



植物化学实验

◎主编 赵子剑 赵紫犁



西安电子科技大学出版社
<http://www.xduph.com>

植物化学实验

主 编 赵子剑 赵紫犁
副主编 王国权 周 进 熊建武
参 编 陈胜璜 赵永新 林红卫 何学红
 刘志华 赫媛媛 侯安国 刘光明
 罗正红 李 敏
主 审 陈迪钊

内 容 简 介

本实验教材是作者在总结多年教学实践经验的基础上编写而成的,主要介绍了植物(中药、天然药物)化学实验准备,常用植物(中药、天然药物)化学实验技术,以及植物化学研究中有代表性的生物碱、蒽醌、黄酮、萜类等相关的 29 个实验。各实验主要包括实验目的与要求、实验原理、实验内容、注意事项、思考题等内容。书末选录了部分与植物化学实验相关的参考数据,包括植物(中药、天然药物)化学成分检出试剂配置法、常用层析显色剂的制备及使用、常用溶剂物理常数和精制方法、常用溶剂性质表、化学试剂规格表等。

本实验教材适合作为制药工程、中药学、药学、农学及相关专业植物化学、中药化学、天然药物化学实验课的教材。

图书在版编目(CIP)数据

植物化学实验/赵子剑,赵紫犁主编. —西安:西安电子科技大学出版社,2013.9

ISBN 978-7-5606-3184-4

I. ① 植… II. ① 赵… ② 赵… III. ① 植物生物化学—实验 IV. ① Q946-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 209205 号

策 划 杨丕勇

责任编辑 阎 彬 杨丕勇

出版发行 西安电子科技大学出版社(西安市太白南路 2 号)

电 话 (029)88242885 88201467 邮 编 710071

网 址 www.xduph.com 电子邮箱 xdupfxb001@163.com

经 销 新华书店

印刷单位 陕西华沐印刷科技有限责任公司

版 次 2013 年 9 月第 1 版 2013 年 9 月第 1 次印刷

开 本 787 毫米×1092 毫米 1/16 印 张 12

字 数 280 千字

印 数 1~3000 册

定 价 24.00 元

ISBN 978-7-5606-3184-4/Q

XDUP 3476001-1

如有印装问题可调换

前 言

植物化学是一门实践性很强的学科，只有通过对植物中有效成分的提取、分离、鉴定等实验，才能真正了解这门学科，才能利用这门学科为我国的药学事业做出应有的贡献。

植物作为药用已有几千年的历史，具有现代科学意义的植物(中药、天然药物)化学已有二百多年的历史，各种科学仪器的出现为植物(中药、天然药物)化学研究提供了强有力的工具，使研究的速度大大加快。但是，实验室中最基本的操作仍是最重要的，这是体现植物(中药、天然药物)化学素质的最基本部分，所以本实验教材仍保留这些内容。本实验教材包括植物(中药、天然药物)化学研究中有代表性的生物碱、蒽醌、黄酮、萜类等相关的 29 个实验，书末选录了部分与植物(中药、天然药物)化学实验相关的参考数据，包括植物(中药、天然药物)化学成分检出试剂配置法、常用层析显色剂的制备与使用、常用溶剂性质表、常用植物(中药、天然药物)成分分离系统等。

本实验教材由赵子剑(怀化学院副教授、执业药师，湖南大学化学专业在读博士)、赵紫犁(长沙麓山国际实验学校教师，湖南省化学奥赛金牌教练)任主编；王国权(陕西中医学院副教授)、周进(湖南工业职业技术学院副教授、高级工程师)、熊建武(湖南工业职业技术学院教授、高级工程师)任副主编；湖南中医药大学陈胜璜，怀化学院赵永新、林红卫、何学红、罗正红、李敏，湖南怀化医学高等专科学校刘志华，甘肃张掖医学高等专科学校赫媛媛，云南中医学院侯安国，湖南文理学院刘光明参编。本实验教材由赵子剑、赵紫犁、周进统稿，陈迪钊(怀化学院教授，硕士生导师)主审。在本实验教材编写过程中，得到了怀化学院杨吉兴教授、张俭教授等的大力支持和帮助，湖南正好制药有限公司张光贤高级工程师也提出了一些修改建议和意见，在此对他们表示衷心的感谢。

