

天然环糊精 (CAVAMAX®系列) 的复合包接工艺

A) 制备测试

天然环糊精(α-、β-、γ-环糊精)初始复合测试的目的是为了给被包含的客体化合物找一个合适的环糊精内孔。

先制备接近饱和的环糊精水溶液,例如在 20 °C 时,10g 的 CAVAMAX®W6(α-环糊精)溶于 100ml 水中,1.5g 的 CAVAMAX®W7(β-环糊精)溶于 100ml 水中,23g 的 CAVAMAX®W8(γ-环糊精)溶于 100ml 水中。加入等量(摩尔比)的客体化合物,搅拌 12-24 小时,疏水的客体化合物的复合物形成白色沉淀,而亲水的客体化合物则通常形成水溶性的复合物。

B) 复合物的制备

天然环糊精复合物的包接方法通常有三种,使用哪种方法决定于环糊精的类型。

1. 液相复合法:

在室温中制备 CAVAMAX®W6 (10g/100ml,9.1%w/w)、CAVAMAX®W7 (1.5g/100ml,1.48%w/w) 或 CAVAMAX®W8 (23g/100ml,18.7%重量百分比)的水溶液,加入等量(等摩尔比)的客体化合物,常温搅拌混合 12-24 小时,有时复合时间需要延长。我们可以通过白色沉淀看到复合物的形成,另一方面,由于客体化合物的消失,我们也可以推论出复合包接的形成。

有时也可以通过提高环糊精水溶液的浓度来更好地完成包合工艺,例如在 40-50 °C 条件下(配比 α-环糊精 24%, β-环糊精 4.2%, γ-环糊精 43%的重量百分比)加入客体化合物,在这个温度下搅拌 12 个小时,然后再用 12 个小时慢慢冷却到室温。经过蒸馏水洗涤,过滤分离,然后在提高温度(例如 50 °C)下进行真空干燥(假设客体是不容易挥发的化合物),可以得到固体化合物。

对于容易挥发的客体被包合物,可以使用硅胶干燥器来干燥,然后碾磨可得到粉状的主客体复合物。

通常使用 HPLC, UV, NMR 来测定在复合物中客体化合物的含量。

2. 悬浮法(超饱和溶液法)

由于 CAVAMAX®W7(β-环糊精)在水中的溶解度相当小,悬浮法尤其适用于制备它的复合物,这样的工艺过程确保了在制备复合物中 β-环糊精的最大浓度有利于主客体的复合包接。

在室温下制备好 CAVAMAX®W7(例如 5%的重量百分比)的悬浮液,加入等量(等摩尔比)的客体化合物,常温下搅拌 12-24 个小时。有时候或许应该在 40-50 °C 的条件下制备 10%的 β-环糊精悬浮液来进行复合包接,效果将会更为明显有效。加入客体化合物之后,在这个温度条件下搅拌 12 个小时,然后再用 12 个小时慢慢冷却到室温。

得到复合物的工序过程和对客体化合物的分析方法和方法 1 类似。

3. 膏状混合复合法(研磨法)

按比例将 0.5 摩尔的 CAVASOL® W6、W7 或 W8 和少量的水(400-500ml)在研磨机里精细研磨成膏体。

取少量的大约 100 克的膏体加入研磨器中,加入 0.5 摩尔的纯客体化合物,将混合物膏体连续搅拌 3-4 个小时,固体的客体化合物可以先溶解于有机溶液中(例如 10%的酒精水

溶液), 然后再加入到环糊精的膏体中, 混合物的粘度增加表明了复合物的形成。混合过程中可能要加入适量的水(大约 400ml) 以保持复合工艺过程中膏体的可塑流动性。

取膏体碾磨物, 进行真空干燥(例如提高温度到 50 °C), 碾磨可得到粉状的复合物。

工艺技术文件由：**广州市泰龙生化科技有限公司** 提供

广州市东山区寺右南二街18号广兴华大厦305B (邮编：510600)

Tel:86-20-87383772,13113328971

Fax:86-20-87385602

Email:tiger@maxdragon.com