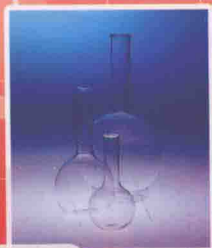


全国高等院校医学实验教学规划教材

天然药物化学实验指导

主 编 胡君萍 王晓梅 王新玲



科学出版社

全国高等院校医学实验教学规划教材

天然药物化学实验指导

主 编 胡君萍 王晓梅 王新玲

副主编 热娜·卡斯木 杨建华

编 委 王小青

依明·尔哈甫

阿依江·哈拜克

米仁沙·牙库甫

丛媛媛

帕丽达·阿不力孜

科 学 出 版 社

北 京

内 容 简 介

本书是全国高等医学院校配套教材之一,共分两部分,第一部分“总论”介绍了天然药物化学基本操作、常用仪器装置、常用提取、分离方法及结构鉴定方法。第二部分“天然药物化学实验实例”介绍了16个代表性实验,着重讲述了天然药物活性成分提取分离和结构鉴定的原理和具体实验操作方法。书后附有天然药物化学成分常用检出试剂、常用显色剂的配制方法、各类化学成分的检识方法、常用氘代试剂性质表等,以方便读者查阅。

本教材适合药学专业本、专科学生使用,也可作为成人教育或自学参考用书,对报考天然药物化学专业研究生的读者也大有裨益。

图书在版编目(CIP)数据

天然药物化学实验指导 / 胡君萍, 王晓梅, 王新玲主编. —北京: 科学出版社, 2016.3

全国高等院校医学实验教学规划教材

ISBN 978-7-03-047735-4

I. ①天… II. ①胡… ②王… ③王… III. ①生药学-药物化学-化学实验-医学院校-教材 IV. ①R284.33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 050607 号

责任编辑: 李 植 / 责任校对: 蒋 萍

责任印制: 赵 博 / 封面设计: 陈 敬

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

北京市文林印务有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

2016年3月第 一 版 开本: B5 (720×1000)

2016年3月第一次印刷 印张: 9

字数: 164 000

定价: 32.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

前 言

天然药物化学是一门实验性学科，实验课是教学中的重要环节，是理论联系实际，培养学生分析问题、解决问题能力的手段。通过对几个具有代表性的天然产物的类型，如生物碱、黄酮、蒽醌、皂苷、强心苷、香豆素等化学成分的提取分离、定性鉴别、结构鉴定，教会学生如何设计提取分离方法、如何进行单体化合物结构鉴定。在实验中，应先了解某一类成分的结构特点、理化性质及其所用的提取分离方法，然后学生根据实验指导要求进行操作，最后完成实验报告，来理解实验原理及实验方案，掌握正确操作规程，验证掌握程度。

为保证知识的系统性、相对独立性和使用的方便性，本书在《天然药物化学实验及学习指导》（科学出版社，2006 年）基础上，新增了总论部分，系统介绍了天然药物化学相关安全、理论及实验知识；删减了原书中学习指导的部分，旨在培养学生动手能力和创新能力；介绍了几类新的分离方法，方便同学们使用；并设计了天然药物中不同类型化合物的提取分离方法，尽可能多地涉及各种提取分离技术，以求同学们深入了解《天然药物化学》这门课程的内涵。

编 者

2016 年 1 月

目 录

第一部分 总 论

第一章	实验室规则和安全须知	1
第二章	实验室基本操作及常用仪器装置	4
第三章	天然药物化学中的提取方法	9
第四章	天然药物化学中的分离方法	18
第五章	天然药物化学成分结构鉴定方法	47