本实验教材实验内容丰富，涉及内容广，适合大学本科、高职院校及成人高等学校的制药工程、中药学、药学、农学及相关专业开设植物化学、中药化学、天然药物化学实验课时使用，也可作为药物研究机构和药厂从事中药(天然药物)化学开发与研究的科技人员、医药类院校制药专业硕士研究生、医药类院校各专业教师的参考书。

限于编者水平，书中难免存在不足之处，敬请广大师生与读者批评指正。

编 者

2013 年 5 月

目 录

第一章 植物(中药、天然药物)化学实验准备	1
1.1 植物(中药、天然药物)化学实验注意事项	1
1.2 安全防火须知	2
1.3 应特别注意的实验室常见事故	2
1.4 常用仪器使用规范	3
1.4.1 RE-1001B 旋转蒸发仪操作规程	3
1.4.2 WFH-201B 暗箱式紫外透射反射仪操作规程	3
1.4.3 电子分析天平标准操作规程	4
1.4.4 722 分光光度计操作规程	4
1.4.5 UV-2450 紫外光谱仪操作规程	5
1.5 实验报告内容和要求	5
第二章 常用植物(中药、天然药物)化学实验技术	7
2.1 常用实验操作技术	7
2.1.1 浸渍法操作及应用特点	7
2.1.2 渗漉法操作及应用特点	8
2.1.3 煎煮法操作	9
2.1.4 回流提取法操作及应用特点	9
2.1.5 连续提取法操作	10
2.1.6 蒸馏法操作	11
2.1.7 减压蒸馏法操作	12
2.1.8 水蒸气蒸馏法操作	14
2.1.9 萃取法操作	15
2.1.10 重结晶法操作	16
2.1.11 层析法操作	18
2.2 常用植物(中药、天然药物)化学成分的提取、分离和鉴定方法	36
2.2.1 提取方法	36
2.2.2 分离和纯化	39
第三章 植物(中药、天然药物)化学实验	49
实验一 应用薄层色谱法检识中药制剂	49
实验二 大黄中游离蒽醌的提取、分离与检识	52

实验三	虎杖中蒽醌类成分与白藜芦醇苷的提取、分离、鉴定及含量测定	54
实验四	七叶苷与七叶内酯的提取、分离和鉴定	59
实验五	补骨脂中补骨脂素和异补骨脂素的提取、分离与检识	60
实验六	葛根中黄酮类化合物的提取、分离及含量测定	63
实验七	槐花米中芦丁的提取及槲皮素的制备与检识	65
实验八	陈皮中橙皮苷的提取、分离与检识	69
实验九	黄芩中黄芩苷的提取、鉴定及含量测定	71
实验十	八角茴香油的提取、分离与检识	73
实验十一	丁香中挥发油的提取、分离与检识	76
实验十二	花椒油素的提取	77
实验十三	陈皮挥发油的提取与鉴定	78
实验十四	青蒿素的提取、分离、鉴定和氢化	81
实验十五	齐墩果酸的提取、分离和鉴定	83
实验十六	女贞子中齐墩果酸的提取、鉴定及含量测定	84
实验十七	甘草中甘草酸的提取、鉴定及含量测定	86
实验十八	甾体皂苷元的提取、分离与检识	88
实验十九	知母皂苷 A ₃ 的提取、分离和鉴定	90
实验二十	夹竹桃苷的提取、分离和鉴定	92
实验二十一	黄夹苷的提取、鉴定及含量测定	95
实验二十二	黄连中盐酸小檗碱的提取、分离与检识	97
实验二十三	黄藤中掌叶防己碱的提取及延胡索乙素的制备和鉴定	99
实验二十四	苦参生物碱的提取、分离和鉴定	101
实验二十五	红古豆碱的提取、分离和鉴定及红古豆醇碱的合成	103
实验二十六	防己中粉防己碱的提取、分离与检识	107
实验二十七	穿心莲内酯的提取、分离与检识	110
实验二十八	四季青中原儿茶酸的提取、分离和鉴定	113
实验二十九	植物(中药、天然药物)化学成分预试验	114
附录		119
附录 1	植物(中药、天然药物)化学成分检出试剂配置法	119
附录 2	常用层析显色剂的制备及使用	123
附录 3	常用溶剂物理常数和精制方法	146
附录 4	常用溶剂性质表	147
附录 5	分离各类成分的溶剂系统和显色剂	148
附录 6	常用酸碱性溶液的比重及配制方法	149
附录 7	乙醇浓度稀释表	150
附录 8	常用植物(中药、天然药物)成分分离系统	151
附录 9	常用溶剂的回收及精制方法	171
附录 10	薄层色谱常用吸附剂	174
附录 11	国内大孔吸附树脂性能表	175

