

安徽省高等学校“十二五”规划教材

高等学校规划教材

药学系列

天然药物化学实验指导

TIANRAN YAOWU HUAXUE SHIYAN ZHIDAO

卫强 主编



北京师范大学出版集团
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PUBLISHING GROUP
安徽大学出版社

安徽省高等学校“十二五”规划教材

高等学校规划教材

药学系列

天然药物化学实验指导

TIANRAN YAOWU HUAXUE SHIYAN ZHIDAO

卫强 主编



北京师范大学出版集团
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PUBLISHING GROUP
安徽大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

天然药物化学实验指导/卫强主编. —合肥:安徽大学出版社,2014.12

高等学校规划教材. 药学系列

ISBN 978-7-5664-0784-9

I. ①天… II. ①卫… III. ①生药学—药物化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①R284-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 134472 号

天然药物化学实验指导

卫 强 主 编

出版发行:北京师范大学出版集团

安徽大学出版社

(安徽省合肥市肥西路3号 邮编 230039)

www.bnupg.com.cn

www.ahupress.com.cn

印 刷:安徽省人民印刷有限公司

经 销:全国新华书店

开 本:184mm×260mm

印 张:19.25

字 数:468千字

版 次:2014年12月第1版

印 次:2014年12月第1次印刷

定 价:38.00元

ISBN 978-7-5664-0784-9

策划编辑:李 梅 武溪溪

责任编辑:武溪溪 李 栎

责任校对:程中业

装帧设计:李 军

美术编辑:李 军

责任印制:赵明炎

版权所有 侵权必究

反盗版、侵权举报电话:0551-65106311

外埠邮购电话:0551-65107716

本书如有印装质量问题,请与印制管理部联系调换。

印制管理部电话:0551-65106311

《天然药物化学实验指导》编委会

主 编 卫 强

副主编 毛小明 包淑云 周国梁 汪涵涵

编 者 (以姓氏笔画为序)

卫 强(安徽新华学院)

马世堂(安徽科技学院)

毛小明(安庆医药高等专科学校)

包淑云(皖南医学院)

刘金旗(安徽中医药大学)

汪涵涵(安徽新华学院)

张晓渊(安徽新华学院)

周国梁(安徽科技学院)

郭 庆(亳州中药科技学校)

尉成茵(安徽中医药大学)

熊有谊(安徽科技学院)

薛红梅(安庆医药高等专科学校)

前 言

实践和创新教育已成为 21 世纪高等教育的主流,也是高校培养新型人才的重要途径。实践和创新是我国高等教育改革和发展的根本目标。《天然药物化学实验指导》是“天然药物化学”理论教学的配套教材,本教材针对理论知识进行实验能力的锻炼和提升,深化和补充理论知识,具有较强的实践性、应用性和探索性。

本教材以应用型人才培养为目标,以国际化人才培养为重点,让学生在实践中学习基本操作和实验技能的同时,夯实专业英语知识。教材实验指导部分摒弃理论性和学术性过强的内容,结合应用型人才培养实际,以提取、分离等实际操作技术为主要内容,具有一定的实用性。全书共选取 20 多个基本实验,涵盖了糖类、苯丙素类、醌类、黄酮类、萜类、三萜类、甾体类、挥发油类和生物碱类等内容。教材以中文为基础,配以相应的英文翻译,翻译力求符合英语语言习惯,同时配有英文词汇表,供初学者学习使用。为增加实验类教材的知识性和趣味性,教材中附有大量的植物实物图、仪器图和化学结构图,并设有思考题。实验部分包括验证性实验、设计性实验和综合性实验等 3 种,可满足人才培养和教师教学方式的多元化要求,有助于全面提升学生的实验技能。本教材适用于药学类专业本科和专科的双语教学,同时可以为研究生、科研工作者学习药学专业英语并提高专业词汇量提供参考。

