

模块十

—— 中药中萜类与挥发油类化学成分的提取分离技术



1

掌握中药中萜类与挥发油类化学成份的提取分离技术

学习目标

2

掌握薄荷中挥发油和青蒿中的青蒿素的提取分离原理及操作技术；
熟悉当归中挥发油的提取分离原理及操作技术；
了解丁香中挥发油的提取分离原理及操作技术。

知识要求

3

熟练进行薄荷中的挥发油和青蒿中的青蒿素的提取分离操作；
能进行当归、丁香中挥发油的提取分离操作。

能力要求



教学内容

学习提示

中药中萜类与挥发油类化学成分的结构、性质及提取分离知识

任务一

黄花蒿中青蒿素的提取分离技术

任务二

薄荷中挥发油的提取分离技术

任务三

丁香中挥发油的提取分离技术

任务四

当归中挥发油的提取分离技术

学习提示

一

萜类成分的分类和分布

二

萜类成分的结构类型

三

萜类成分的性质

四

萜类成分的分类和分布

五

挥发油的性质

六

萜类和挥发油类化学成分的提取分离与检识



萜类

经典定义

萜类化合物
(terpenoids)
是异戊二烯
(C_5H_8) N 首
尾相连的聚合体
及其含氧衍生物
。

分 布

萜类化合物在自然界分布及其广泛，其中主要分布在植物体内，尤其是被子植物，其次是海洋生物。常见含有萜类化合物的中药有：穿心莲、地黄、吴茱萸、龙胆、薄荷、青蒿、紫杉、丹参、人参、雷公藤等。

生物活性

萜类化合物具有抗癌、驱虫、抗疟、抗菌消炎、抑制血小板凝集、促进肝细胞再生等作用，有些是香料工业和化妆品工业的重要原料。



挥发油

经典定义

挥发油（volatile oils）又称精油（essential oils），是广泛存在于植物体中的一类常温下可挥发，具有芳香气味，与水不相混溶的油状液体的总称。

分 布

挥发油类成分广泛分布在植物界，我国野生与栽培的含挥发油的芳香药用植物有数百种。常见含有挥发油的中药有：木香、苍术、当归、柠檬、厚朴、藿香、丁香、薄荷、柴胡、川芎、细辛、姜橙皮等。

生物活性

挥发油是中药中很重要的一类有效成分，具有止咳、平喘、祛痰、抗菌、驱虫祛风、镇痛、解表等功效。



(一) 萜类化合物的分类与分布

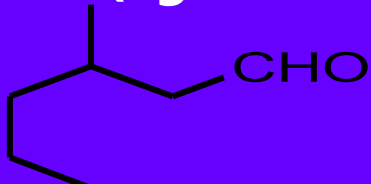
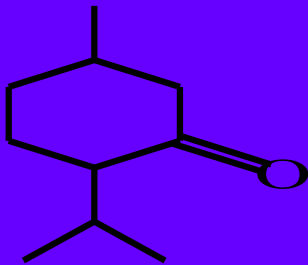
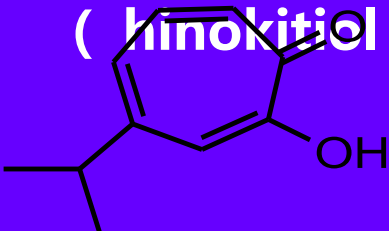
分类名称	碳原子数	通式 (C ₅ H ₈) ⁿ	存在与分布
半萜	5	n=1	挥发油 植物叶
单萜	10	n=2	挥发油
倍半萜	15	n=3	挥发油 树脂 苦味素
二萜	20	n=4	树脂 苦味素 植物醇
二倍半萜	25	n=5	海绵、植物病毒、昆虫 代谢物
三萜	30	n=6	皂苷 树脂 植物乳汁
四萜	40	n=8	植物胡萝卜素
多萜	> 40	n > 8	橡胶 硬橡胶

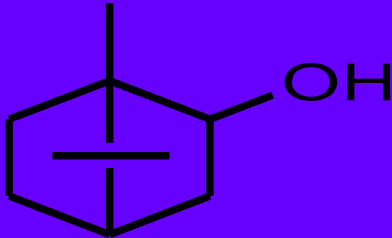
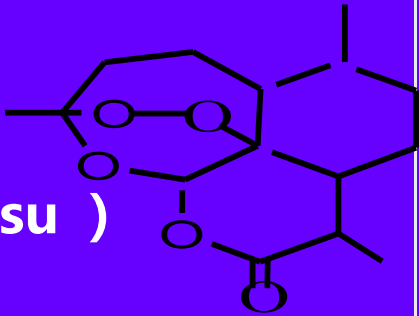
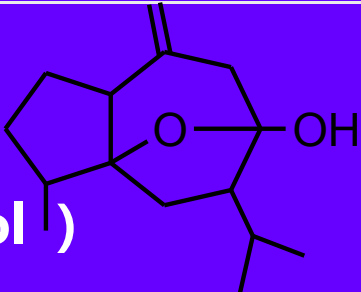
表 6-1 萜类的分类和存

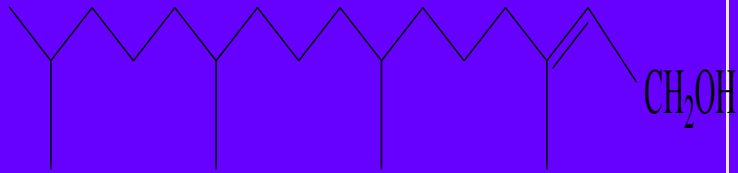
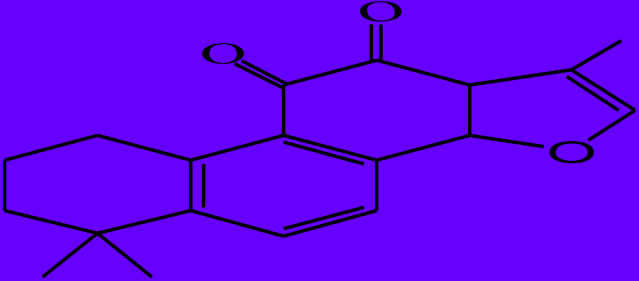
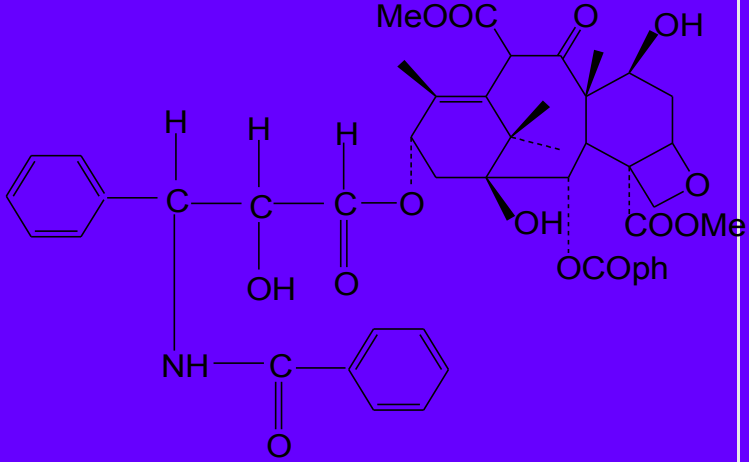
在与分布

(二) 萜类成分的结构类型

表 6-2 萜类成分的结构

结构类型	活性成分	主要来源	作用与用途
链状单萜	柠檬醛 (geranial) 	存在于柠檬草油和香茅油等植物挥发油中。	具有止腹痛作用
单环单萜	胡椒酮 (piperitone)  扁柏素 (hinokitiol) 	存在于胡椒、芸香草等植物挥发油中 存在于台湾产扁柏 (<i>Chamaecyparis taiwanensis</i>) 及罗汉柏 (<i>Thuopsis dolabrata</i>) 心材中	具有松弛平滑肌作用，是治疗支气管哮喘的有效成分 具有卓酚酮结构，多具有抗菌活性

结构类型	活性成分	主要来源	作用与用途
双环单萜	 D- 龙脑	存在于龙脑香树的挥发油及其他多种挥发油中	俗称冰片，具有发汗、兴奋、解痉挛、驱虫、抗缺氧等作用
链状倍半萜	 麝子油醇 (farnesol)	存在于金合欢花、玫瑰花、香茅油等挥发油中	可作为高级香料的原料
环状倍半萜	 青蒿素 (qinghaosu)	存在于菊科植物黄花蒿（ Artemisia annua L. ）的干燥地上部分	具有预防治疗疟疾作用
萹类	 莪术醇 (curcumol)	存在于姜科植物莪术干燥根茎的挥发油中	具有抗癌活性

结构类型	活性成分	主要来源	作用与用途
链状二萜	 植物醇 (phytol)	是叶绿素的组成部分	曾作为合成维生素 K 和维生素 E 的原料
环状二萜	 丹参酮II A(tanshinoneIIA)	存在于唇形科植物丹参 Salvia miltiorrhiza Bge 的干燥根及根茎中	具有活血化淤作用，是治疗心绞痛的复方丹参片的有效成分
	 紫杉醇 (taxol)	存在于太平洋红豆衫 (Taxus brevifolia) 的树皮中	用于治疗卵巢癌、乳腺癌和肺癌

(三) 萜类成分的性质

性状

较低分子量的萜类成分如单萜、倍半萜多为具有挥发性和特殊香气的油状液体，是挥发油的组成成分之一。较大分子量的萜类化合物多为结晶性固体，无挥发性。多数萜类成分具有旋光性，因萜类成分多味苦，所以又称其为苦味素。