附录 12 国外大孔吸附树脂性能表 178

附录 13 交联葡聚糖规格及技术数据 179

附录 14 常用离子交换纤维素的种类和特性 180

附录 15 化学试剂规格表 181

附录 16 国产层析滤纸的性能与规格 181

附录 17 干燥剂的性质与干燥效率 182

附录 18 干燥剂一般应用范围 183

附录 19 《中华人民共和国药典》筛号和工业用筛的关系 183

参考文献 184



第一章

植物(中药、天然药物)化学实验准备

1.1 植物(中药、天然药物)化学实验注意事项

植物(中药、天然药物)化学实验时间长,操作繁杂,所用溶剂和试剂品种多,而且用量较大。许多有机溶剂及药品有毒或具有易燃、腐蚀性、刺激性和爆炸性等特点,在实验操作过程中又经常需要进行加热或减压等操作,学生将接触各种热源和电器,如果操作不慎,易引起中毒、触电、烧伤、烫伤、火灾、爆炸等事故。所以要求每个实验操作者,必须加强爱护国家财产和保障人民生命安全的责任心,严格遵守操作规程,树立严谨的科学实验态度,提高警惕,消除隐患,预防事故发生。

为了确保实验的安全进行,要求如下:

(1) 实验前,认真阅读实验内容及其相关知识,掌握实验原理、操作方法及注意事项。实验开始前应清点本次实验所用仪器设备、溶剂、试剂,熟悉存放位置;认真检查仪器是否完整无损,装置是否正确,经检查合格后方可开始实验。

(2) 实验时要保持室内整洁、安静,不准做与实验无关的事情,不得擅自离开岗位。在实验过程中应密切观察实验进程是否正常,仪器装置有无漏气、碎裂等现象。以科学的实事求是态度,认真及时地记录操作步骤、实验现象、有关数据、实验结果等,以备如实地填写实验报告。

(3) 倒取和存放易燃性有机溶剂时,要远离火源。不得随意将易燃、易爆、有毒的有机溶剂及药品倒入水槽或污物缸内。不得在烤箱内烘烤留有易燃性有机溶剂的仪器或药品。取用药品、试剂和溶剂时,应避免交叉污染,以确保实验的准确性。

(4) 使用精密仪器及电气设备时,应先了解其原理及操作规程,检查好电路,严格按照操作规程进行。遇到不明的问题应及时向老师请教,切忌自作主张、乱动仪器。不要用湿手接触电器。仪器用完后,关好电源,立即清理擦拭干净,摆放整齐。

(5) 回流或蒸馏有机溶剂时,应检查冷凝水是否畅通。不得用明火直接加热,应根据其溶剂的沸点选用水浴、油浴或沙浴。

(6) 实验室中常用到一些有毒或剧毒药品及溶剂。人体中毒的途径一般分为呼吸道、消化道或皮肤吸收。所以室内要通风良好,产生毒气的操作应在通风橱内进行。取用剧毒药品时切勿将其洒在容器外,吸取有毒液体时应使用吸球,不要让其接触皮肤或口腔。毒物及废液不得随意乱倒。实验室内严禁饮食。



(7) 爱护公物, 注意节约水电和能源, 不浪费药品、试剂及溶剂。损坏仪器设备, 应及时向老师报告, 并登记。

(8) 实验结束后, 打扫实验室卫生。检查水、电、煤气等开关是否关闭, 关妥门窗后, 方可离开实验室。

(9) 实验时若不慎起火, 应沉着冷静。首先立即切断实验室内所有电源及火源, 搬走易燃易爆物品, 同时针对起火点情况, 选用适当灭火器材进行灭火。

实验者在开始实验前, 应了解以下急救常识:

(1) 外伤。及时取出伤口中的碎玻璃屑或固体物质, 用蒸馏水冲洗后贴创可贴或涂擦络合碘, 用消毒纱布包扎, 伤口严重时经简单处理后应及时送往医院就医。

(2) 中毒。如发生中毒现象, 应迅速使中毒者撤离现场至通风良好的地方, 解开衣领, 松开腰带, 让其做深呼吸。轻者可慢慢恢复。较重者应饮服高锰酸钾(1:5000)或 1%硫酸铜溶液后, 压舌催吐。呕吐后, 再根据毒物性质不同, 选择饮服鸡蛋清、牛奶、淀粉糊、橘子汁、咖啡、浓茶水等。如发生昏迷或休克, 应进行人工呼吸或输氧, 并及时送往医院急救。