本教材第一章由卫强和周国梁编写;第二章和第三章由毛小明和薛红梅编写;第四章糖类、甾体类部分由薛红梅编写,苯丙素类部分由卫强编写,醌类部分由马世堂编写,黄酮类部分由熊有谊编写,萜类和挥发油部分由郭庆和卫强编写;三萜及其苷类部分由周国梁编写,生物碱类部分由毛小明、包淑云和卫强编写;第五章及附录三、附录四和附录五由卫强和刘金旗编写;附录一由包淑云、薛红梅、卫强编写;附录二由汪涵涵编写;全书英文翻译及校译由卫强、汪涵涵、张晓渊、尉成茵、周国梁、熊自谊等完成。本教材在编写过程中得到相关兄弟院校专家和教授的指导,他们提出了许多建设性的意见和建议,在此表示衷心的感谢。同时特别感谢安徽中医药大学刘金旗副教授对本书所做的审核工作,感谢安徽新华学院 08 级药学专业的甘艳娇、杨淑芹同学以及 09 级药学专业的高燕玲、孙张章、周梅桂同学为本书的编写和翻译做出的大量工作。

由于双语教材的编写有一定难度,时间上又比较仓促,加上编者水平有限,难免存在不足或错误之处,敬请读者予以指正。

编 者

2014 年 10 月

目 录

天然药物化学实验守则	1
一、实验要求	1
二、实验安全	1
三、伤害救护	2
四、仪器洗涤	2
五、仪器干燥	2
六、实验报告	3
第一章 常用提取和分离技术	4
一、溶剂提取法的原理	4
二、影响提取效果的因素	4
三、溶剂的选择	5
第一节 常用提取技术	6
一、浸渍法	6
二、渗漉法	6
三、煎煮法	7
四、回流提取法	7
五、连续提取法	8
六、蒸馏法	8
七、减压蒸馏法	9
八、水蒸气蒸馏法	11
九、超临界流体萃取技术	12
十、超声波提取技术	13
十一、微波提取技术	15
十二、酶法提取和仿生提取技术	16
第二节 常用分离技术	16
一、系统溶剂分离法	17
二、两相溶剂萃取法	17
三、沉淀法	19
四、盐析法	20

五、透析法	20
六、分馏法	21
七、重结晶	21
八、液-液萃取、同时蒸馏/萃取、固相萃取和固相微萃取	23
第二章 色谱分离技术	26
一、吸附层析法	27
二、分配层析法	29
三、离子交换层析法	30
四、凝胶层析法	31
五、薄层层析法	32
六、纸层析法	33
七、气相色谱法	34
八、高效液相色谱法	35
实验一 四季青中酚类化合物(原儿茶酸、原儿茶醛)的提取和分离	36
实验二 红辣椒中色素的分离	38
实验三 绿叶中色素的提取和分离	43
第三章 结构鉴定技术	45
一、概述	45
二、结构鉴定方法	48
第四章 各类成分的提取和分离实例	50
第一节 糖类	50
实验一 香菇多糖的提取	50
实验二 麻黄多糖的提取	52
第二节 苯丙素类	54
实验一 秦皮中七叶苷、七叶内酯的提取、分离和鉴定	54
实验二 丹皮酚的提取、分离和鉴定	56
第三节 醌类	58
实验一 大黄中蒽醌类化合物的提取和分离	58
实验二 虎杖中大黄素的提取、分离和鉴定	62
第四节 黄酮类	65
实验 芦丁的提取、分离和鉴定	65
第五节 萜类和挥发油	68
实验一 橙皮中柠檬烯的提取	68
实验二 穿心莲中穿心莲内酯的提取、分离和鉴定	69
实验三 八角茴香挥发油的提取和鉴定	73

