

: 6 的料液比浸提 3 次,每次 30 min。

参 考 文 献

1 张康健.西北林学院学报,1994,9(4):58
 2 Charles J S,et al.J Am Chem Soc,1975,98(17):5412
 3 李 川,等.中药材,1989,12(2):29

4 颜成杰.中药材,1990,13(6):21
 5 刘淇文,等.中药材,1994,17(5):28
 6 沙振方,等.药学报,1986,21(9):708

(1996-08-16 收稿)

Studies on the Roasting of the Bark of *Eucommia*(*Eucommia ulmoides*) and Extraction of the Major Hypotensive Compound

Qi Xiangyang, Yu Xiaohui, Zhang Shenghua, et al

Effects of roasting and extraction condition on the content of (+)-pinoresinol-di-β-D-glucoside in bark of *Eucommia ulmoides* Oliv. were studied. Results showed that when the bark was extracted for 3×30 min with 6:1 (solvent:bark) of 70% ethyl-alcohol at 90°C gave the best result. Roasting had a great influence on the content of (+)-pinoresinol-di-β-D-glucoside, which decreased with increase of temperature and time.

超临界 CO₂ 流体萃取光菇子中秋水仙碱的研究[△]

华西医科大学药学院(610041) 姜继祖* 叶开润 廖周坤 徐小平
 四川省机械研究设计院 辛复泰 杨儒达

摘 要 建立了一套超临界 CO₂ 流体萃取实验装置,对光菇子的秋水仙碱(colchicine)成分进行了超临界 CO₂ 流体萃取研究,并用 HPLC 法作了含量测定。结果表明,加夹带剂的超临界 CO₂ 流体萃取法的提取率约提高为传统溶剂萃取法的 1.25 倍。

关键词 超临界 CO₂ 流体萃取 夹带剂 光菇子 秋水仙碱

在超临界 CO₂ 流体萃取(CO₂-SFE)中,由于处于超临界状态下的 CO₂ 流体(CO₂-SF)兼顾了气体及液体的传质特点,且 CO₂-SF 的特性及极性还可通过调节萃取压力、温度、加不同品种的夹带剂……等因素而方便地调节,从而使 CO₂-SFE 显示了快速、提取率高、选择性好等特点。近年来国内外对 CO₂-SFE 的应用开发及基础研究相当活跃^[1,2]。现用自己设计的 CO₂-SFE 实验装置对光菇子 *Iphigenia indica* 球茎中的秋水仙碱(colchicine, C₂₂H₂₅NO₆, 可用于治疗痛风及肿瘤^[3])进行了萃取试验研究。由于秋水仙

碱的分子量较大,单独采用 CO₂-SF 难以萃取^[4],本试验参考溶剂萃取法所用的溶剂^[5,6],进行了以不同浓度乙醇为夹带剂的 CO₂-SFE 的试验研究,用同批原料作了溶剂萃取法对比实验,所得萃取液均采用 HPLC 法测定秋水仙碱含量,取得了显著效果。

1 仪器与药品

CO₂-SFE 实验装置系自行设计(该装置于 1995 年 12 月经四川省科委组织鉴定通过);萃取器容积 300 mL,操作压力可达 30 MPa,第一、二分离器容积均为 350 mL,操作压力可达 5 MPa,萃取器及第一分离器带加

* Address: Jiang Jizy, College of Pharmacy, West China Medical University, Chengdu

△ 四川省科委应用基础研究基金资助项目

热夹套,操作温度可达 90℃。HPLC 仪为岛津 LC-6A 型高效液相色谱仪。实验用光菇子药材为四川越西县产,由华西医科大学制药厂提供。秋水仙碱对照品为 Serva 进口分装,购自上海化学试剂采购供应站。CO₂ 为食品级,纯度大于 99.5%,购自川化集团公司气体厂。试剂均为分析纯。

2 方法与结果

用同批光菇子药粉(10目)先进行了以3种不同浓度乙醇为夹带剂的 CO₂-SFE 初探试验,然后从中选取了较优萃取条件与回流萃取法进行了对比试验。萃取液中秋水仙碱的含量均采用 HPLC 分析测定。

2.1 色谱条件:ODS 柱;流动相:50%甲醇/缓冲液(0.05 mol/L 磷酸盐液,pH=4.49);流速:1 mL/min;检测波长:220 nm;进样量:20 μL;检测灵敏度:0.08 AUFS。

2.2 以3种不同浓度的乙醇为夹带剂的 CO₂-SFE:分别以50%、76%、95%浓度的乙醇为夹带剂进行了初探试验。从工业化角度考虑,萃取压力不宜太高,文献中^[7]取10

MPa,萃取温度取45℃。第一分离器采取恒温降压法分离,压力4 MPa,温度45℃。第二分离器降至常温、常压。光菇子药粉投料115 g/批,先加200 mL 夹带剂浸泡药粉,然后按 CO₂ 流量 0.26 Nm³/h,夹带剂流量 118~130 mL/h 连续萃取7 h。分别集中各试验条件萃取液,经玻砂滤斗抽滤计量后取样分析。

2.3 由“2.2”所得较优萃取条件的验证性试验:由“2.2”试验结果确定夹带剂选用76%浓度的乙醇。萃取、分离压力、温度及 CO₂ 流量按“2.2”操作。光菇子药粉投料100 g/批,为了尽可能萃取完全,先加300 mL 夹带剂浸泡药粉,然后按夹带剂流量123~133 mL/h 连续操作9 h。共投料3批,分别集中各批萃取液,经玻砂滤斗抽滤计量后取样分析。