加成反应

具有双键和羰基的萜类成分，可与某些试剂如卤素、卤化氢、亚硫酸氢钠等发生加成反应，多生成结晶，常应用此性质进行萜类成分的纯化和分离。

溶解性

大多数萜类成分具有亲脂性，难溶于水，易溶于有机溶剂，而与糖成苷后极性增大，亲水性增强，则溶于水 and 醇，难溶于亲脂性有机溶剂。

脱氢反应

环状萜类化合物以铂或钯为催化剂，在惰性气体保护下，与 S 或 Se 共热，发生脱氢反应，生成芳香族化合物，此反应对于萜类化合物结构研究有重要意义。

氧化反应

萜类成分可与臭氧、铬酐、四醋酸铅、高锰酸钾等氧化剂反应，生成不同产物，借此判断分子中双键的位置和合成萜的醛或酮衍生物。

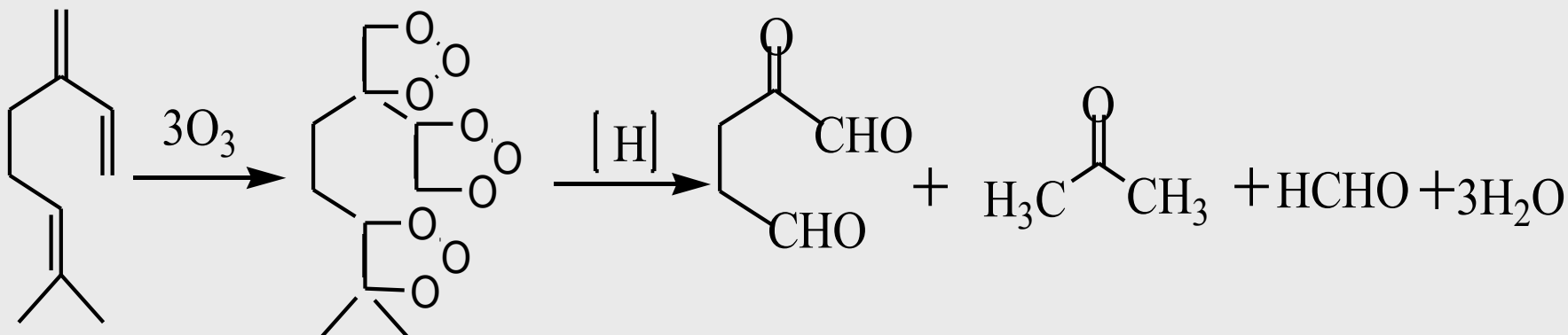
加成反应



柠檬烯 (limonene)

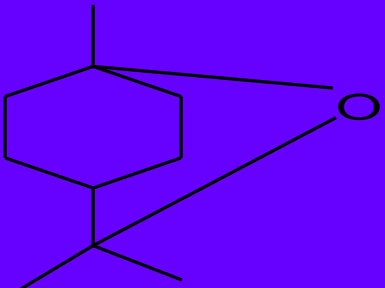
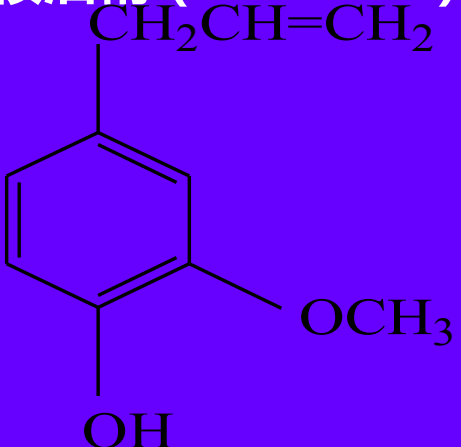
柠檬烯二氢氯化物

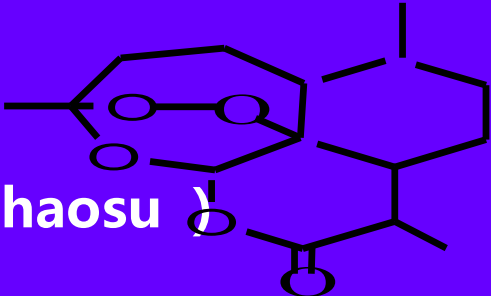
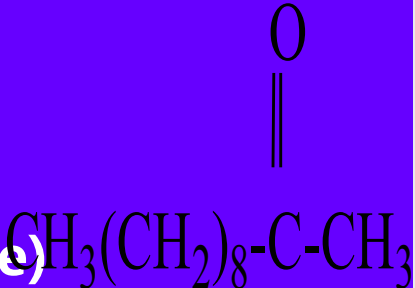
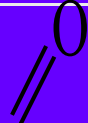
氧化反应



(四) 挥发油的化学组成

表 6-3 挥发油的化学组成

结构类型	活性成分	主要来源	作用与用途
单萜、倍半萜及其含氧衍生物	 桉油精 (cineole)	存在于樟油和蛔蒿花蕾等挥发油中，是桉叶油的主要成分	具有解热消炎作用和较强的抗菌防腐能力
芳香族化合物 (主要指苯丙素衍生物类)	 丁香酚 (eugenol)	存在于丁香挥发油中，含量可达 14~21% 丁香油	具有止痛、抗菌消炎作用

结构类型	活性成分	主要来源	作用与用途
环状倍半萜	青蒿素 (ginghaosu) 	存在于菊科植物黄花蒿 (Artemisia annua L.) 的干燥地上部分	具有预防治疗疟疾作用
脂肪族化合物	甲基正壬酮 (methyl nonyketone)  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{-C(=O)-CH}_3$	存在于三百草科植物蕨菜 (Houtt - uynia cardata Thunb.) 的干燥地上部分	具有镇痛镇咳、抗菌消炎作用
含氮、含硫等杂原子的化合物	$\text{CH}_3=\text{CH-CH}_2\text{-N=C=S}$ 异硫氰酸丙烯酯	存在于十字花科黑芥子挥发油中，是芥子苷的水解产物	具有抗菌作用
	 $\text{CH}_3=\text{CH-CH}_2\text{-S-S-CH}_2\text{-CH=CH}_2$	由大蒜中大蒜氨酸经酶解后产生的物质	具有抗菌、抗病毒等作用

(五) 挥发油的性质

性状

多数挥发油常温下为无色或淡黄色油状液体，少数挥发油因含有色素或萜类而具有颜色。多具有香味，少数有臭气或腥气味，挥发油的气味常常是鉴别挥发油质量优劣的重要依据。

挥发性

挥发油具有挥发性，在常温下自行挥发而不留痕迹，借此进行挥发油的提取和挥发油与脂肪油的鉴别

结晶性

少数挥发油低温放置时含量高的成分可析出结晶，析出的结晶被称为“脑”，如薄荷脑等，析出“脑”后的挥发油叫“脱脑油”。

溶解性

挥发油具有脂溶性，不溶于水，可溶于醇，在醇中的溶解度随醇的浓度增大而增大，易溶于其它有机溶剂，如石油醚、苯和乙醚等。

稳定性

挥发油长时间与空气、光线接触，会发生氧化变质，从而挥发油颜色加深，密度增大，改变原有的香气，同时生成树脂样物质，失去挥发性。因此，挥发油应贮存密闭的棕色瓶内，于阴凉低温处保存。

物理常数

多数挥发油比水轻，少数比水重，如丁香油。挥发油无固定沸点，一般沸程70~300℃之间。挥发油具有光学活性，比旋度在+97~177°，折光率在1.43~1.61之间。

化学常数

是表示挥发油质量的化学指标，包括：酸价、酯价、皂化价、碘价。

化学常数

酸价（酸值）

是代表挥发油中游离羧酸和酚类成分的含量。即：中和一克挥发油中含有游离羧酸和酚类所需氢氧化钾的毫克数。

酯价（酯值）

是代表挥发油中酯类成分的含量。即一克挥发油中酯类化合物完全水解所需氢氧化钾的毫克数。

皂化价（皂化值）

是酸值和酯值的总和

碘值

是代表了挥发油中不饱和双键的含量。即指 100 克挥发油卤加相当于碘的克数。



(六) 萜类和挥发油的提取分离与色谱检识

萜类和挥发油的提取分离与色谱检识

提取方法

水蒸气蒸馏法

有机溶剂提取法

冷压法

分离方法

分馏法

利用特殊官能团
分离

结晶法分离

化学法

一般检查

鉴定方法

物理常数和化学常数的测定

功能基的鉴定

色谱鉴定



提取方法

1. 水蒸气蒸馏法

因为挥发油具有挥发性，可随水蒸气蒸馏，故可采用水蒸气蒸馏法提取挥发油，此法是提取中药中挥发油最常用的方法。

2. 有机溶剂提取法

根据挥发油具有亲脂性，可用亲脂性有机溶剂如乙醚、石油醚等回流提取挥发油，提取液蒸去乙醚即得挥发油。

3. 冷压法

此法主要适用于挥发油含量较高的新鲜原料中挥发油的提取，如鲜橘、柠檬的果皮，此法所得挥发油保持原有的新鲜香气，但不纯，常混有水分等杂质，并且，挥发油提取的不完全，往往压榨后再进行水蒸气蒸馏。

分离方法

1. 结晶法

将某些挥发油于（ $0^{\circ}\text{C}\sim 20^{\circ}\text{C}$ ）低温放置，其中含量高的成分可析出结晶而与挥发油中其他成分分离。本法操作简便，但分离不完全，适用范围不广泛。

2. 分馏法

挥发油中各成分的沸点由于分子结构中碳原子数目、双键多少和含氧官能团极性不同而不同，因此，可采用分馏法进行分离。为了防止分馏过程中挥发油中成分的结构破坏，一般采用减压分馏法。

3. 化学法

挥发油中的酸（碱）性成分可利用它们可与碱（酸）成盐而溶于水，从乙醚液中分离出来，酸化或碱化后，乙醚萃取，蒸去乙醚，即得酸（碱）性成分。然后，将分出酸（碱）性成分后的挥发油，用亚硫酸氢钠加成法或吉拉德试剂法将醛或酮类化合物从乙醚液中分离出。剩下的挥发油中的醇类成分可利用其与邻苯二甲酸酐或丁二酸酐或丙二酸单酰氯反应生成相应的酸性酯，转溶于碳酸钠溶液，再将用乙醚萃取多次的碳酸钠溶液用盐酸或硫酸酸化后，乙醚提出单酯，蒸去乙醚，残渣用碱水皂化，乙醚萃取，即得醇类成分。