实验四 梔子中京尼平苷的提取、分离和纯化	75
第六节 三萜苷类	77
实验一 甘草酸的提取和鉴定	77
实验二 齐墩果酸的提取、分离和鉴定	79
第七节 甾体类	82
实验 薯蓣皂苷元的提取和鉴定	82
第八节 生物碱类	84
实验一 氧化苦参碱的提取、分离和鉴定	84
实验二 黄柏中小檗碱的提取、分离和鉴定	88
实验三 茶叶中咖啡因的提取及其红外光谱测定	90
实验四 延胡索生物碱的系统分离法	94
第五章 各类成分预实验	98
第一节 天然药物化学成分系统预试验	98
一、实验目的	98
二、实验原理	98
三、实验步骤	98
第二节 天然物化学成分的鉴别方法	101
一、生物碱	101
二、酚类、鞣质	101
三、有机酸	101
四、氨基酸、蛋白质、肽	102
五、糖、多糖和苷	102
六、黄酮类	104
七、香豆素类	104
八、强心苷类	105
九、挥发油	106
实验 断血流化学成分预实验、提取和分离工艺设计	106
附 录	108
附录一 实验思考题参考答案	108
附录二 天然药物化学成分常用词汇	116
附录三 常用溶剂性质及精制方法	125
附录四 常用干燥剂性能	129
附录五 常用试剂配制及显色方法	133
参考文献	140

Contents

Experimental Code for Chemistry of Natural Products	141
1. Experimental Requirement	141
2. Experimental Safety	141
3. Injury Rescue	142
4. How to Wash the Apparatus	143
5. How to Dry the Apparatus	143
6. Experimental Report	143
Chapter 1 Common Technology of Extraction and Separation	144
1. Basic Principle of Solvent Extraction	144
2. Factors of Influencing the Extraction Effect	144
3. Selection of Solvents	145
Section 1 Common Extraction Technology	146
1. Impregnation	146
2. Percolation	146
3. Decoction	147
4. Reflux	147
5. Soxhlet Extraction	148
6. Distillation	149
7. Vacuum Distillation	150
8. Steam Distillation	151
9. Supercritical Fluid Extraction	153
10. Ultrasonic Extraction	154
11. Microwave Extraction	156
12. Enzymatic Extraction and Bionic Extraction	157
Section 2 Common Separation Technology	160
1. Systematic Solvent Separation	160
2. Two-Phase Solvent Extraction	161
3. Precipitation	164
4. Salt Fractionation	165

5. Dialysis	165
6. Fractionation	166
7. Recrystallization	167
8. Liquid-Liquid Extraction, Coinstantaneous Distillation/Extraction, Solid-Phase Extraction and Solid-Phase Microextraction	170
Chapter 2 Technology of Chromatographic Separation	175
1. Adsorption Chromatography	176
2. Distribution Column Chromatography	179
3. Ion Exchange Chromatography	181
4. Gel Chromatography	182
5. Thin Layer Chromatography	183
6. Paper Chromatography	185
7. Gas Chromatography	186
8. High Performance Liquid Chromatography	188
Experiment 1 Extraction and Isolation of Phenolic compounds from <i>Ilex purpurea</i> Hassk	190
Experiment 2 Isolation of Pigments from Red pepper	194
Experiment 3 Extraction and Isolation of Chlorophyll in the Green Leaves	200
Chapter 3 Technology of Structural Identification	203
1. Introduction	203
2. Method of Structural Identification	208
Chapter 4 Extraction and Separation of Various Compositions	211
Section 1 Saccharides	211
Experiment 1 Extraction of Lentinan	211
Experiment 2 Extraction of Saccharide in Ephedra	213
Section 2 Phenylpropanoids	216
Experiment 1 Extraction, Isolation and Identification of Esculin and Esculetin in Ash Bark	216
Experiment 2 Extraction, Isolation and Identification of Paeonol	220
Section 3 Quinones	223
Experiment 1 Extraction and Isolation of Anthraquinones from Chinese Rhubarb	223
Experiment 2 Extraction, Isolation and Identification of Emodin from Polygonum Cuspidate	228
Section 4 Flavonoids	233
Experiment Extraction, Isolation and Identification of Rutin	233