第二部分 天然药物化学实验实例

实验一	柱色谱和薄层色谱分离 3 种色素	54
实验二	槐花米中芦丁的提取分离和鉴定	58
实验三	虎杖中游离羟基蒽醌类成分的提取分离和鉴定	65
实验四	肉苁蓉中苯乙醇总苷的提取纯化和鉴定	71
实验五	皂苷、香豆素、强心苷定性	75
实验六	补骨脂中香豆素类成分的提取分离和鉴定	77
实验七	掌叶防己碱的提取分离及延胡索乙素的制备	79
实验八	中草药化学成分预试验	86
实验九	补骨脂素和异补骨脂素的提取分离和结构鉴定	94
实验十	秦皮中七叶苷、七叶内酯的提取分离和鉴定	97
实验十一	沸水法提取黄芩苷	99
实验十二	挥发油的定性和定量分析	102
实验十三	酸枣仁中酸枣仁皂苷 A 和 B 的分离与鉴定	106
实验十四	穿山龙中薯蓣皂苷元的提取分离与检识	109
实验十五	粉防己生物碱的提取分离与鉴定	112
实验十六	氧化苦参碱的提取、分离及鉴定	116

附 录

附录一	天然药物化学成分常用检出试剂配制方法	119
附录二	常用显色剂配制	124
附录三	常用溶剂性质表	128
附录四	天然药物中各类化学成分的检识方法	130
附录五	常用干燥剂性能的说明	133
附录六	实验室常用酸、碱的浓度	136
附录七	常用气代试剂性质表	137

第一部分 总 论

第一章 实验室规则和安全须知

天然药物化学实验教学是天然药物化学课程的重要组成部分，是学生进一步理论联系实际，掌握天然药物有效成分提取、分离和结构鉴定的基本操作技能，提高学生分析和解决问题能力，养成严谨的科学态度和良好的工作作风必不可少的教学环节。因此，要求学生遵守以下实验室规则：

一、实验规则

1. 实验前应认真预习，明确实验目的，了解实验的方法、步骤和基本原理。
2. 实验过程中要遵从教师指导，正确操作，仔细观察，认真记录和深入思考。
3. 严格遵守实验室各项制度，注意安全，爱护仪器，节约药品，维持实验室的教学秩序。
4. 实验完毕，应把实验桌整理干净。根据实验记录，认真处理数据，分析问题，写出实验报告按时呈交指导老师，并提交实验所得产品（标明产品名称、重量、实验组号及日期）。

二、实验室一般安全规则

1. 实验前应做好预习工作，熟悉每步具体操作中的安全注意事项，并熟悉实验室及其周围的环境和水的开关、电闸及灭火器的位置。
2. 使用电器设备及各种分析仪器时，要弄清电路及操作规程，不要用湿的手、物接触电插销，谨防触电。实验后，应把连接电源的插销拔下。
3. 实验完毕后，应检查水、电源、煤气是否关严。值日生和最后离开实验室的工作人员都应负责再检查一遍，并把水和煤气的总开关闭，关闭电闸。

三、易燃、腐蚀性和有毒药品或溶剂的使用规则

1. 有机溶剂(如乙醚、乙醇、苯、丙酮等)易燃,使用时要远离火源,用后要盖紧瓶塞,置于阴凉处。加热、回流提取或回收溶剂时,必须在水浴上进行,切勿用直火加热。

2. 回收溶剂时,应在加热前投入 1~2 粒沸石,每添加一次溶剂,应重新添加沸石,加热中途不得加入沸石,严防溶液发生爆沸或因恒沸而发生爆炸。若为有毒易燃有机溶剂的回收(如苯、氯仿),应将排气管导出室外或下水道。

3. 强酸、强碱(如硫酸、盐酸、氢氧化钠等)具强腐蚀性,勿洒在皮肤或衣物上,以免造成化学灼伤,强酸烟雾刺激呼吸道,使用时应倍加小心。

4. 绝不允许各种化学药品任意混合,也切勿把任何试剂或溶剂倒回原储瓶,以免发生意外事故。残渣废物丢入废物缸内,用过的易燃有机溶剂不得倒入下水道,否则有燃烧爆炸的危险。