(3) 灼伤。如为火灼伤, 忌水洗, 可局部涂抹苦味酸、甘油、鸡蛋清、烧伤膏等。药物灼伤, 应先用大量水冲洗, 再根据药物的性质, 采用适宜的方法处理。如为酸碱灼伤, 先用大量水冲洗后, 再用 3%碳酸氢钠或 1%醋酸溶液蘸洗, 并局部涂凡士林。如果试剂溅入眼内, 先用大量水淋洗, 再点入可的松眼药水等。

(4) 触电。如有人发生触电事故, 应迅速切断电源。触电轻微者可很快自行恢复, 较严重者须进行人工呼吸, 并立即送医院急救。

1.2 安全防火须知

(1) 实验室存放的易燃性有机溶剂要远离火源。

(2) 在进行易燃性有机溶剂实验时, 一定要按照操作规程进行, 不可将易挥发、易燃性有机溶剂倒入水槽或废液缸内。

(3) 烤箱内不能烤盛有易燃性溶剂的器皿。

(4) 消防器材、沙箱、石棉布、灭火器应放在方便固定的地点, 不能随意移动, 均应处于备用状态。

(5) 万一不慎着火, 要沉着冷静, 积极抢救, 应立即切断室内电源和火源, 用石棉布将着火部位盖严, 使其隔绝空气而熄灭, 或视火势情况选用适当灭火器材进行灭火。在实验室使用二氧化碳灭火器较好, 它具有不腐蚀、不导电的优点。

1.3 应特别注意的实验室常见事故

(1) 蒸馏或回流加热时, 发现未放入沸石, 未等溶液冷却就补加沸石, 结果溶液冲出瓶外有时引起火灾。

(2) 蒸馏易燃物时, 忘记通冷却水, 大量蒸气逸出易引起火灾。



- (3) 蒸馏易燃物时, 塞子漏气引起火灾。
- (4) 用三角烧瓶做减压装置的接受器易发生炸裂。
- (5) 减压操作结束后, 放气太快, 使压力计冲破。
- (6) 使用真空干燥器时, 用完就直接开干燥器的放气阀, 结果使泵内的机油被吸到干燥器中, 样品被污染。

1.4 常用仪器使用规范

1.4.1 RE-1001B 旋转蒸发仪操作规程

1. 操作程序

(1) 抽真空: 接通真空油泵(循环水真空泵)电源, 打开通路中的阀门, 抽真空至适当程度。如果管路系统密闭良好, 则在负压达到要求后, 应尽可能地将管道通路中的阀门关掉, 然后关闭真空油泵, 以延长油泵寿命。

(2) 加料: 利用系统负压, 将原料吸入盛料器, 容量不得超过一半。

(3) 接通自来水: 接通自来水冷却, 运行期间注意观察冷凝器的温度, 调整冷凝水的流量以满足充分冷凝的要求。

(4) 接通水浴锅电源: 设定温度, 加热升温。

(5) 水浴锅加水: 通常使旋转瓶浸入 $1/3 \sim 1/2$ 深度为宜, 水浴高度能以浮力平衡旋转瓶重量为宜。装卸旋转瓶时最佳水位是与瓶内液面相平的, 并且最好关闭水浴锅, 待水浴锅温度下降至适宜温度时再进行。

(6) 旋转: 打开电控器开关, 由慢到快调节旋钮, 最佳转速要避开水浴共振波动。

(7) 回收溶剂: 关掉真空油泵, 打开加料开关放气, 打开放料阀即可放出收集瓶中的溶媒。

2. 注意事项

(1) 运转期间若关闭真空油泵, 则必须提前关闭抽气管路中的阀门, 防止真空油泵中的介质倒吸。

(2) 真空油泵严禁敞开进气口运行, 防止杂质吸入设备腔体。

(3) 运转期间注意观察电机、电源线路情况, 发现异常情况应斟酌处理, 并报实验室主管人员。

1.4.2 WFH-201B 暗箱式紫外透射反射仪操作规程

1. 概述

该仪器能分别发出短波 254 nm、长波 365 nm 的紫外线(反射)及 300 nm 的紫外线(透射), 既可以单独使用, 也可以混合使用。

2. 使用

(1) 接通 220 V 电源。



- (2) “点样”开关用于暗箱照明，不可以与紫外线开关同时使用。
- (3) “254 nm”开关用于打开短波紫外灯。
- (4) “365 nm”开关用于打开长波紫外灯。
- (5) “300 nm”开关用于打开透射紫外灯。