2.4 回流萃取法对比试验:按文献^{[5]、[6]}的方法进行回流萃取试验。每批光菇子药粉投料30 g,常压加热回流萃取5次,每次加76%浓度的乙醇240 mL 萃取4 h,玻砂滤斗抽滤。分别集中各批滤液,计量后取样分析。秋水仙碱提取率实验结果见表1。

表1 实验结果

试验方法	投料量(g/批)	夹带剂(乙醇浓度%)	萃取时间(h)	夹带剂总用量(mL)	得萃取液量(mL)	萃取液中秋水仙碱含量(μg/mL)	秋水仙碱提取率(%)
“2.2”-1	115	50	7	1110	930	388.85	0.314
-2	115	76	7	1090	940	548.20	0.448
-3	115	95	7	1025	1025	321.55	0.287
“2.3”-1	100	76	9	1405	1236	386.60	0.478
-2	100	76	9	1440	1290	350.90	0.453
-3	100	76	9	1500	1432	408.50	0.585
“2.4”-1	30	76	20	1200	1126	113.60	0.426
-2	30	76	20	1200	1168	97.80	0.381

3 小结与讨论

3.1 在本试验的条件范围内,CO₂-SFE 的夹带剂选用回流萃取法筛选出的溶剂^[6](76%浓度的乙醇)较好,其提取率高于其它两种夹带剂。以76%浓度乙醇为夹带剂的 CO₂-SFE 的验证性试验结果表明,其提取率平均提高为回流萃取法的1.25倍,而萃取时间减少为回流萃取法的0.45倍,溶剂用量(mL/g 光菇子粉)平均减少为回流萃取法的

0.363倍,充分显示了 CO₂-SFE 的先进性。

3.2 本文仅针对影响 CO₂-SFE 的重要因素夹带剂进行了单因素、三水平试验。而影响 CO₂-SFE 的因素还很多,如萃取及分离压力、温度、CO₂ 及夹带剂的流量……等等。该工艺工业化尚待深入研究。

参考文献

- 1 高德霖. 化工进展,1985(3):24
- 2 夏开元,等. 中国药学杂志,1992,27(8):489

3 中华人民共和国药典. 二部. 1990. 358

4 彭 洪, 等. 中国医药工业杂志, 1995, 26(11): 519

5 涂茂渊, 等. 中药材科技, 1983, (2): 25

6 蔡毓琼, 等. 中草药, 1987, 18(2): 8

7 于恩平, 等. 化学工程, 1989, 17(4): 21

(1996-03-13 收稿)

Studies on Supercritical CO₂ Fluid Extraction of Colchicine from Guangguzi (*Iphigenia indica*)

Jiang Jizu, Xin Futai, et al

An experimental set-up has been established for supercritical CO₂ fluid extraction. A study on supercritical CO₂ fluid extraction of colchicine from Guangguzi (*Iphigenia indica*) was carried out. The assay of colchicine was performed by HPLC. Results showed that the extraction rate of supercritical CO₂ fluid extraction with entrainer was about 1.25 times as that of traditional solvent extraction.

褐藻多糖提取及在水溶性凝胶、胶浆制剂中的应用

福建省泉州市第一医院(362000) 林必杰* 林 辉

摘 要 褐藻经酸、碱处理提取褐藻多糖。将褐藻多糖应用于超声耦合剂、介入性超声耦合剂、导电耦合剂、内窥镜用麻醉润滑剂等, 效果满意, 达到临床诊断及治疗用胶浆制剂的要求。

关键词 褐藻 褐藻多糖 胶浆制剂

褐藻多糖是从褐藻中提取的直链葡萄糖醛酸聚糖, 是一种亲水性高分子聚合物, 具有一般高分子溶胶特性, 由于其高度的安全性和配伍性能, 在医药、食品和日用化学品中已得到广泛的应用。

褐藻多糖在药物制剂中直接或间接药用, 以及在药用辅料中作为粘合剂、崩解剂、缓解剂、助悬剂、增稠剂、乳化剂、涂膜剂的成膜材料和微囊囊材等等, 已有报道。我们介绍其在水溶性凝胶剂及胶浆剂中的应用。

1 褐藻多糖的提取

褐藻经酸、碱浸泡去杂等前处理后, 加 10% Na₂CO₃, < 40℃ 浸泡 2~3 h, 浸液加水约 70 倍稀释后经 300 目尼龙网过滤, 滤液加 3%~5% CaCl₂, 滤集沉淀, 水洗, 甩干, 至含水量 55%~70%, 加入 2% HCl, 脱钙, 滤集, 水洗, 加 70% 乙醇, 滴加 Na₂CO₃ 或 NaOH, 调 pH6.0~7.5, 待反应完全后滤集沉淀,

60℃ 干燥, 粉碎即得。

2 在耦合剂中的应用

水溶性凝胶型耦合剂的制备: 按下述耦合剂的不同要求与功能, 将褐藻多糖分散于蒸馏水中使其充分溶胀, 加入适量的保湿剂 G, 必要时有选择性地加入含金属离子的添加剂(导电耦合剂可加入适量电解质), 抑菌剂等并调节 pH6.0~8.0, 充分搅匀即为具有不同粘度和性能的水溶性凝胶型耦合剂。

2.1 超声耦合剂: 医用超声耦合剂按临床应用途径的不同可分为非介入性耦合剂和介入性耦合剂。前者指仅供在皮肤上进行超声诊断用的耦合剂, 后者指可供体腔及粘膜进行超声诊断及治疗用的无菌耦合剂。我国目前绝大多数为非介入性耦合剂。

超声耦合剂是一类很特殊的制剂。在功能上, 它是超声诊断仪的辅助和延伸, 而在形态和用法上又与外用药物和化妆品相似。一

* Address: Lin Bijie, Quanzhou Municipal Frist Hospital, Quanzhou