四、实验室灭火常识

实验室一旦发生火灾,应保持镇静,不要慌乱,立即采取各种相应措施。首先要立即断绝火源(电源、煤气等),并速将附近的可燃物移开,防止火势蔓延。

1. 锥形瓶内溶剂着火,只需用石棉网或湿布盖熄。溶剂泼倒后着火,可用石棉布、沙土、麻袋或灭火器扑灭。不可用水冲,以免因水流而扩大燃烧面。

2. 衣服着火,切勿奔跑,赶快脱下衣服,或用厚的外衣、麻袋裹灭,或赶快卧倒在地上滚灭,或打开附近的自来水开关用水冲淋熄灭。

3. 火势较大时,应根据具体情况采用灭火器灭火,常用的有以下三种:

(1) 泡沫灭火器:使用时将筒颠倒(碳酸氢钠和硫酸铝溶液作用,产生氢氧化铝和大量的二氧化碳泡沫),喷射起火处,泡沫就把燃烧的物体包住与空气隔绝,而使火焰熄灭。此法不运用于电火花引起的火灾。

(2) 四氯化碳灭火器:使用时连续抽动唧筒,四氯化碳即会喷出。其遇热迅速气化,成为很重的气体包住燃烧物体,使之与空气隔绝,而将火焰熄灭。此法最适合于扑灭电火花引起的火灾。

(3) 二氧化碳灭火器:是实验室最常用的灭火器(其侧筒内装有压缩的液态二氧化碳),使用时打开开关即可灭火。

五、实验室一般急救措施

1. 创伤：在伤口上用双氧水消毒或涂抹红汞。
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：先用水冲洗伤处。若为酸腐伤，再用 5%的碳酸氢钠溶液或稀氨水洗；若为碱腐伤，再用 1%醋酸溶液洗，最后均用水冲洗。若是酸或碱液溅入眼内，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，则用 1%硼酸溶液冲洗，最后均应用水冲洗。
4. 毒物进入口内：将 5~10 ml 稀硫酸铜溶液加入一杯温开水中，内服，或用手指伸入咽喉部促使呕吐。
5. 上述各种伤害伤势较重者经急救后，应速送医院检查和治疗。

第二章 实验室基本操作及常用仪器装置

一、仪器的洗涤方法

实验室中常使用各种玻璃仪器，这些仪器是否干净，常影响到所提取、分离的化学成分的纯度和分离精制的步骤，所以应保证使用仪器干净。

洗涤玻璃仪器的方法很多，应根据污物的性质来选用(附着在玻璃仪器上的污物有可溶性物质，也有尘土和不溶性物质，还有油污和有机物质等)。常用的洗涤方法有：

1. 用水刷洗：用毛刷就水刷洗，既可使可溶物溶去，也可使附着在仪器上的尘土和不溶物脱落下来，但往往不能去油污和有机物。

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. 用洗涤液洗：对于顽固沾附在玻璃上的斑迹或残渣，可用洗涤液来洗。最常用的洗涤液是由等体积的浓硫酸和饱和的重铬酸钾溶液配制而成。

洁净标准：仪器壁上，不应附着有不溶物或油污。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。

二、仪器的干燥方法

1. 加热烘干：急需用的仪器可放于烘箱内干燥(控制在 105°C 左右)，也可倒置在玻璃仪器烘干器上烘干。一些常用的烧杯、蒸发皿可置石棉网上小火或用电炉烤干。

2. 晒干和吹干：不急用的洗净仪器可倒置于干燥处，任其自然晾干。带有刻度的计量器或小体积烧瓶等，可加入少许易挥发的有机溶剂(最常用的是乙醇或丙酮)倾斜并转动仪器，倾出溶剂。

三、渗 漉 法

渗漉是天然药物化学成分提取法中常用的一种提取方法。操作时将药材粉末润湿膨胀后装入渗漉器中，不断在药粉上添加新溶剂，使其渗透过药粉，自上而下从渗漉器下部流出提取液。该法提取效率较高，但操作较繁。操作时注意控制

流速，边渗漉边加进新溶剂，不可使表面干燥。

四、回流提取法

回流提取是应用有机溶剂提取时最常用的一种方法。操作时将药粉装入烧瓶中，药材的量为烧瓶容量的 $1/3 \sim 2/3$ ，再加溶剂浸过药材表面 $1 \sim 2$ cm，接上冷凝器在水浴上加热回流，一般保持微沸约 1 小时，滤出提取液，药渣加入新溶剂再次加热回流约半小时，如此提取数次，至有效成分基本提尽为止。合并各次提取液，蒸馏回收溶剂即得提取物。