开机约 3 分钟，是观察和拍照的最佳时机，此时样品发出的荧光处于最佳状态。拍照时若罩上黑绒布遮去室内可见光，则效果更好。

3. 注意事项

- (1) 紫外灯打开后，切勿自下而上直视观看，以免损伤眼睛。
- (2) 灯管寿命有限，不用时一定要保持关闭状态。
- (3) 灯管和滤色玻璃勿用手直接接触，以免沾污造成失透。
- (4) 若滤色玻璃色片发生霉变、污染，应及时用小块毛毡、牙膏(或刨光粉)或擦镜纸沾上酒精，擦拭清除。

1.4.3 电子分析天平标准操作规程

(1) 接通电源，打开电源开关和天平开关，预热至少 30 分钟以上。也可于上班时预热至下班前关断电源，使天平处于稳定的预热状态。

(2) 参数选择。预热完毕后，轻轻按一下天平控制面上的开关键，天平即开启，并显示 0.0000；按下开关键不松手，直至出现 Int-x-后立即松开，并立即轻轻按一下开关键即可选择积分时间，选择挡为 1、2、3，一般选“2”挡；选好后，再按住开关键不松开，直到出现 Asd-x-后立即松开，并立即轻轻按动开关键即可选择稳定度，选择挡为 1、2、off 三挡，一般选“2”挡。以上两参数选好后，如无必要可不再改变，每次开启后即执行选定参数。

(3) 天平自检。电子天平设有自检功能，进行自检时，天平显示“CAL……”，稍等片刻，闪现“100”，此时应将天平自身配备的 100 g 标准砝码轻轻推入，天平即开始自校，片刻后显示 100.0000，之后显示“0”，此时应将 100 g 标准砝码拉回，片刻后天平显示 00.0000。此时天平自检完毕，即可称量。

(4) 放入被称物。将被称物预先放置，使之与天平室的温度一致(过冷、过热物品均不能放在天平内称量)，必要时先用台式天平称出被称物的大约重量。开启天平侧门，将被称物置于天平载物盘中央；放入被称物时应戴手套或用带橡皮套的镊子镊取，不应直接用手接触，必须轻拿轻放。

(5) 读数。天平自动显示被测物的重量，等稳定后(显示屏左侧亮点消失)即可读数并记录。

(6) 关闭天平，断开电源。

1.4.4 722 分光光度计操作规程

(1) 预热仪器。将选择开关置于“T”，打开电源开关，使仪器预热 20 分钟。为了防止光电管疲劳，不要连续光照。预热仪器时和不测定时应将试样室盖打开，使光路切断。

(2) 选定波长。根据实验要求，转动波长手轮，调至所需要的单色波长。



(3) 固定灵敏度挡。在能使空白溶液很好地调到“100%”的情况下,尽可能采用灵敏度较低的挡。使用时,首先调到“1”挡,灵敏度不够时再逐渐升高。但换挡改变灵敏度后,须重新校正“0%”和“100%”。选好灵敏度后,实验过程中不要再变动。

(4) 调节 $T = 0\%$ 。轻轻旋动“0%”旋钮,使数字显示为“00.0”(此时试样室是打开的)。

(5) 调节 $T = 100\%$ 。将盛蒸馏水(或空白溶液,或纯溶剂)的比色皿放入比色皿座架中的第一格内,并对准光路,把试样室盖子轻轻盖上,调节透过率“100%”旋钮,使数字显示正好为“100.0”。

(6) 吸光度的测定。将选择开关置于“A”,盖上试样室盖子,将空白液置于光路中,调节吸光度调节旋钮,使数字显示为“.000”。将盛有待测溶液的比色皿放入比色皿座架中的其它格内,盖上试样室盖,轻轻拉动试样架拉手,使待测溶液进入光路,此时数字显示值即为该待测溶液的吸光度值。读数后,打开试样室盖,切断光路。重复上述测定操作1~2次,读取相应的吸光度值,取平均值。

(7) 浓度的测定。选择开关由“A”旋置“C”,将已标定浓度的样品放入光路,调节浓度旋钮,使得数字显示为标定值,将被测样品放入光路,此时数字显示值即为该待测溶液的浓度值。