Section 5 Terpenoids and Volatile Oil	237
Experiment 1 Extraction of Limonene from Orange Peel	237
Experiment 2 Extraction, Separation and Identification of Andrographolide from <i>Andrographis paniculata</i>	240
Experiment 3 Extraction and Identification of Volatile Oil from Star Anise	245
Experiment 4 Extraction, Isolation and Purification of Geniposide from Gardenia	249
Section 6 Triterpenoids	252
Experiment 1 Extraction and Identification of Glycyrrhizic Acid	252
Experiment 2 Extraction, Isolation and Identification of Oleanolic Acid	255
Section 7 Steroids	258
Experiment Extraction and Identification of Diosgenin	258
Section 8 Alkaloids	262
Experiment 1 Extraction, Isolation and Identification of Oxymatrine	262
Experiment 2 Extraction, Separation and Identification of Berberine from <i>Phellodendron</i> Bark	267
Experiment 3 Extraction and Infrared Analysis of Caffeine in Tea	270
Experiment 4 Systematic Separation of <i>Corydalis</i> 's Alkaloids	276
Chapter 5 Preliminary Test of Chemical Compositions	281
Section 1 Systematic Preliminary Tests on Chemical Composition of Natural Medicine	281
1. Experimental Purpose	281
2. Experimental Principle	281
3. Experimental Procedure	281
Section 2 Identification Method of the Chemical Composition of Natural Medicinal Chemistry	284
1. Alkaloid	284
2. Phenols and Tannin	285
3. Organic acid	285
4. Amino acid, Protein and Glycoside	285
5. Glycosides, Saccharides and Glucoside	286
6. Flavonoids	288
7. Coumarins	289
8. Cardiac glycosides	290
9. Volatile oil	291
Experiment Preliminary Test, Extraction and Design of Separation process of Chemical Components from <i>Herba Clinopodii</i>	291

天然药物化学实验守则



一、实验要求

- (1) 实验前应认真预习,做好预习笔记,明确实验目的,掌握实验原理,了解实验步骤。
- (2) 实验时要遵守实验制度,认真操作,正确使用各种仪器。观察到的实验现象和结果以及有关的重量、体积、温度或其他数据,应立即如实记录,养成及时记录的习惯。
- (3) 实验室内保持安静、整洁。不许大声喧哗,不许吸烟,上实验课不许迟到或随意离开。随时注意药品反应情况,及时做好下一步的准备工作。保持桌面、仪器、水槽、地面等清洁。废弃的固体和滤纸等须丢入废物缸内,绝不能丢入水槽或丢到窗外。
- (4) 实验后包好提取纯化的产品,贴上标签,交给老师。要认真分析实验现象,作出合理结论,写出实验报告。必要时还需查阅资料,进一步了解某些尚未理解的理论和知识。
- (5) 每次实验完毕,值日生负责整理公用仪器,将实验台和地面打扫干净,倒清废物缸,检查水电开关,关好门窗。
- (6) 使用仪器时要轻拿、轻放,未经老师允许不得擅自自动用贵重仪器。一旦仪器损坏应及时报损、补领。
- (7) 公用试剂和药品不可调错瓶塞,以免试剂交叉污染。

二、实验安全

- (1) 在进行回流、蒸馏操作时,须检查冷凝水流动是否通畅,干燥管是否阻塞。在常压下进行蒸馏或回流操作时,仪器装置必须与大气相通,不能密闭。
- (2) 回流或蒸馏易燃溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)时,不能使用明火加热,要根据溶剂的沸点选用水浴、油浴或电热套加热。溶液内要放几颗沸石,以防止溶剂过热冲瓶或发生暴沸。若在加热后发现未放入沸石,则应待溶剂冷却后再放入沸石。加热过程中也不得加入活性炭脱色,否则会发生暴沸。
- (3) 回流或蒸馏易燃、易挥发或有毒液体时,切勿使用漏气的仪器装置,冷凝管流出液应用弯接管导入接收瓶中,余气应用橡皮管通往室外或水槽。
- (4) 减压系统应装有安全瓶。加压色谱柱时,色谱柱及储液瓶的机械性能要高,连接要

牢,注意控制压力的引入,以防净化管炸裂。

(5)使用易燃溶剂时,应在远离火源和通风处进行;启封易挥发溶剂时,脸部要避免瓶口,并慢慢开启,以防气体冲到脸上。

(6)有毒或有腐蚀性的药品应妥善保管,实验操作后立即洗手,避免药品沾到脸部及皮肤的伤口上。

(7)使用电器设备及各种分析仪器时,要事先了解电路情况及操作规程。使用时注意仪器和电线不要放在潮湿处,不要用湿手接触电源。

(8)欲将玻璃管插入橡皮塞时,可在塞孔处涂些水或甘油,用布包住玻璃管使其旋转而入,防止折断玻璃管。

(9)实验室一旦发生火灾事故,应保持镇静,并立即采取相应措施。应第一时间断绝火源,切断电源并移开附近的易燃物质。三角瓶内溶剂着火时可用石棉网或湿布盖熄。小火可用湿布或黄沙盖熄,火较大时应根据具体情况使用相应的灭火器材。