五、连续回流提取法

连续回流提取也是多种提取法中较常用的一种提取方法，该法可弥补一般回流提取中所需溶剂量大、操作麻烦的不足。实验室常用的装置是索氏提取器。

操作时应注意：

1. 盛药粉的滤纸折成筒状，内装物不得超过虹吸管；滤纸筒底叠紧，勿使药粉漏出（否则会堵住虹吸管）。
2. 烧瓶中盛放溶剂的量为其容量的 $1/2 \sim 2/3$ 。

六、蒸 馏 法

蒸馏在天然药物化学实验中主要用来回收溶剂，浓缩大量提取液。根据所回收溶剂的沸点及性质不同，可分为常压蒸馏和减压蒸馏两种。

（一）常压蒸馏

一般主要用于低沸点有机溶剂（ 100°C 以下）的回收。

操作时应注意：常压回收装置严禁密闭。加热须在水浴上进行，不得直火加热。

（二）减压蒸馏

一般主要用于高沸点溶剂（ 100°C 以上）的回收；或减压蒸馏所需的温度下提取物易破坏分解的情况。可以采用旋转蒸发器进行减压蒸馏。

操作应注意：

1. 整个系统不应漏气（各连接处应安全完好）。
2. 蒸馏瓶盛装溶液的量一般不宜超过其容量的 $1/2$ 。

3. 蒸馏系统和水泵(或真空泵)之间应连接一安全瓶,以防水压变动时,水倒流至接收瓶内。

4. 减压蒸馏完毕后,慢慢打开安全活塞,直到完全与气相通。最后关上水泵或真空泵。

七、水蒸气蒸馏法

水蒸气蒸馏只适用于具挥发性,能随水蒸气蒸馏而不被破坏,且难溶(或不溶)于水的成分的提取,主要用于挥发油的提取。

操作应注意:

1. 水蒸气发生器盛水量不宜超过其容积的 $3/4$,安全玻璃管应插到发生器底部,以保证安全。

2. 蒸馏溶液总量至烧瓶的 $1/3$ 为宜,通入蒸气的玻璃管应几乎达到溶液正中的瓶底,并应将烧瓶的位置向水蒸气发生器方面倾斜,以免飞溅起来的泡沫或液体经冷凝器而流入接受器,使蒸馏出的液体受污染。在蒸馏过程中,应将圆底烧瓶保温,以免部分水蒸气在烧瓶中冷凝下来,使瓶内液体不断增加。

3. 蒸馏中断或完毕时,必须将水蒸气发生器与圆底烧瓶之间的三通玻璃管下口螺旋夹打开,使与大气相通,然后再停止加热。否则烧瓶内液体将被倒吸入水蒸气发生器内。

八、萃 取 法

萃取是天然药物化学成分分离方法中最常用的一种。实验室小量萃取一般在分液漏斗中进行。

操作时应注意:

1. 使用分液漏斗前应检查活塞处是否紧密,振摇萃取时通常将分液漏斗倾斜旋转振摇,并及时倒置,放出因振摇而产生的气体,以解除漏斗内压力。

2. 振摇后静置,待两相分层清楚再放出萃取液。为使两层的沾污降至最低限度,下层总是应从分液漏斗底部放出,而上层则应从分液漏斗顶部倾出。

3. 萃取时常遇乳化现象,为防止乳化的发生,一般在大量萃取前,先取少量试之,如易产生乳化,则应避免猛烈振摇,应缓缓地旋摇进行萃取,或将分液漏斗轻轻翻转数次的办法进行萃取。

如已发生乳化现象,可采取以下方法处理:

(1) 分出乳化层,再换新溶剂萃取。

- (2) 抽滤乳化层(除胶体粒子, 可破乳)。
- (3) 加热乳化层, 可促进分层。
- (4) 加入表面活性剂(如戊醇), 或长时间放置, 使其自然分层。

九、过滤方法

过滤是最常用的固液分离方法, 一般可分为常压过滤和减压过滤两种。

(一) 常压过滤

一般主要用于除去沉淀的过滤(需要滤液)。特别适用于过滤颗粒细小的沉淀或胶体沉淀。使用普通漏斗和滤纸, 根据过滤的溶液不同, 滤纸有两种常用的两种折叠方法。

1. 滤锥: 常用于水溶液的过滤。

2. 槽纹滤纸(菊花形): 常用于有机溶液的过滤。操作时应注意: 过滤前应先润湿滤纸, 再倾倒溶液。倾倒溶液时, 应将溶液沿玻棒缓慢倾入漏斗中。为加快过滤速度, 应先倾入上清液, 后倒入沉淀。

(二) 减压过滤

减压过滤也称抽滤或真空过滤。通常使用布氏漏斗和滤纸来进行。减压可加速过滤并使所得沉淀较干。

操作时应注意:

1. 抽滤用滤纸应剪成比布氏漏斗内径略小的圆形滤纸, 大小以盖住漏斗底部所有的孔, 但不伸展到漏斗壁上为准。

2. 抽滤前用同一种溶剂润湿滤纸, 再抽气, 使滤纸紧贴布氏漏斗底板, 然后倾倒待滤液。如用无水溶剂抽滤时, 滤纸与漏斗不宜贴紧, 这时可先用少许水湿润滤纸, 用纸或干净布压紧抽气, 使滤纸贴紧。再用无水溶剂抽滤洗去水分, 然后同上法抽滤。

3. 抽滤时, 注意漏斗下端的斜剖面要对着抽滤瓶侧面的支管, 为防止滤液倒流, 应在抽滤瓶与抽气泵之间安装一安全瓶。

若为少量物质的抽滤(如经分离得少量结晶), 可以使用小型多孔板漏斗、玻璃钉漏斗、减压漏斗。

十、干燥方法

由天然药物中提取分离得到的结晶性固体常带有水分或挥发性有机溶剂, 需

根据样品的性质选择适当的方法进行干燥。常用的干燥方法有以下几种：

(一) 自然干燥

为最常用的干燥样品方法。将样品铺于表面皿或滤纸上，于空气中干燥。少量样品的快速干燥，可用质量好的滤纸压吸溶剂干燥。此法简便且不需加热，但具吸湿性化合物不宜采用。

(二) 加热干燥

对热稳定的样品，待有机溶剂挥干，放于烘箱中于适当温度下干燥至恒重。或将样品置红外灯下干燥，红外灯干燥穿透性强，比普通加热快。但加热干燥不能用于易升华或分解的样品，其他样品干燥时也不能使加热温度超过结晶的熔点，且要考虑结晶的熔点会因溶剂的存在而有所降低。

(三) 干燥器干燥

将结晶样品放入干燥器中用干燥剂在常压或减压下进行干燥。凡熔点低、易吸潮、受热易分解的样品，均可用干燥器干燥。常用的干燥器有：普通干燥器、真空干燥器、真空恒温干燥器。

1. 普通干燥器：一般适用于保存经烘箱干燥后易吸潮的样品，用于干燥样品时所费时间长，效率低。

2. 真空干燥器：减压情况下可降低干燥温度，缩短干燥时间，提高干燥效率。但使用时真空温度不宜过高，以防炸碎（一般于水泵上抽至盖子推不动即可）。抽气时还须注意水压突然下降，水倒流入干燥器内。开启干燥器取样时，放入空气不宜太快，最好在抽气口上放一小片滤纸，以免样品冲散。

3. 真空恒温干燥器（干燥枪）：此法干燥效率高，不仅能除去样品表面的溶剂和水份，还能脱去结晶水。但仅适用于少量样品的干燥。

用上述各种干燥器进行干燥时，干燥器中均应散放干燥剂。常用的干燥剂有变色硅胶、无水硫酸钙、无水氯化钙及五氧化二磷等。使用真空干燥器，一般不宜用浓硫酸做干燥剂。

(四) 冷冻干燥

冷冻干燥是样品的水溶液或混悬液在高真空的容器中冷冻至呈固体状态，然后升华脱水，被干燥的物质即成固体。此法可在真空冷冻干燥器中进行，适用于受热易破坏或易吸潮样品的干燥。