(8) 关机。实验完毕,切断电源,将比色皿取出洗净,并将比色皿座架用软纸擦净。

1.4.5 UV-2450 紫外光谱仪操作规程

- (1) 检查电源是否正确连接,仪器配件是否完整。
- (2) 开稳压电源。
- (3) 待电源电压达到 220 V 后开主机。
- (4) 开启仪器电源,15 秒后开启电脑与显示器。
- (5) 点击应用软件,点击连接,待仪器自检完毕后,使仪器预热 15 分钟。
- (6) 设置分析方法与参数。
- (7) 放入参比溶液,进行调零或基线校正。
- (8) 按照石英比色皿的操作要求,正确地装液、清洗与擦拭。
- (9) 比色皿正确装液后关闭比色皿室盖,待方法设置选择完成后点击应用软件 Start,开始测定。
- (10) 测定完毕,把数据保存到相应的文件夹中(不能保存在 C 盘中)。
- (11) 退出应用软件,取出石英比色皿,用相应的方法清洗好比色皿,之后将比色皿浸泡在装有无水乙醇的烧杯中 24 小时,再将其装入比色皿盒。
- (12) 关闭仪器,用仪器罩盖好仪器。

1.5 实验报告内容和要求

实验完毕,应提交实验报告。实验报告的格式、内容及要求如下。

1. 题目
2. 实验目的和要求



3. 实验操作及原理

- (1) 简明扼要地说明提取和分离的理论依据。
- (2) 用阶梯式流程图记录实验过程、现象及出现的问题，包括投料量、中间产品得重。

4. 化学成分鉴定

- (1) 化学反应：包括反应试剂用量及结果。
- (2) 薄层层析：绘制 TLC 图谱，注明层析条件。
- (3) 产品的产量、得率，测定 m.p. 结果。
- (4) 呈交样品：注明产品名称、m.p. 或 b.p.、产量、得率、日期、班、组、姓名。

5. 讨论

讨论你对本实验的收获和体会，列举实验中出现问题并找出出现问题的原因，说明有何改进意见等。



第二章

常用植物(中药、天然药物)化学实验技术

2.1 常用实验操作技术

2.1.1 浸渍法操作及应用特点

浸渍法主要包括以下几种:

(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,不时搅拌或振摇,在室温条件下浸渍 1~2 天或规定时间,使有效成分浸出,滤过。药材再加入适量溶剂浸泡 2~3 次,使有效成分大部分浸出。然后将药渣充分压榨、滤过,合并滤液,经浓缩后即得提取物。

(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在 40~60℃ 之间,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常析出沉淀,为保证质量,需滤去沉淀后再浓缩。

(3) 重浸渍法,即多次浸渍法。此法可减少药渣吸附浸出液所引起的药物成分的损失量。其操作是:将全部浸渍溶剂分为几份,先用第一份浸渍药材后,将药渣再用第二份溶剂浸渍,如此重复 2~3 次,最后将各份浸渍液合并处理,即得。多次浸渍法能大大地降低浸出成分的损失量,其降低的程度可用下式表示:

$$r = x \left[\frac{a^m}{(n+a)(n+2a)^{m-1}} \right]$$

式中, r 为药渣吸液所导致的成分损失量(即留于 a 中的浸出成分的量); m 为浸渍次数; x 为药材成分总浸出量; a 为药渣吸附的浸液量; n 为首次分离出的浸液量。

由上式知, r 值的减小与 a 值有关,与其在总浸液量中所占的比例的方次成反比地减小,而浸渍次数即是方次的级数,故浸渍的次数越多,成分损失量就越小。欲使 r 值减小,关键在于减小 a 值和合理控制浸出次数。减小 a 值的方法是压榨药渣。一般浸渍 2~3 次即可将 r 值减小到一定程度,浸渍次数过多并无实际意义。

浸渍法简单易行,适用于黏性药材、无组织结构的药材、新鲜及易于膨胀的药材、价格低廉的芳香性药材;不适用于贵重药材、毒性药材及高浓度的制剂。因为浸渍法溶剂的



用量大，且呈静止状态，所以溶剂的利用率较低，有效成分浸出不完全，即使采用重浸渍法，加强搅拌，或促进溶剂循环，也只能提高浸出效果，不能直接制得高浓度的制剂。浸渍法所需时间较长，不宜用水做溶剂，通常用不同浓度的乙醇或白酒，故浸渍过程中应密闭，防止溶剂的挥发损失。