分离方法

4. 色谱分离法

一般上述方法分离得到的各部分还须进一步分离，通常采用色谱分离法分离会得到较好的分离效果。最常用的是硅胶和氧化铝吸附色谱，流动相以石油醚、乙醚、己烷和乙酸乙酯等按一定比例组成的溶剂系统，进行洗脱或按极性由小到大梯度洗脱，并分段收集和检识，相同组分合并，即可将挥发油中各成分分开。

对于不饱和化合物，可依据其双键的数目、位置和顺反异构体不同，与硝酸银形成 π 络合物的难易和形成 π 络合物的稳定性不同来分离。硝酸银在吸附剂中的含量，一般以 2.5% 较适宜和经济。一般吸附规律是双键数目多，吸附牢，难被洗脱；末端双键较一般双键难被洗脱；顺式双键较反式双键难洗脱。

鉴定方法

1. 一般检查

将样品制成石油醚溶液点于滤纸上，如在空气中挥发，不留油斑，说明可能是挥发油，如油斑不消失，则可能是油脂。

2. 物理常数和化学常数的测定

常用的物理常数有折光率、比旋度、相对密度和凝固点等，一般先测定折光率，折光率符合规定，再检查其他物理常数。

化学常数是表示挥发油质量的重要化学指标，主要有酸值、酯值、皂化值和碘值。

3. 功能基的鉴定

挥发油由多成分组成，结构复杂，不同的功能基显示不同的化学特性，通过对功能基的鉴别，以了解挥发油的组成情况。

(1) 酸碱性 用 pH 试纸测定挥发油的 pH 值，如呈酸性，表示含有游离的酸或酚类化合物；如呈碱性，则表示含有碱性化合物，如挥发性生物碱类等。

(2) 酚类 在挥发油的乙醇液中，加入三氯化铁的乙醇溶液，如产生蓝、蓝紫或绿色，表示挥发油中有酚性成分存在。

(3) 羰基化合物 挥发油样品与氨性硝酸银试剂如发生银镜反应，表示醛类（或其它还原性化合物）存在。挥发油的乙醇溶液与 2, 4—二硝基苯肼、或氨基脲，羟胺等试剂反应，如能产生结晶形沉淀，则表明有醛或酮类化合物存在。

(4) 不饱和化合物和萜类衍生物 在挥发油氯仿溶液中，滴加 5 % 溴的氯仿溶液，如出现红色褪去，则表示含有不饱和化合物。继续滴加溴的氯仿溶液，如出

鉴定方法

4. 色谱鉴定

挥发油的色谱鉴定，可采用薄层色谱和气相色谱法，但薄层色谱法较为常用。

(1) . 薄层色谱

多采用硅胶 G 和中性氧化铝 (Ⅱ ~ Ⅲ) 为吸附剂。分离烃类化合物常用石油醚 (30℃ ~ 60℃) 或正己烷为展开剂，分离含氧萜类化合物常在石油醚 (30℃ ~ 60℃) 或正己烷中加入极性较大有机溶剂，如：石油醚—乙酸乙酯 (85:15) 为展开剂，综上，在实际应用中，最好分别

用这两类展开剂，对同一样品进行双向薄层色谱。
常用于检识挥发油类成分的薄层色谱显色剂有两大类：一类是香草醛 - 浓硫酸或香草醛 - 浓盐酸试剂，喷后 105℃ 烘烤，挥发油中各成分均显示不同颜色。另一类是挥发油各类功能基的显色剂，常用的有：

编号	显色剂名称	斑点颜色	适合官能团
1	2 % 高锰酸钾水溶液	在粉红色背景上产生黄色斑点	不饱和化合物
2	三氯化铁试剂	绿色或蓝色	酚性成分
3	碘化钾—冰醋酸—淀粉试剂	蓝色	氧化物
4	4—氨基安替比林—铁氰化钾试剂 橙	红色至深红色	酚性成分
5	异羟肟酸铁试剂	淡红色	酯或内酯
6	2, 4—二硝基苯肼试剂	黄色斑点	醛或酮类化合物
7	0.3 % 邻联二茴香胺—冰乙酸溶液	黄色斑点	醛类
8	荧光素—溴试剂在波长 365nm 紫外灯下观察,	黄色荧光	乙烯基化合物
9	对二甲氨基苯甲醛试剂	深蓝色	萘类
10	硝酸铈铵试剂	黄色背景上显棕色斑点	醇类

表 6-4 挥发油各类功能基显色剂

4. 色谱鉴定

(2) . 气相色谱

气相色谱是挥发油成分分离检测有效、简便的方法之一。特别气相色谱-质谱-微机数据处理系统 (GC / MS / DS) 联用仪的使用促进了挥发油成分检测的速度和准确度，使其成为目前进行挥发油研究的重要手段。

一般的气相色谱主要用于已知挥发油的定性分析，即利用在同一根色谱柱和相同的色谱条件下，同一种物质具有相同的保留值的原理进行鉴定。而对挥发油中未知成分的鉴定，需用气相色谱-质谱-微机数据处理系统 (GC / MS / DS) 联用仪进行分析鉴定。方法是先将样品注入气相色谱仪内，经分离后得到的各个组分依次进入分离器，浓缩后的各组分又依次进入质谱仪，将所得各组分的质谱图，通过微机数据处理系统进行数据处理、解析和鉴定。：

任务一 黄花蒿中青蒿素的提取分离技术

一

学习目标

二

黄花蒿中青蒿素的提取分离技术

三

必备知识

四

课堂互动

五

知识拓展

六

实训一黄花蒿中青蒿素成分的提取分离及
鉴定



一 学习目标

1

掌握黄花蒿中青蒿素的提取分离原理及操作技术。

学习目的

2

掌握黄花蒿中青蒿素的提取、分离及鉴定技术。
熟悉黄花蒿中青蒿素的结构及性质。
了解黄花蒿中青蒿素的存在及生物活性。

知识要求

3

熟练进行黄花蒿中青蒿素的提取、分离及鉴定操作。

能力要求

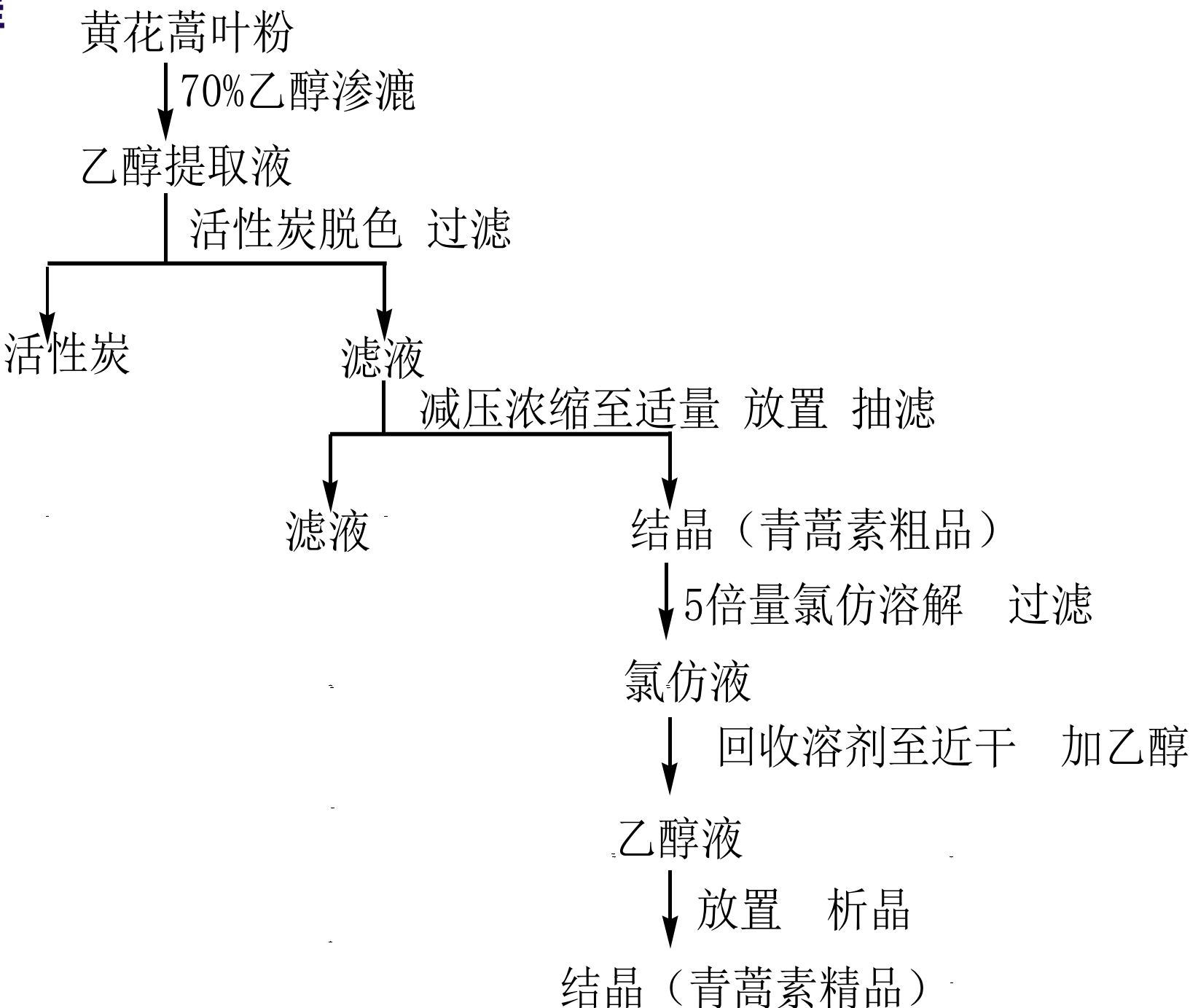


二黄花蒿中青蒿素的提取分离技术

黄花蒿为菊科植物黄花蒿 (*Artemisia annual* L.) 的干燥地上部分。具有清热解暑，除蒸，截虐的功效，用于暑邪发热，阴虚发热，夜热早凉，骨蒸劳热，疟疾寒热，湿热黄疸。