三、伤害救护

(1)创伤。伤口可用过氧化氢冲洗或涂抹红汞消毒。

(2)烫伤或烧伤。在伤口上涂抹烫伤药,或涂抹甘油、硼酸凡士林。

(3)酸碱腐伤。先用水冲洗伤口。若为酸腐伤,再用5%碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗;若为碱腐伤,再用1%乙酸溶液冲洗。最后均用水冲洗。若酸液或碱液溅入眼内,应立即用水冲洗。若为酸液,再用1%碳酸氢钠溶液冲洗;若为碱液,再用1%硼酸溶液冲洗。最后均用水冲洗。

(4)不慎误食有毒药品。应迅速取0.3~0.5 g 硫酸铜溶于150~250 ml 温水中,制成溶液内服,或用手指伸入咽喉部,促使中毒者呕吐以排出未消化的药品。

(5)上述各种伤害伤势较重者经急救后,应速送至医院检查和治疗。

四、仪器洗涤

常用的洗涤方法有以下几种。

(1)用水刷洗。用毛刷沾水刷洗,可使水溶性杂质、尘土和不溶物脱落下来,但不能洗去油污和有机物。

(2)用去污粉、合成洗涤剂洗。先把要洗的仪器用水湿润,用毛刷沾少许去污粉或洗涤剂擦洗瓶内外,再用水冲洗干净。

(3)用化学洗涤液洗。对于黏附在玻璃上的顽固斑迹或残渣,可用化学洗涤液来洗。最常用的洗涤液由等体积的浓硫酸和饱和的重铬酸钾溶液配制而成。

已洗净的仪器壁上不应附着不溶物或油污。如加水于仪器,将仪器倒转过来,水即顺着器壁流下,器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜,而无水珠附着,则表示仪器已洗干净。

五、仪器干燥

(1)加热烘干。急用的仪器可放于烘箱内干燥(控制在105℃左右),也可倒置在玻璃仪器烘干器上烘干。

(2)晒干和吹干。不急用的仪器可倒置于干燥处,使其自然晾干。带有刻度的计量器可加入少许易挥发的有机溶剂,再倾斜并转动仪器,倒出溶剂,低温烘干或晾干。

六、实验报告

实验报告要求字迹端正,条理清晰;实验报告的格式可以根据题目作适当调整。实验报告内容除包括专业、班级、实验组、姓名和实验时间外,还应包括以下几条。

- (1)题目。
- (2)目的和要求。
- (3)基本原理。内容包括主要的提取、分离原理及鉴定原理。
- (4)操作。以流程图表示操作流程,简明扼要,包括现象的记录。
- (5)鉴定。记录化学反应的试剂、现象及结论,色谱鉴定条件,结果及结论。
- (6)产品。记录产品的颜色、晶形、重量、熔点及得率。
- (7)讨论。内容包括实验过程中的主要注意事项、关键步骤、实验成败的原因以及心得体会等。
- (8)思考题。根据老师的要求,回答各实验中的思考题。

第一章 常用提取和分离技术

天然药物化学是研究天然药物中有效成分的学科。天然药物的化学成分非常复杂,往往含有大量无效成分或杂质。因此,必须将有效成分提取出来并进一步分离和精制,以得到纯的总成分或单体,才能为结构测定、药理作用等方面的研究奠定基础。提取就是用适当的溶剂或适当的方法将化学成分从药物中溶解出来的过程,是药品生产的前处理工作。