2.1.2 渗漉法操作及应用特点

1. 渗漉装置

常用的渗漉装置见图 2-1。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；膨胀性大的药材的渗漉提取则采用圆锥形渗漉筒。

2. 操作方法

将药材粗粉放在有盖容器内，再加入占药材粗粉量 60%~70% 的浸出溶剂均匀湿润后，密闭，放置 15 分钟至数小时，使药材充分膨胀后备用。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，均须摊匀压平。松紧程度视药材质地及浸出溶剂而定，含水量较多的溶剂宜压松些，含醇量高的溶剂则可压紧些。药粉装完后，用滤纸或纱布将药材面覆盖，并加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，并注意应先打开渗漉筒下方浸液出口之活塞，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 小时，使溶剂充分渗透扩散。开始渗漉时，渗漉液流出速度如以 1000 g 药粉计算，每分钟流出 1~3 mL 或 3~5 mL 为宜。渗漉过程中需随时补充新溶剂，使药材中的有效成分充分浸出。渗漉溶剂的用量一般为 1:4~1:8(药材粉末:渗漉溶剂)。



图 2-1 渗漉装置

3. 注意事项

(1) 供渗漉用的药材粉末不能太细，以免堵塞药粉颗粒间孔隙，妨碍溶剂通过。一般大量渗漉时药材应切成薄片或 0.5 cm 左右的小段；小量渗漉时需将药材粉碎成粗粉。若粉碎时残留的细粉较多，应待粗粉充分湿润后再将其拌入粗粉一起装筒，这样可避免堵塞渗漉筒。

(2) 药粉装筒前一定要先放入有盖容器中用溶剂湿润，且放置一定时间，使药粉充分湿润膨胀，以免在渗漉筒中膨胀后造成堵塞，或膨胀不均匀造成浸出不完全。

(3) 装筒时药粉的松紧及使用压力是否均匀，对浸出效果影响很大。药粉装得过紧会使出口堵塞，溶剂不易通过，无法进行渗漉。药粉装得过松，溶剂很快流过药粉，造成浸出不完全，消耗的溶剂量多。因此装筒时，要分次一层一层地装，每装一层，要用木槌均匀压平，不能过松或过紧。

(4) 渗漉筒中的药粉量装得不宜过多，一般为渗漉筒容积的 2/3，留有一定的空间以存



放溶剂,便于操作和连续渗漉。

(5) 药粉填装好后,应先打开渗漉筒下口活塞,再添加溶剂,否则会因加溶剂造成气泡,冲动粉柱而影响浸出。渗漉过程中,溶剂必须保持高出药面,否则渗漉筒内药粉干涸开裂,再加入溶剂时溶剂会从裂隙间流过而影响浸出。若采用连续渗漉装置(见图 2-2),则可避免此现象的发生。

4. 渗漉法应用特点

渗漉法属于动态浸出,溶剂的利用率高,有效成分浸出完全,故适用于贵重药材、毒性药材及高浓度制剂,也可用于有效成分含量较低的药材的提取;但对新鲜的及易膨胀的药材、无组织结构的药材不宜选用。渗漉法不经滤过处理可直接收集渗漉液。因渗漉过程所需时间较长,不宜用水做溶剂,通常用不同浓度的乙醇或白酒,故应防止溶剂的挥发损失。

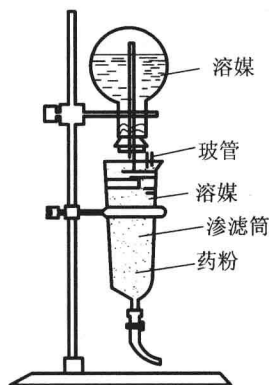


图 2-2 连续渗漉装置

2.1.3 煎煮法操作

煎煮法系指用水作溶剂,加热煮沸浸提药材成分的一种方法,适用于有效成分能溶于水,且对湿、热较稳定的药材。该法浸提成分范围广,但往往杂质较多,给精制带来不利,且煎出液易霉败变质。因符合中医传统用药习惯,溶剂易得价廉,煎煮法至今仍为最广泛应用的基本浸提方法。