用乙醇提取法提取黄花蒿中的青蒿素，以活性炭脱色，有机溶剂进行重结晶纯化。

工艺流程：



活性炭吸附色谱：活性炭是一种吸附力很强非极性吸附剂，吸附原理是“结构相似者易吸附”，特别适用于分离水溶性物质。如：氨基酸、糖类和苷类，在制药工业上常用于脱色、除味、除热原。吸附规律如下：

1

水中吸附能力较强，有机溶剂中吸附能力较弱，故水的洗脱能力最弱，有机溶剂的洗脱能力最强；

2

对极性大化合物吸附力较大；

3

对芳香族化合物的吸附力大于脂肪组化合物；

4

对分子量大的化合物的吸附力大于分子量小的化合物；



三 必备知识

(一) 黄花蒿中主要有效成分的结构、理化性质

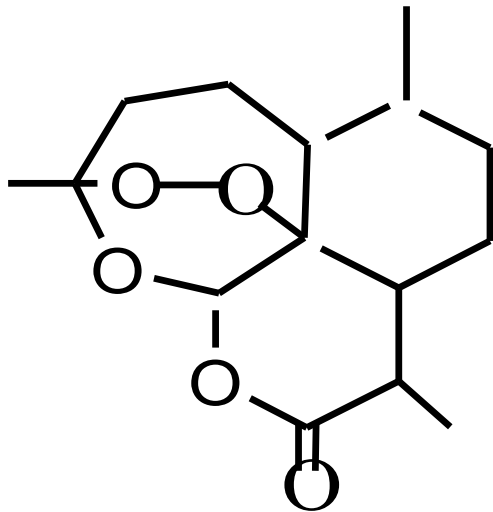
(二) 青蒿中青蒿素的提取、分离



(一) 黄花蒿中主要有效成分的结构、理化性质

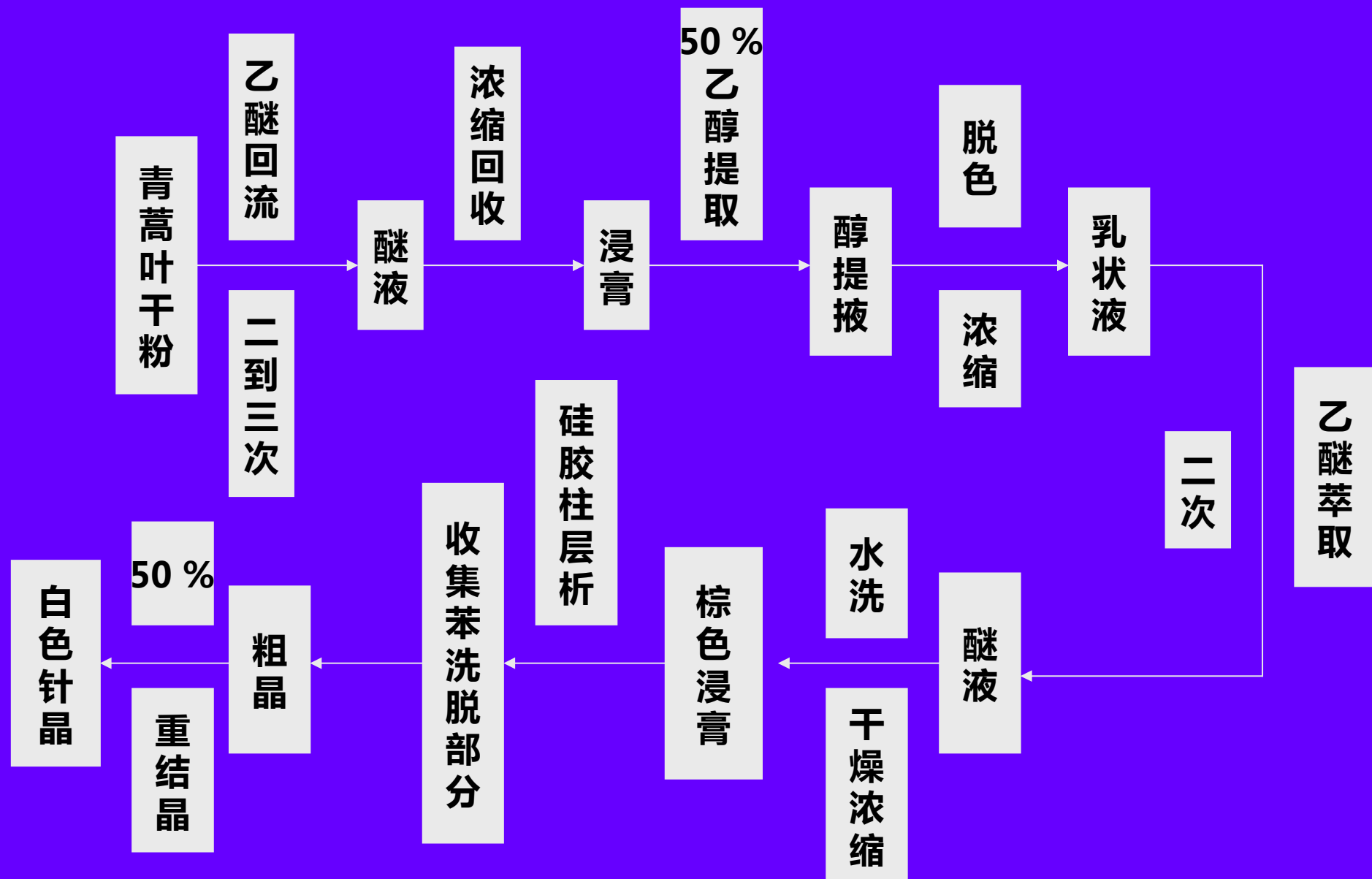
黄花蒿中化学成分大致分为四类：即挥发油、倍半萜、黄酮和香豆素。其中倍半萜类化合物青蒿素是黄花蒿抗疟的有效成分。

青蒿素为无色针状结晶，易溶于氯仿、丙酮、乙酸乙酯，可溶于乙醇、乙醚，微溶于石油醚、苯，几乎不溶于水。



青蒿素

(二) 青蒿中青蒿素的提取分离



渗漉法提取技术

此技术是将药材粗粉置渗漉筒内，不断添加新溶剂，使溶剂自上而下匀速流动，达到提取天然产物的一种浸出法。因溶剂一直处于动态，造成了药材细胞内外的浓度差，使扩散能较好地进行，故本法较浸渍法浸出效率高。但溶剂用量大，提取时间长，因在常温下渗漉，适用于遇热易破坏的成分的提取。常用溶剂有不同浓度的乙醇、酸性乙醇、碱性乙醇、酸水、碱水和水等。

操作步骤为药材的润湿、装筒、排气、浸渍和渗漉。一般润湿 30min 后装筒，装筒要均匀、松紧度适中，流速以每分钟 2ml—5ml 为宜。通常收集渗漉液约为药材重量的 8 倍~10 倍，或以成分鉴别试验决定渗漉终点。此法操作中，药材的充分润湿和流速的控制是提取是否完全的关键。



四 课 堂 互 动

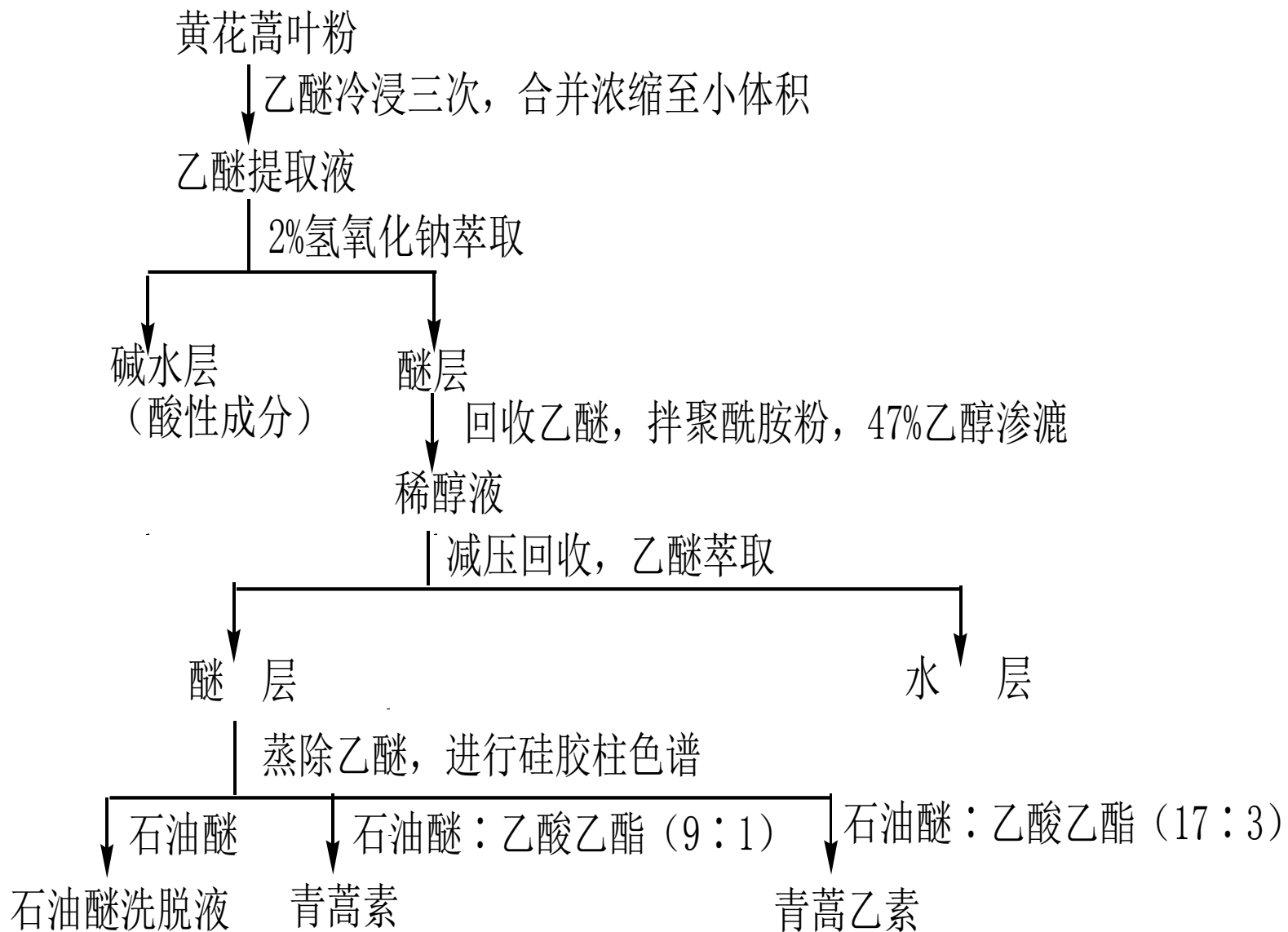
1. 依据活性炭吸附原理和规律，说明青蒿素制备工艺中活性炭吸附的成分主要是什么？为什么？
2. 青蒿素提取应注意哪些问题？。