一、溶剂提取法的原理

溶剂提取法是根据天然药物中多种成分在溶剂中溶解性的不同,选用对活性成分溶解度大,对不需要溶出成分溶解度小的溶剂,将有效成分从药材组织中溶出的方法。当溶剂加到中草药原料(需适当粉碎)中时,由于扩散、渗透作用,溶剂逐渐通过细胞壁透入细胞内,溶解出可溶性物质,造成细胞内外浓度差,细胞内浓度较高的溶液不断向外扩散,溶剂不断进入药材组织细胞中。直至细胞内外溶液浓度达到动态平衡时,将饱和溶液滤出,继续多次加入新溶剂,就可以把所提成分近于完全溶出或大部分溶出。

二、影响提取效果的因素

溶剂提取法的关键在于选择合适的溶剂和方法,但是在提取过程中,药材的粉碎度、提取的温度和时间等都能影响药物成分的提取效率。

1. 粉碎度

溶剂提取过程包括渗透、溶解、扩散等过程。药材粉末越细,药粉颗粒表面积越大,提取效率就越高。但如果药材粉碎过细,药粉颗粒表面积太大,则吸附作用增强,反而影响扩散作用。另外,含蛋白质、多糖类成分较多的药材在用水提取有效成分时,如果药材粉碎过细,虽然有利于有效成分的提取,但蛋白质和多糖等杂质也溶出较多,使提取液黏稠,过滤困难,影响有效成分的提取和分离。因此,用水提取药物有效成分时,通常可将药材碾成粗粉或切成薄片。

2. 温度

因为随着温度升高,分子运动加快,溶解、扩散速度也加快,有利于有效成分的溶出,所以热提取效率常比冷提取效率高。但温度过高时,有些药物成分会遭到破坏,同时杂质的溶出量也增多,故一般加热温度不宜超过 60°C ,最高不超过 100°C 。

3. 时间

有效成分的溶出量随提取时间的延长而增加,直到药材细胞内外有效成分的浓度达到平衡为止。不必无限制地延长提取时间,一般用水加热提取以每次 $0.5\sim 1\text{ h}$ 为宜,用乙醇

加热提取以每次 1~2 h 为宜。

三、溶剂的选择

溶剂提取法的关键是选择适当的溶剂。选择溶剂要注意以下三点:溶剂对有效成分的溶解度大,对杂质的溶解度小;溶剂不能与中药的成分发生化学反应;溶剂要具有经济、易得、使用安全等优点。

常见的提取溶剂可分为以下三类。

1. 水

水是一种强极性溶剂。优点:中草药中亲水性成分,如无机盐、低分子量的多糖类、鞣质、氨基酸、蛋白质、有机酸盐、生物碱盐及苷类等,都能被水溶出。为增加某些成分的溶解度,常采用酸水、碱水作为提取溶剂。酸水提取可使生物碱与酸生成盐类而溶出,碱水提取可使有机酸、黄酮、蒽醌、内酯、香豆素以及酚类成分溶出。缺点:用水提取时,易使苷类成分酶解和霉坏变质,某些含果胶、黏液质类成分的中草药,其水提取液常常很难过滤;沸水提取时,中草药中的淀粉可被糊化,从而增加过滤的难度。故中药传统用的汤剂多用中药饮片不经粉碎直接煎煮;用大量水煎煮会增加蒸发、浓缩的难度,溶出大量杂质,给成分的分离和提纯带来麻烦;中草药水提取液中含有皂苷及黏液质类成分,在减压浓缩时,还会产生大量泡沫,造成浓缩的困难。通常可在蒸馏器上装一个气-液分离防溅球加以克服,工业上则常用薄膜浓缩装置。

2. 亲水性溶剂

与水能混溶的有机溶剂,如乙醇、甲醇、丙酮等,称为亲水性溶剂,以乙醇最常用。

乙醇的优点:溶解性能比较好,对中草药细胞的穿透能力较强,亲水性的成分除蛋白质、黏液质、果胶、淀粉和部分多糖等外,大多能在乙醇中溶解,还可以根据被提取物的性质,采用不同浓度的乙醇进行提取;用乙醇提取比用水提取时溶剂用量少,提取时间短,溶解出的水溶性杂质也少;乙醇沸点低,毒性小,价格便宜,来源广,方便回收,提取液不易发霉变质。乙醇的缺点:燃点低,有一定危险性。

