

天然药物化学实验项目

实验一 黄柏中盐酸小檗碱的提取分离与鉴定

[目的要求]

通过提取分离和鉴定黄柏中的小檗碱，掌握渗漉法、盐析法、结晶法和薄层色谱法的基本操作过程及注意事项，熟悉小檗碱的化学鉴定方法。

[实验内容]

（一）主要成分的结构

黄柏为芸香科植物黄皮树 *Phellodendron Chinese* Schneid. 或黄檗 *Phellodendron amurense* Rupr. 的干燥树皮。前者习称“川黄柏”，后者习称“关黄柏”。川黄柏主产于四川、贵州、湖北等地。关黄柏主产于辽宁、吉林等地。黄柏具有清热燥湿，泻火除蒸，解毒疗疮等功效。

黄柏中主要含有小檗碱（berberine），基结构如下：



川黄柏含小檗碱约 1.37%~5.8%，关黄柏含小檗碱约 0.60%~1.64%。

（二）主要成分的性质

小檗碱异名黄连素，分子式 $[C_{20}H_{18}NO_4]^+$ ，分子量 336.37。自水或稀乙醇中结晶得到的小檗碱为黄色针状结晶，盐酸小檗碱为黄色小针状结晶。小檗碱能缓溶于冷水（1：20），易溶于热水和热乙醇，难溶于丙酮、氯仿、苯。盐酸小檗碱微溶于冷水，易溶于热水，不溶于冷乙醇、氯仿和乙醚。

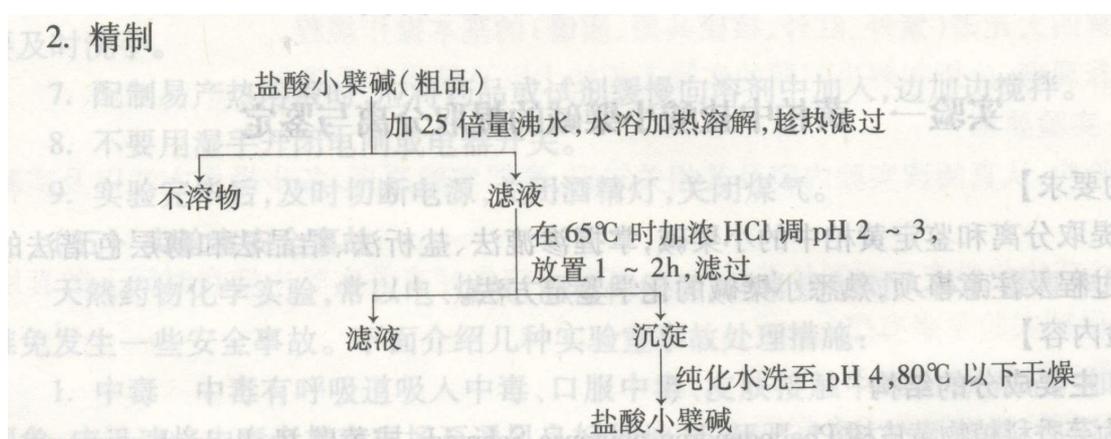
（三）基本原理

利用小檗碱可溶于水，盐酸小檗碱几乎不溶于水的性质，先将药材用石灰乳润湿，使药材吸水膨胀，小檗碱游离，同时可使黄柏中含有的粘液质沉淀。用水渗漉提取小檗碱，再将其转化成盐酸盐而沉淀析出，结合盐析法得到盐酸小檗碱。

（四）操作步骤

1.提取

黄柏粗粉（100g），置 1000mL 烧杯中，加入 15g $Ca(OH)_2$,800mL 水，静置 1 小时，用棉花抽滤。滤液加入 7%氯化钠，装广口瓶中过夜析出沉淀，抽滤。沉淀即为盐酸小檗碱粗品



3.鉴定

(1) 取盐酸小檗碱（自制）约 50mg 于 10mL 试管中，加纯化水 5mL，加热溶解，加入 2 滴 10% 氢氧化钠，显橙色。溶液放冷后漏斗滤过，滤液中加入数滴丙酮即产生黄色丙酮小檗碱的沉淀。

(2) 取盐酸小檗碱（自制）少许于 10mL 试管中，加稀硫酸 2mL 振摇半分钟溶解后（不会全溶），加漂白粉少许，显樱红色。

(3) 盐酸小檗碱的薄层色谱鉴定

吸附剂：中性氧化铝（软板）

展开剂：氯仿-甲醇（9：1）

显色剂：紫外灯下观察荧光或自然光下观察黄色斑点

试样：0.1% 盐酸小檗碱乙醇液（自制）

对照品：0.1% 盐酸小檗碱乙醇液

[基本操作注意点]

1. 实验原料尽可能选用小檗碱含量较高（1.37%~5.8%）的川黄柏。
2. 加入氯化钠的目的是将小檗碱转化成盐酸盐并利用其盐析作用，降低盐酸小檗碱在水中的溶解度。其用量不宜超过 10%，否则溶液的比重增大，使盐酸小檗碱结晶呈悬浮状态而难以沉淀，要趁热滤过，防止盐酸小檗碱在滤过时析出结晶，使滤过困难，产量降低。
3. 中性氧化铝板自行制备，3g 氧化铝加入 7mL CMC-Na，铺成两块板

[思考题]

1. 怎样从黄柏中提取分离盐酸小檗碱？原理是什么？
2. 用薄层色谱法检识盐酸小檗碱时，为什么常选用氧化铝作吸附剂？如果选用硅胶作吸附剂，怎样操作才能达到较准确的结果？