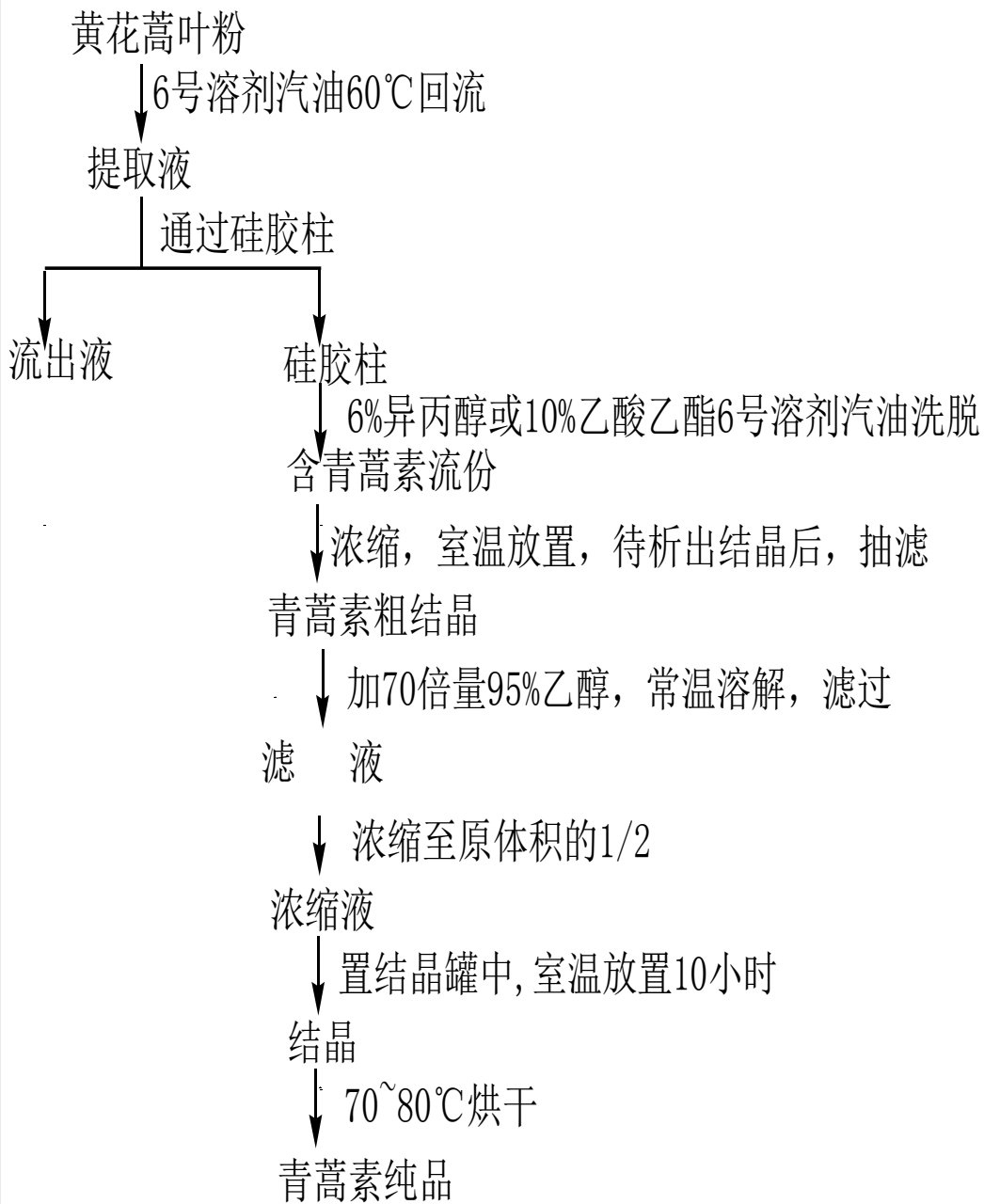
伍 知识拓展

1. 从黄花蒿中提取分离青蒿素还可采用下列方法

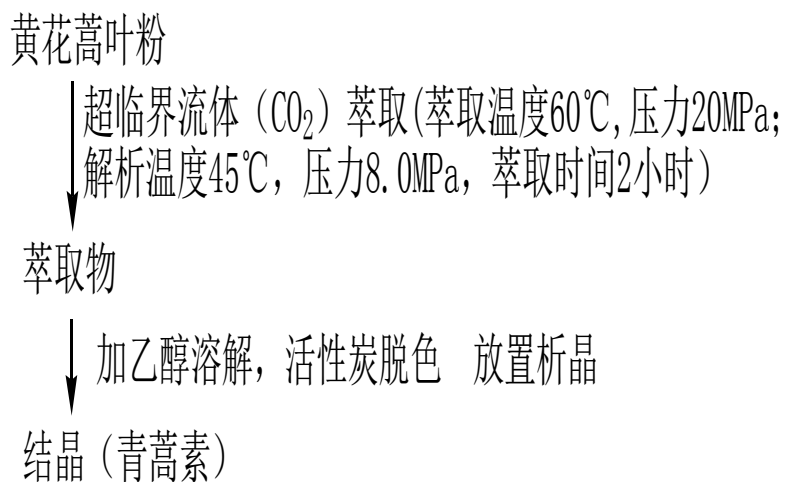
工艺一：



工艺二：



工艺三：



2. 超临界流体提取法

超临界流体是稳定的纯净物质处于临界温度和临界压力以上时，所形成的一种特殊的相态，其物理性质介于液体和气体之间，具有密度接近液体、粘度近于气体，扩散系数为液体的百倍，介电常数也随着压力增大而增加等特性，从而呈现出较液体溶剂易于穿透到样品介质中的优点。超临界流体萃取法是利用超临界流体作为萃取剂从液体或固体样品中萃取成分的方法。

这是近年来国际上兴起的一种新方法。此方法使挥发油的提取可以在常温状态下进行，并且不必使用对人体有害的溶剂，可以较好的保护产品的天然活性，是较为先进的“绿色分离技术”。只是此方法技术要求高，设备费用大，在我国应用并不普遍。



实训一黄花蒿中青蒿素成分的提取分离及鉴定

- 【实训目的】**
1. 能够运用渗滤法和活性炭吸附法对黄花蒿中青蒿素进行提取和纯化。
 2. 会用薄层色谱和显色反应对青蒿素进行检识。

【化学成分概述】 黄花蒿系菊科植物黄花蒿的干燥地上部分。其中除了含有具有抗疟作用的青蒿素外，还含有萜萜苷、萜萜亭、异秦皮苷和腊梅苷等。

- 【实训原理】**
1. 青蒿素属于倍半萜类内酯化合物，利用其可溶于乙醇、丙酮和三氯甲烷等溶剂的性质，可选择乙醇和丙酮提取。
 2. 利用青蒿素溶于三氯甲烷和乙酸乙酯等溶剂进行重结晶。
 3. 利用活性炭对某些成分如黄酮和香豆素类等杂质的吸附而纯化。

【设备、仪器及药品】

1. 实验药材：黄花蒿
2. 实验仪器及设备：渗滤筒、减压蒸馏装置、烧杯、锥形瓶、硅胶 G-CMC 板、温度计、层析缸。
3. 实验药品：乙醇、三氯甲烷、石油醚、乙酸乙酯、活性炭、苯、乙醚、甲醇、盐酸羟胺、间二硝基苯、香草醛 - 浓硫酸溶液、三氯化铁试液、2,4-二硝基苯肼试液、盐酸、氢氧化钾。

【操作步骤】

1. 提取分离

将黄花蒿粉碎，筛去枝梗，称取 250g，置于烧杯中用 70% 乙醇

润湿放置半小时后，装于渗滤筒中，开始渗滤，流速每分钟 3 ~ 5ml，收集渗滤液为原料量的 6 ~ 8 倍，加入原料重量的 4% 左右的活

性炭脱色，搅拌半小时，澄清，过滤，滤液减压回收乙醇适量，放置，析晶，抽滤，得青蒿素粗品。母液浓缩至出现浑浊为止，静止，冷却，待结晶析出后，过滤，又得另部分青蒿素粗品。