第三章 天然药物化学中的提取方法

天然药物化学是研究植物中有效成分的学科，而植物中的化学成分一般非常复杂，往往含有大量的无效成分或杂质。有效成分则含量很少，多则百分之十几，少则百万分之几，甚至更少，且往往多种有效成分共存。因此，必须将有效成分从植物中提取出来并进一步分离和精制，以得到单一的化合物(单体)，才能为结构测定、药理活性及质量分析等进一步研究奠定基础。所以有效成分的提取分离是天然药物化学研究的首要任务，是一项十分艰巨而细致的工作。

提取就是用适当的溶剂和适当的方法将植物中的化学成分从植物组织中抽提出来的过程。提取时要将所要的成分尽可能完全提出，而不要的成分则尽可能少提出，但用任何一种溶剂或任何一种方法提取而得到的提取液和提取物仍然是包含几种或多种化学成分的混合物，尚需进一步分离和精制。

一、溶剂提取法

1. 溶剂提取法的原理：溶剂提取法是根据中草药中各种成分在溶剂中的溶解性质，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，而将有效成分从药材组织内溶解出来的方法。当溶剂加到中草药原料(需适当粉碎)中时，溶剂由于扩散、渗透作用逐渐通过细胞壁透入到细胞内，溶解了可溶性物质，而造成细胞内外的浓度差，于是细胞内的浓溶液不断向外扩散，溶剂又不断进入药材组织细胞中，如此多次往返，直至细胞内外溶液浓度达到动态平衡时，将此饱和溶液滤出，继续多次加入新溶剂，就可以把所需要的成分近于完全溶出或大部溶出。

2. 影响提取效果的因素：中草药成分在溶剂中的溶解度直接与溶剂性质有关。溶剂可分为水、亲水性有机溶剂及亲脂性有机溶剂，被溶解物质也有亲水性及亲脂性的不同。

— 有机化合物分子结构中亲水性基团多，其极性大而疏于油；有的亲水性基团少，其极性小而疏于水。这种亲水性、亲脂性及其程度的大小，是和化合物的分子结构直接相关。一般来说，两种基本母核相同的成分，其分子中功能基的极性越大，或极性功能基数量越多，则整个分子的极性大，亲水性强，而亲脂性就越弱，其分子非极性部分越大，或碳键越长，则极性小，亲脂性强，而亲水性就越弱。

各类溶剂的性质，同样也与其分子结构有关。例如甲醇、乙醇是亲水性比较

强的溶剂，它们的分子比较小，有羟基存在，与水的结构很近似，所以能够和水任意混合。丁醇和戊醇分子中虽都有羟基，保持和水有相似处，但分子逐渐地加大，与水的性质也就逐渐疏远。所以它们能彼此部分互溶，在它们互溶达到饱和状态之后，丁醇或戊醇都能与水分层。氯仿、苯和石油醚是烃类或氯烃衍生物，分子中没有氧，属于亲脂性强的溶剂。

总的说来，只要中草药成分的亲水性和亲脂性与溶剂的此项性质相当，就会在其中有较大的溶解度，即所谓“相似相溶”的规律。这是选择适当溶剂自中草药中提取所需要成分的依据之一。

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、提取温度和时间等都能影响提取效率。

(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，上述过程进行得越快，提取效率就越高。但粉碎过细，表面积太大，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用水提取时，药材粉碎过细，虽有利于有效成分的提取，但蛋白质和多糖等这类杂质也溶出较多，使提取液粘稠，过滤困难，影响有效成分的提取和进一步分离，因此通常用水提取时可采用粗粉或薄片，用有机溶剂提取时可以略细，以能通过 20 目筛为宜。

(2) 温度：温度增高，分子运动加快，溶解、扩散速度也加快，有利于有效成分的提出，所以热提常比冷提效率高。但温度过高，有些成分易破坏，同时杂质溶出也增多。故一般加热不超过 60℃，最高不超过 100℃。