甲醇的性质和乙醇相似,沸点较低(64.5℃),但有视神经毒性,使用时应注意。

3. 亲脂性溶剂

与水不能混溶的有机溶剂,如石油醚、苯、氯仿、乙醚、乙酸乙酯、二氯乙烷等,称为亲脂性溶剂。优点:溶剂的选择性能强,不能或不容易提取出水溶性杂质。缺点:溶剂挥发性大,多易燃(氯仿除外),一般有毒,价格较高;透入植物组织细胞能力较弱,往往需要长时间反复提取才能将有效成分提取完全;如果药材中含有较多水分,用这类溶剂就很难浸出其有效成分。因此,在大量提取中草药原料时,直接应用这类溶剂提取有效成分有一定的局限性。

第一节 常用提取技术

一、浸渍法

1. 冷浸法

取药材粗粉,置适宜容器中,加入一定量的溶剂,如水、酸水、碱水或稀醇等,密闭,不断搅拌或振摇,在室温条件下浸渍 1~2 天,使有效成分浸出,过滤。向药渣中再加入适量溶剂,浸泡 2~3 次,使大部分有效成分浸出。然后将药渣充分压榨并过滤,合并滤液后,经浓缩即可得提取物。

2. 温浸法

具体操作与冷浸法基本相同,但温浸法的浸渍温度一般为 40~60℃,浸渍时间短,却能浸出较多的有效成分。由于温度较高,浸出液冷却后放置贮存时常析出沉淀,为保证提取液的质量,需滤去沉淀后再浓缩。

二、渗漉法

1. 渗漉装置

常用的渗漉装置见图 1-1。渗漉筒一般为圆柱形或圆锥形,筒的长度为筒直径的 2~4 倍。渗漉提取膨胀性不大的药材时用圆柱形渗漉筒,渗漉提取膨胀性较大的药材时则用圆锥形渗漉筒。

2. 操作方法

将药材粗粉放入有盖容器内,加体积为药材粗粉量 60%~70% 的浸出溶剂,均匀湿润后密闭保存,放置 15 min 至数小时,使药材粗粉充分膨胀后备用。另取脱脂棉一团,用浸出液润湿后,铺垫在渗漉筒的底部,然后将已湿润膨胀的药材粗粉分次装入渗漉筒中。每次装药后,均需摊匀、压平。松紧程度视药材质地及浸出溶剂性质而定,若为含水量较多的溶剂,宜压松些;若为含醇量多的溶剂,则可压紧些。药粉装完后,用滤纸或纱布覆盖在药材上面,并压上一些玻璃珠或碎瓷片等重物,以防加入溶剂时药粉被冲浮起来。然后向渗漉筒中缓缓加入溶剂,并注意先打开渗漉筒下方浸液出口处的活塞,以排除筒内空气,待溶液自下口流出时,关闭活塞。流出的溶剂应再倒回筒内,并继续添加溶剂至高出药粉表面数厘米,加盖放置 24~48 h,使溶剂充分渗透扩散。开始渗漉时,如以 1000 g 药粉计算,漉液流出速度以每分钟 1~5 ml 为宜。渗漉过程中需随时补充新溶剂,使药材中有效成分充分浸出。渗漉溶剂的用量一般为 1:(4~8)(药材粉末:渗漉溶剂)。

3. 注意事项

(1) 药材粉末不能太细,以免堵塞药粉颗粒间的孔隙,妨碍溶剂通过。一般大量渗漉时,将药材切成薄片或长 0.5 cm 左右的小段;少量渗漉时,将药材粉碎成粗粉。若粉碎时残留

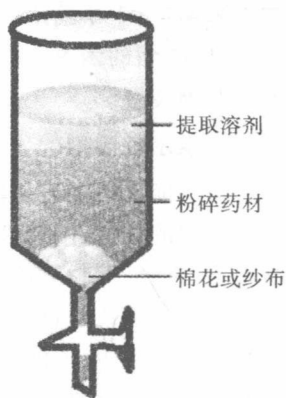


图 1-1 渗漉装置