【操作步骤】

倍量的乙酸乙酯溶解，过滤，回收溶剂至干，趁热加入为粗品重量2倍的乙醇，倾去乙醇液，放置，析晶，结晶再用少量70%乙醇洗

涤，即得青蒿素精品。

2. 青蒿素的检识

(1) 显色反应

- ① 异羟肟酸铁反应：取本品10mg溶于1ml甲醇中，加入7%盐酸羟胺甲醇溶液4~5滴，在水浴上加热至沸，冷却后加稀盐酸调至酸性，然后加入1%三氯化铁溶液1~2滴，溶液即呈紫色。
- ② 2,4-二硝基苯肼反应：取本品10mg溶于1ml三氯甲烷中，将三氯甲烷溶液滴于滤纸片上，以2,4-二硝基苯肼试液喷洒，在80℃烘箱中烘10min，则斑点呈黄色。
- ③ 碱性间二硝基苯反应：取本品10mg溶于2ml乙醇中，加入2%间二硝基苯的乙醇液和饱和氢氧化钠各数滴，水浴微热，溶液呈紫红色。

(2) 薄层色谱检识

吸附剂：硅胶 G 或硅胶 G-CMC-Na 板

样 品：青蒿素样品乙醇液 青蒿素对照品乙醇液

展开剂：石油醚：乙酸乙酯 (8 : 2) 或苯：乙醚 (4 : 1)

显色剂：1% 香草醛 - 浓硫酸溶液 (青蒿素呈鲜黄色斑点继变超蓝色)。

试验结果：观察斑点颜色，计算 R_f 。

【实训说明及体会】

(1) 2.4- 二硝基苯肼试液：取 1g 2.4- 二硝基苯肼、 36% 盐酸 10ml 溶于 1000ml 乙醇中，即得。

(2) 用本实验提取纯化方法只能得粗品，若需要纯品可采用硅胶柱色谱法分离。方法是：取粗品用乙醚溶解上柱，先用石油醚洗脱，再改用石油醚：乙酸乙酯 (8 : 2) 洗脱，洗脱液浓缩，即可得较纯的青蒿素。

(3) 提取操作的关键是回收乙醇的温度，水浴温度不得超过 60°C ，否则，青蒿素在乙醇和水中会破坏。

任务二 薄荷中挥发油的提取分离技术

一

学习目标

二

薄荷中挥发油的提取分离技术

三

必备知识

四

课堂互动

五

知识拓展

六

实训二 薄荷中挥发油类化合物的提取
分离及鉴定



一 学习目标

1

掌握薄荷中挥发油的提取分离原理及操作技术。

学习目的

2

掌握薄荷中挥发油的提取、分离及鉴定技术。
熟悉青薄荷中挥发油的结构及性质。
了解薄荷中挥发油的存在及生物活性。

知识要求

3

熟练进行薄荷中挥发油的提取、分离及鉴定操作。
学会薄荷中挥发油的点滴反应和色谱鉴定技术。

能力要求



二薄荷中挥发油的提取分离技术

薄荷系唇形科植物薄荷属植物 *Mentha*

haplocalyx Briq 的干燥地上部分。

具有宣散风热、清头目、透疹等功

效，用于风热感冒、风湿初起、头痛、

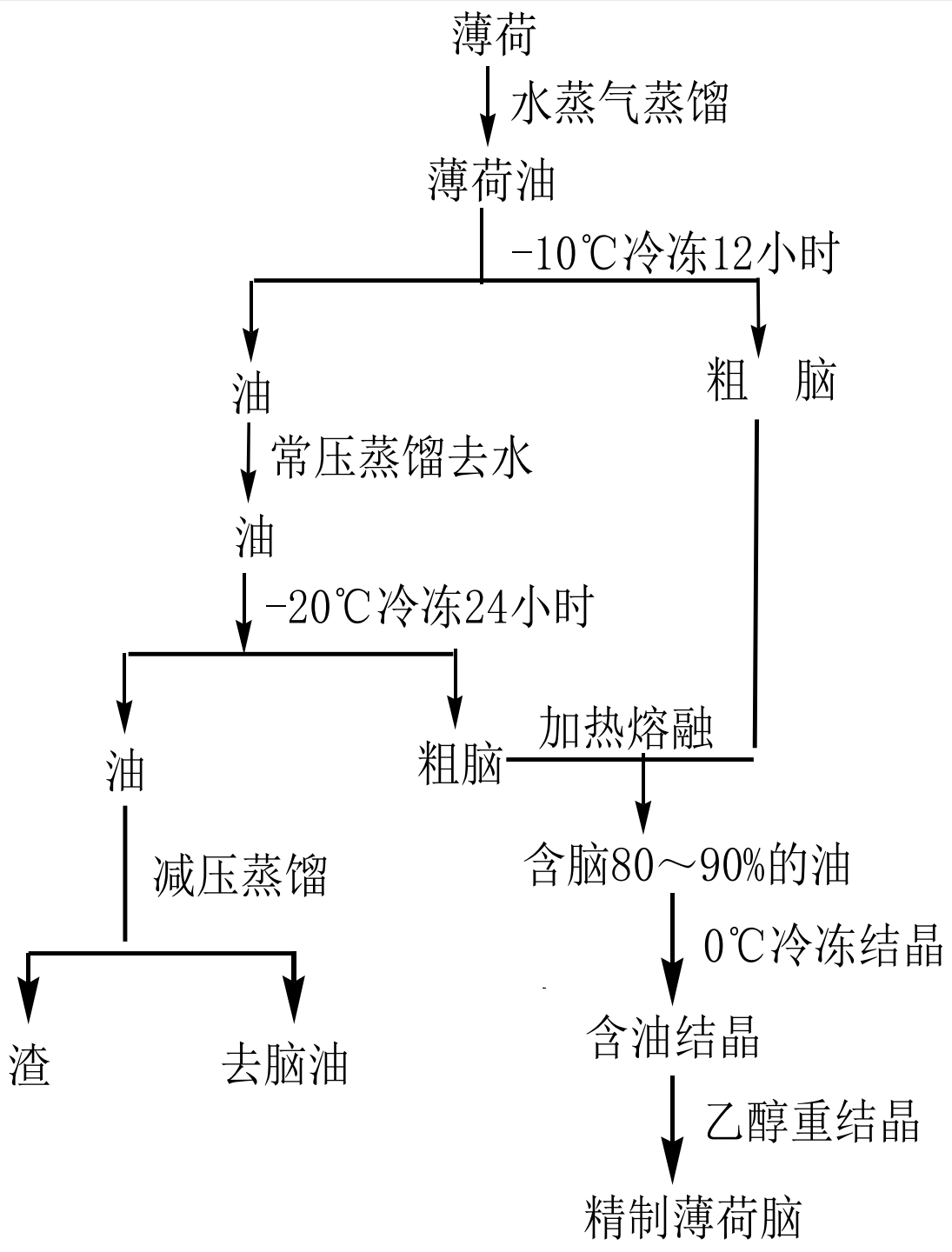
目赤、喉痹、口疮、风疹等症的治疗。

用水蒸气蒸馏法提取薄荷中的挥发

油，以结晶法加以分离纯化。工艺流



工艺流程:



蒸馏法只适用于具有挥发性，能随水蒸气馏出而不被破坏，与水不发生化学反应而又不溶或难溶于水的天然化合物的提取。如挥发油、小分子挥发性成分麻黄碱、丹皮酚、蓝雪醌的提取。

蒸馏法是最常用的方法，又可分为共水蒸馏和水蒸气蒸馏法。

共水蒸馏 直接

是将药材切碎后，加水浸泡，采用

加热，将挥发性成分和水蒸气一起蒸出。此法简单，但受热时间长和温度较高，可能使挥发性成分中的某些成分分解和中药焦化，影响挥发性成分质量。

可避免上述缺点，其方法是将药材

粗粉置蒸馏瓶中，加适量水充分润湿，体积为蒸馏瓶容量的 $1/3$ 为宜。加热水蒸气发生器产生水蒸气，通入蒸馏瓶中，将药材中挥发性成分共同蒸馏出来，经冷凝管，收集于接受瓶中。水蒸气蒸馏法的原理是基于水和与水不相



