了提取工艺的要求。比较 90℃和 50℃两组结果,10%使用量的处理效果基本相同。

表 1 活性使用量与净化效果的关系

活性炭使用量(%)	0		5		10		15		18	
	组别	1	2	1	2	1	2	1	2	
滤液透光率(%)	53	63.8	20.0	82.6	83.3	90.3	87.6	92.6	92.2	

2.2 净化温度与净化效果的试验:见表 2。

表 2 净化温度与净化效果的关系

净化处理温度(℃)	室温	50	80	90	100
滤液透光率(%)	83.1	88.5	86.5	85.7	82.7

表 2 显示经 50℃水浴处理的试样,其透光率达最大值。以后随着温度升高,透光率逐渐变小。原因是由于温度的升高,试样中的某些蛋白质、类脂物和胡萝卜素等物质,在酶的作用下发生了褐变。一些在高温条件下溶解的色素物质浸提出来。因此滤液的透光率随处理温度升高反而下降。故选用 50℃净化。

2.3 净化时间与净化效果的试验:见表 3。

表 3 净化时间与净化效果的关系

净化处理时间(h)	0.5	1	2	3
滤液透光率(%)	83.7	82.6	84.7	86.5

从表 3 结果可以得知,在 50℃条件下,各时间处理获得的结果非常相近。净化时间的延长,滤液透光率未出现明显的提高。

## 3 讨论

胶清水的脱色净化是提取白坚木皮醇工艺中的重要工序,脱色净化对提取物质量的影响,曾进行对比试验,没有活性炭处理的产品熔点为 170℃~196℃,纯度较低;活性炭处理,产品熔点为 190℃~194℃,纯度较高。由此认为,脱色净化程序是必要的。

在净化处理前将胶清水浓缩至原重量的 10%左右,如果胶清水太浓稠,将会影响活性炭的吸附作用,增加过滤的难度,最终影响脱色净化效果。

## 4 结论

- 1 邓瑶筠. 中草药, 1997, 28(8): 500
- 2 Bateman L. the Chemistry and Physics of Rubber-Like Substances. London, Maclaren & Sons Ltd, 1963: 50

(1999-05-26 收稿)

通过以上的试验, 综合考虑白坚木皮醇的质量要求、提取过程中的能耗、时间和成本等多方面因素, 胶清水脱色净化的最佳工艺条件是: 10% 浓缩率的胶清水、10% 重量的活性炭、50 °C 净化温度和 0.5 h 净化时间。

## 麻杏石甘汤中金属元素含量的分析

内蒙古医学院(呼和浩特 010059) 赵文颖\* 于海兰 杨澍平 薛 昕

麻杏石甘汤出自张仲景的《伤寒论》, 由麻黄、杏仁、生石膏和炙甘草组成。有辛淳宣泄, 清肺平喘的功效, 临床上主要用于肺热炽盛的肺炎和热邪犯肺的哮喘, 疗效甚佳。我们依照“生、煅赭石在复方汤剂中微量元素含量研究<sup>[1]</sup>”的方法, 用原子吸收分光光度法分制测定了其中 6 种金属元素的含量并加以分析比较和探讨。

### 1 仪器及材料

日立 180-80 原子吸收分光光度计, 硝酸(优级纯), 高氯酸(分析纯), 二次蒸馏水; 麻杏石甘汤组方<sup>[2]</sup>: 麻黄 6g, 杏仁 9g, 炙甘草 6g, 生石膏 24g。

在方剂学中, 根据症状的不同, 石膏用量可 5 倍于麻黄或 3 倍于麻黄, 并且做了先煎麻黄或先煎石膏的对照分组。见表 1:

表 1 石膏与麻黄按不同比例配伍的组成(g)

处方编号	石膏 / 麻黄	麻黄 (g)	杏仁 (g)	甘草 (g)	石膏 (g)
1		6.00(单煎)			
2	3:1	6.00(先煎)	9.00	6.00	18.00
3	5:1	6.00(先煎)	9.00	6.00	30.00
4	3:1	6.00	9.00	6.00	18.00(先煎)
5	5:1	6.00	9.00	6.00	30.00(先煎)

表 2 麻杏石甘汤中金属元素测定结果( $\bar{x} \pm s, \mu\text{g/mL}$ )

处方编号	Ca	Mg	Mn	Zn	Cu	Fe
1	9.19 ± 0.12	13.77 ± 0.50	0.062 ± 0.002	0.020 ± 0.001	0.073 ± 0.001	0.251 ± 0.010
2	556.8 ± 6.1	51.63 ± 1.10	0.221 ± 0.000	0.088 ± 0.003	0.074 ± 0.005	0.262 ± 0.002
3	472.1 ± 9.4	50.30 ± 1.50	0.266 ± 0.021	0.133 ± 0.005	0.075 ± 0.004	0.271 ± 0.001
4	394.6 ± 11.5	40.77 ± 0.80	0.250 ± 0.010	0.108 ± 0.006	0.068 ± 0.003	0.252 ± 0.003
5	506.8 ± 5.8	55.66 ± 1.60	0.260 ± 0.008	0.121 ± 0.003	0.072 ± 0.004	0.273 ± 0.004

方剂学中指出, 若汗出而喘, 为热雍于肺, 石膏用量可 5 倍于麻黄。麻黄碱可以与 Zn、Mn 元素以配

### 2 方法与结果

药材处理: 将生石膏在瓷乳钵中研成细粉, 杏仁适度研碎。

试液提取: 按上表 5 种处方各用药量减半配药, 每种处方配 3 剂平行样品。用回流装置进行煎煮。第一煎加适量二次蒸馏水浸泡 30 min。需先煎药材先煎 15 min; 第一煎用 40 min。第一煎后加适量二次蒸馏水煎煮 30 min, 然后用纱布和脱脂棉过滤煎液, 合并两煎液定容 250 mL 容量瓶中。

将上述所得各煎液, 于离心机中离心 15 min (4 000 r/min), 分别取其上清液 25 mL 置于高筒烧杯中, 加热浓缩至 10 mL, 放冷。加 10 mL HNO<sub>3</sub>-HClO<sub>4</sub> 4:1, 放置 8 h 后加热, 消化至白色粉末状。然后加 2 mL 1:1 HNO<sub>3</sub> 及适量二次蒸馏水, 定容于 25 mL 容量并中。同时作试剂空白。

用原子吸收分光光度计测定 5 个处方中的 Ca、Mg、Mn、Zn、Cu 和 Fe 6 种元素的含量。

测定结果见下表 2。

### 3 讨论

麻杏石甘汤辛淳宣泄, 清肺平喘。根据病情, 可以改变石膏与麻黄的比例。

合物形式存在于汤剂中。配合物的稳定常数 Mn<sup>2+</sup>: lgK<sub>1</sub> = 6.53 lgK<sub>2</sub> = 4.27; Zn<sup>2+</sup>: lgK<sub>1</sub> = 6.37 lgK<sub>2</sub> =

\* 赵文颖 内蒙古医学院药理学系副教授, 南开大学化学系化学专业 69 届毕业, 从事过不同中药方剂中微量元素的研究及中蒙药不同方剂中应用生物无机化学的研究。