操作方法:取药材饮片或粗粉,置于适当容器(勿用铁器)中,加水浸没药材,充分浸泡后,加热煎煮,待药液沸腾后,继续保持微沸一定时间,然后进行滤过,得到水煎液。药渣再加适量水,重复操作数次至水煎液味淡薄为止。合并各次水煎液,浓缩即得提取物。一般需煎煮 2~3 次,煎煮的时间可根据药材的量及质地而定。对少量质松、轻薄的药材,第一次可煮沸 20~30 分钟;而药材量多或质地坚硬时,第一次约煎煮 1~2 小时。第二、三次煎煮时间可酌减。

2.1.4 回流提取法操作及应用特点

将药材粗粉装入圆底烧瓶内,添加溶剂使其浸过药面 1~2 cm,烧瓶内药材及溶剂的总量一般为烧瓶容积的 1/2~2/3。烧瓶上方接通冷凝管,置水浴中加热回流一定时间,滤出提取液,药渣再添新溶剂回流提取,见图 2-3。一般需提取 3 次,合并提取液。

回流提取法的应用特点:该法较渗漉法的溶剂耗用量少,因为溶剂能循环使用。但回流热浸法溶剂只能循环使用,不能不断更新;而循环回流冷浸法溶剂既可循环使用,又能不断更新,故溶剂用量最少,浸出较完全。但应注意,回流法由于连续加热,浸出液在蒸发锅中受热时间较长,故不适用于受热易破坏的药材成分浸出。若在其装置上连接薄膜蒸发装置,则可克服此缺点。



图 2-3 回流提取装置



2.1.5 连续提取法操作

1. 连续提取装置

在实验室中常用脂肪抽出器(索氏提取器)作为连续提取装置。它共分三部分,上部是冷凝管,中部是带有虹吸管的提取筒,下部为圆底烧瓶。三部分通过磨口严密连接(见图 2-4)。

2. 连续提取法操作

先将研细的药材粉末装入滤纸筒中,轻轻压实,上盖以滤纸或少量脱脂棉,然后放入提取筒中,再将提取筒下端和盛有适量提取溶剂的烧瓶连接,上端接上冷凝管。安装完毕后,水浴加热,当溶剂沸腾时,蒸气通过提取筒旁的玻管上升到达冷凝管中,被冷凝成为液体后,滴入提取筒中,当筒中液体的液面超过虹吸管的最高处时,由于虹吸作用,提取液自动流入烧瓶中,烧瓶内的溶液再受热气化上升,而被溶出的中药成分因不能气化而留在烧瓶中,如此循环提取,直至药材中的可溶性成分大部分提出后为止,一般需要数小时才能完成。

如果是大量提取,可根据此原理设计类似的大量连续提取装置(见图 2-5)。

若试样量少,可用简易半微量提取器(见图 2-6):把被提取中药粗粉放入折叠滤纸筒中。此装置操作方便,提取效果也较好。

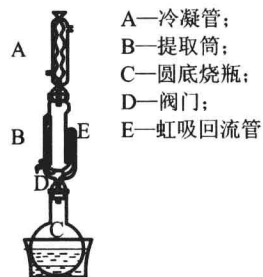


图 2-4 索氏提取器

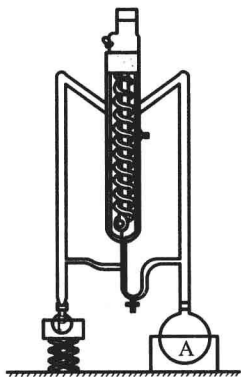


图 2-5 大量连续提取装置

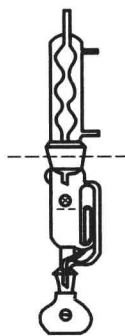


图 2-6 简易半微量提取器

3. 注意事项

(1) 滤纸筒可用定性滤纸捆扎而成(见图 2-7)。滤纸筒高度以超过索氏提取器的虹吸管 1~2 cm 为宜。滤纸筒内径应小于索氏提取器的提取筒内径。

(2) 药材粉末的装入量不宜过多,放入提取筒内后,药面应低于虹吸管,并应注意不要把药粉流出滤纸筒外,以防堵塞虹吸管。

(3) 加热前,应在烧瓶内加入止暴剂,如果提取液已加热而没有加入止暴剂,补加时必须将提取液冷至沸点以下,方可加入,切忌将止暴剂直接加入已接近沸腾的提取液中,否则提取液可能突然放出大量蒸气,而将大部分液体从蒸馏瓶口喷出,造成火灾及烫伤事故。如果因故中途停止提取,在再次加热前,应加入新的止暴剂。