实验室用的水蒸气蒸馏装置见图

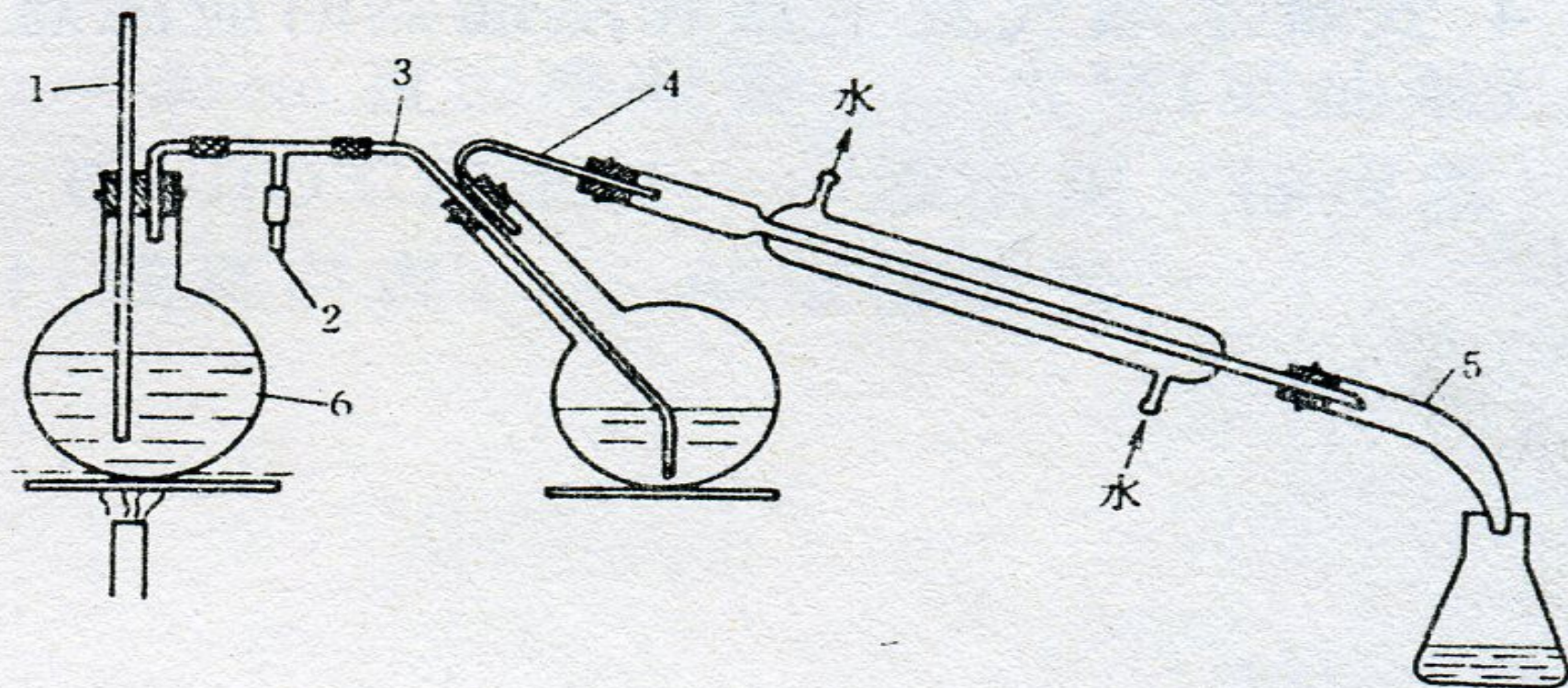


图 5-2 水蒸气蒸馏装置

1. 安全管；2. 螺旋夹；3. 水蒸气导入管；
4. 水蒸气蒸馏馏出液导出管；5. 接液管；6. 水蒸气发生器

三 必备知识

(一) 薄荷中主要有效成分的结构、理化性质

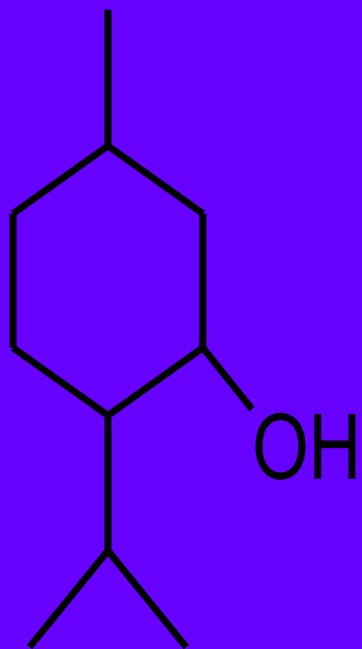
(二) 薄荷中挥发油的提取、分离



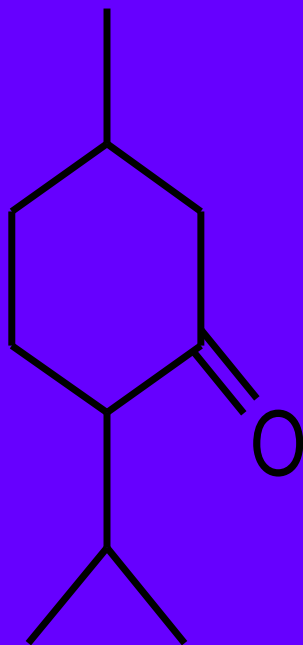
（一）薄荷中主要有效成分的结构、理化性质

薄荷中含挥发油组成复杂，主要是单萜类及其含氧衍生物，其中薄荷醇含量最高，占挥发油的 75 ~ 85%，薄荷酮占 10 ~ 20%，醋酸薄荷酯占 1 ~ 6%，此外，还含柠檬烯、异薄荷酮、桉油精等。薄荷醇的结晶又称薄荷脑，是薄荷的有效成分，具有驱风、消炎、局部止痛等作用。

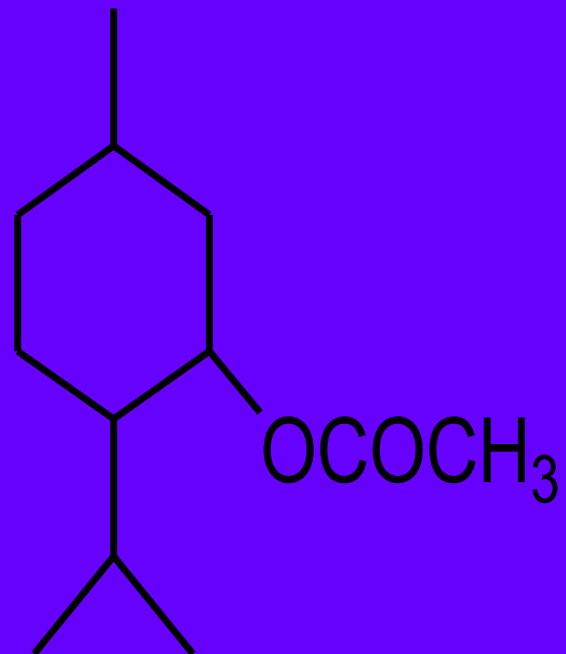
薄荷油为无色或淡黄色透明油状液体，具有挥发性和薄荷香气，可溶于乙醇、氯仿、乙醚等有机溶剂，薄荷油中的薄荷醇低温放置可析出“薄荷脑”。



薄荷醇



薄荷酮



醋酸薄荷酯

(二) 薄荷中挥发油的提取分离鉴定

从薄荷中提取纯化分离挥发油是根据薄荷中的挥发油具有挥发性，可随水蒸气蒸馏的性质而被提出的原理。再利用薄荷油中薄荷醇含量高，且低温放置可析出“薄荷脑”的性质分出薄荷醇，用点滴反应和双向薄层色谱鉴定。

四 课 堂 互 动

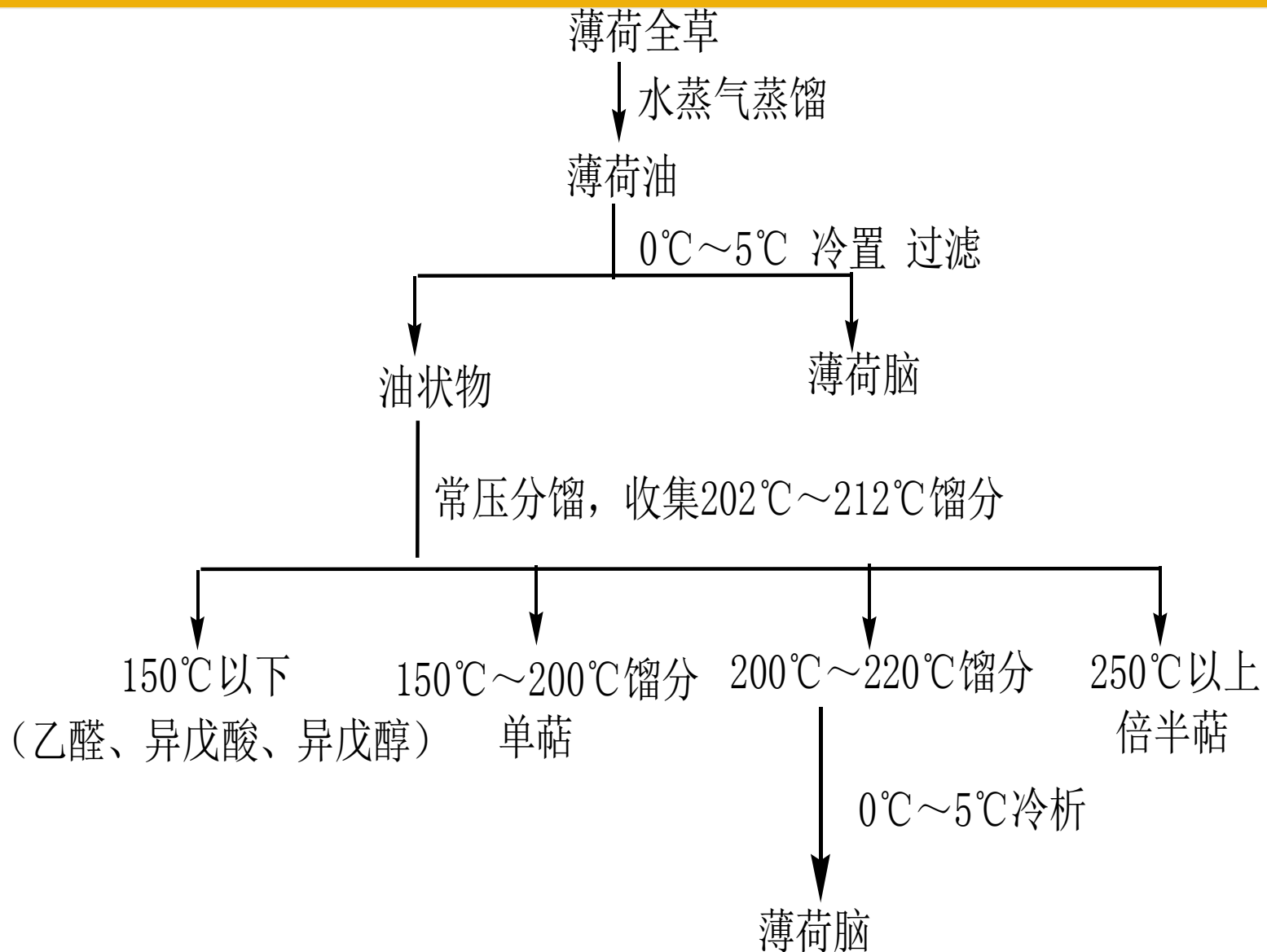
1. 利用水蒸气蒸馏法提取挥发油的优点？还可用哪些方法提取挥发油？
2. 结晶法分离纯化挥发油的优缺点？