(3) 时间：有效成分的提出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。所以不必无限制的延长提取时间，一般用水加热提取，以每次 0.5~1 小时为宜，用乙醇加热提取每次以 1 小时为宜。

3. 溶剂的选择：运用溶剂提取法的关键，是选择适当的溶剂。溶剂选择适当，就可以比较顺利地将需要的成分提取出来。选择溶剂要注意以下三点。

(1) 溶剂对有效成分溶解度大，对杂质溶解度小。

(2) 溶剂不能与中药的成分起化学变化。

(3) 溶剂要经济、易得、使用安全等。

常见的提取溶剂可分为以下三类：

(1) 水：水是一种强的极性溶剂。中草药中亲水性的成分，如无机盐、糖类、分子不太大的多糖类、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。为了增加某些成分的溶解度，也常采用酸水及碱水作为提取溶剂。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。但用水提取易酶解苷类成分，易霉坏变质。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,而增加过滤的困难。故含淀粉量多的中草药,不宜磨成细粉后加水煎煮。中药传统用的汤剂,多用中药饮片直火煎煮,加温可以增大中药成分的溶解度外,还可能与其它成分产生“助溶”现象,增加了一些水中溶解度小的、亲脂性强的成分的溶解度。但多数亲脂性成分在沸水中的溶解度是不大的,即使有助溶现象存在,也不容易提取完全。如果用大量水煎煮,就会增加蒸发浓缩时的困难,而且会溶出大量杂质,给进一步分离纯化带来麻烦。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置一个汽-液分离防溅球加以克服,工业上则常用薄膜浓缩装置。

(2) 亲水性的有机溶剂:也就是一般所说的与水能混溶的有机溶剂,如乙醇(酒精)、甲醇(木精)、丙酮等,以乙醇最常用。乙醇的溶解性能比较好,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。难溶于水的亲脂性成分,在乙醇中的溶解度也较大。还可以根据被提取物质的性质,采用不同浓度的乙醇进行提取。用乙醇提取比用水提取溶剂量少,提取时间短,溶解出的水溶性杂质也少。乙醇为有机溶剂,虽易燃,但毒性小,价格便宜,来源方便,有一定设备即可回收反复使用,而且乙醇的提取液不易发霉变质。由于这些原因,用乙醇回流提取的方法是历来最常用的方法之一。甲醇的性质和乙醇相似,沸点较低(64℃),但有毒性,使用时应注意。

(3) 亲脂性的有机溶剂:也就是一般所说的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。这些溶剂的选择性能强,不能或不容易提出亲水性杂质。但这类溶剂挥发性大,多易燃(氯仿除外),一般有毒,价格较贵,设备要求较高,且它们透入植物组织的能力较弱,往往需要长时间反复提取才能提取完全。如果药材中含有较多的水分,用这类溶剂就很难浸出其有效成分,因此,大量提取中草药原料时,直接应用这类溶剂有一定的局限性。

4. 溶剂提取方法:用溶剂法提取常采用浸渍、渗漉、煎煮、回流提取及连续提取等操作方法。

(1) 浸渍:将药材的粗粉或碎块装入适当的容器中,加入适宜的溶剂(一般用水或稀醇),以浸没药料稍过量为度,时常振摇或搅拌,放置一段时间,滤出提取液,药渣另加新溶剂再浸渍。如此数次,合并提取液,浓缩即得提取物。本法简单易行,但提取效率差,提取时间长,用水浸渍时,必要时应加适量防腐剂以防霉变。

(2) 渗漉:渗漉法是将中草药粉末装在渗漉器中,不断添加新溶剂,使其渗透过药材,自上而下从渗漉器下部流出浸出液的一种浸出方法。当溶剂渗进药粉溶出成分比重加大而向下移动时,上层的溶液或稀浸液便置换其位置,造成良好的浓度差,使扩散能较较好地,故浸出效果优于浸渍法。采用此法应控制溶剂流速,在渗漉过程中随时自药面上补充新溶剂,使药材中有效成分充分浸出为止,