伍 知识拓展

1. 从薄荷中提取分离挥发油还可采用下列方法

工艺一：



2. 微波提取法

微波提取法又称微波协助萃取技术，是在传统的有机溶剂萃取技术的基础上发展起来的一种新型萃取技术，这种技术应用于天然药物中有效成分的提取，可以克服传统的萃取方法本身固有的种种缺陷，表现出良好的发展前景和巨大潜力。微波提取法具有快速、高效、高选择性、经济（能源、人力、溶剂等方面）、改善环境和产品质量、受热易分解成分也可使用等特点。

微波提取法的操作方法是將切碎的材料，与适宜溶剂混合，置于微波设备中，接受辐射 10s ~ 100s。然后，将药渣除去，提取液再经进一步处理即得目的物。例如：将粉碎的薄荷叶与正丁烷混合置于容器中，经波短时间处理后，显微镜下观察其叶面上的腺体和脉管破裂，说明微波处理具有一定的选择性，而且，与传统的乙醇浸提相比，微波处理得到的薄荷油几乎不含叶绿素和薄



实训二薄荷中挥发油类化合物的提取分离及鉴定

【实训目的】 能够运用水蒸气蒸馏法、结晶法对薄荷中挥发油进行提取和精制。

会用点滴反应、薄层色谱法进行挥发油的检识。

【化学成分概述】 薄荷系唇形科植物薄荷属植物 *Mentha haplocalyx* Briq 的干燥地上部分。所含挥发油组成复杂，主要是单萜类及其含氧衍生物，其中薄荷醇含量最高，占 75 ~ 85%，此外，还含有薄荷酮、醋酸薄荷酯、柠檬烯、异薄荷酮、桉油精等。薄荷醇的结晶又称薄荷脑，是薄荷的有效成分，具有驱风、消炎、局部止痛等作用。

【实训原理】

1. 利用挥发油的挥发性，采用水蒸气蒸馏法提取薄荷中挥发油，然后将被蒸出的水与油放置分层后，将油分出。
2. 利用薄荷油中薄荷醇含量高，且低温放置可析出“薄荷脑”的性质分出薄荷醇。

【设备、仪器及药品】

1. 实验药材：薄荷
2. 实验仪器及设备：挥发油提取装置 烧杯 锥形瓶 硅胶 G-CMC 板 温度计 层析缸 点滴板 下口瓶
3. 实验药品：食盐 石油醚 乙酸乙酯 乙醇 三氯化铁试液 溴酚蓝试液 氨性硝酸银试液 2,4-二硝基苯肼试液 香草醛-浓硫酸试液 碱性高锰酸钾试液

【操作步骤】

1. 提取分离

称取薄荷适量置于蒸馏瓶内，加水适量浸泡，安装蒸馏器，加热，通水蒸汽进行蒸馏，收集馏出液，至馏出液不浑浊或无薄荷油芳香味时，停止蒸馏。将蒸馏液收集于一下口瓶中，加入饱和食盐水或精制食盐，使食盐量达约 2 ~ 3%，混合均匀，密盖瓶塞静止过夜，待薄荷油全部聚集于液面时，放出水层，收集薄荷油。再将薄荷油 -10℃ 冷冻放置，析出脑，经过滤得薄荷脑粗品和脱脑油。

【操作步骤】

2. 薄荷油的鉴定

(1) 点滴反应：

取硅胶 -CMC-Na 薄层板一块，按表 6-5 用铅笔在薄层板上打出小格子，点样用的薄荷油，用乙醇稀释成 5 ~ 10 倍的溶液，再用细玻璃棒蘸取薄荷油乙醇溶液，点在每个小方格内，控制样点的大小不要超格，再用毛细管吸取不同的试剂点在每个小格内，控制斑点的大小不要超格，空白对照格也随同各竖排点相同的试剂，立即观察每一方格内颜色的变化，并初步推测该挥发油可能含有成分的类型。

检测试剂：(1) 三氯化铁试液 (2) 溴酚蓝试液
(3) 氨性硝酸银试液 (4) 2,4- 二硝基苯肼试液
(5) 香草醛 - 浓硫酸试液 (6) 碱性高锰酸钾试液

(2) 薄层色谱检识

吸附剂：硅胶 -CMC-Na 薄层板

样 品：薄荷油乙醇液

展开剂：石油醚 - 乙酸乙酯 (85 : 15) : 石油醚 (90℃ ~

显色剂：1% 香草醛 / 浓硫酸溶液

双向层析：取硅胶 -CMC-Na 薄层板（10cm×10cm）一块，沿起始线的右侧 1.5cm 处点上薄荷油，先在石油醚中作第一次展开，当展至终端时取出薄层板，挥尽溶剂，再将薄层板调转 90° 角。置于石油醚 - 乙酸乙酯（85：15）展开剂作第二方向展开至终端，取出薄层板，挥去溶剂，用 1% 香草醛 / 浓硫酸溶液显色，仔细观察各个斑点的位置，推测薄荷油的组成成分类型。

实验结果记录：观察斑点颜色，记录图谱并计算 Rf 值

【实训说明及体会】

双向层析点样，一次只能点一种样品，如果同时点两种样品，经过双向层析和显色之后，往往因出现斑点太多，没有规律性比移值，结果难以判断各个斑点的归属。

任务三 丁香中挥发油的提取分离技术

一

学习目标

二

丁香中挥发油的提取分离技术

三

必备知识

四

相关知识链接及拓展

五

课堂互动

六

实训三丁香中挥发油类化合物的提取分离及鉴定



一 学习目标

1

掌握丁香中挥发油的提取分离原理及操作技术。

学习目的

2

掌握丁香中挥发油的提取、分离及鉴定技术。
熟悉丁香中挥发油的结构及性质。
了解丁香中挥发油的存在及生物活性。

知识要求

3

熟练进行丁香中挥发油的提取、分离及鉴定操作。
学会丁香中挥发油色谱鉴定技术。

能力要求



二 丁香中挥发油的提取分离技术

丁香系桃金娘科植物丁香

(*Eugenia caryophyllata* Thunb) 的

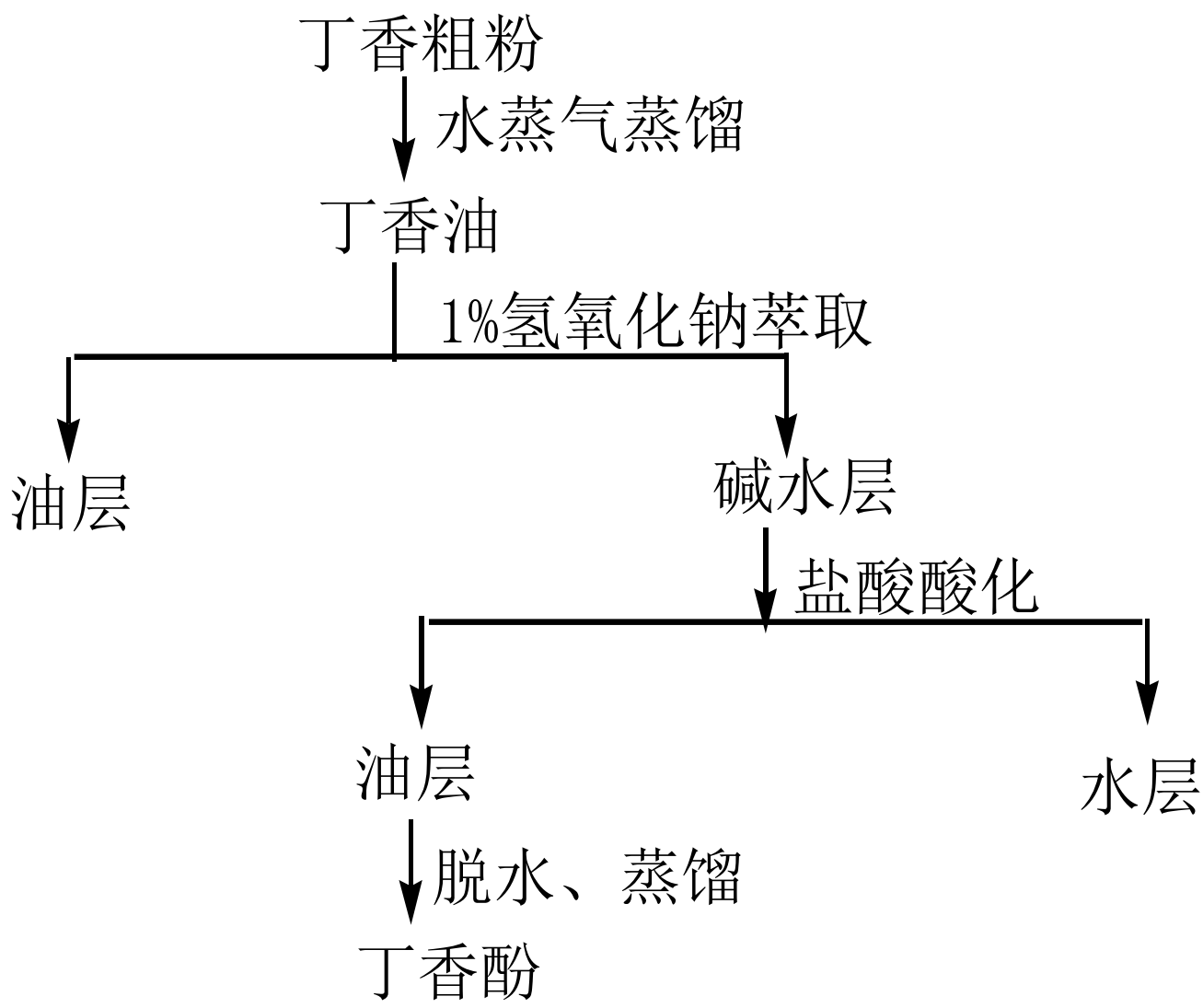
干燥花蕾，具有温中降逆，补肾助阳作用，

主要用于脾胃虚寒、呃逆呕吐、食少吐泻、心腹冷痛、肾虚阳痿。

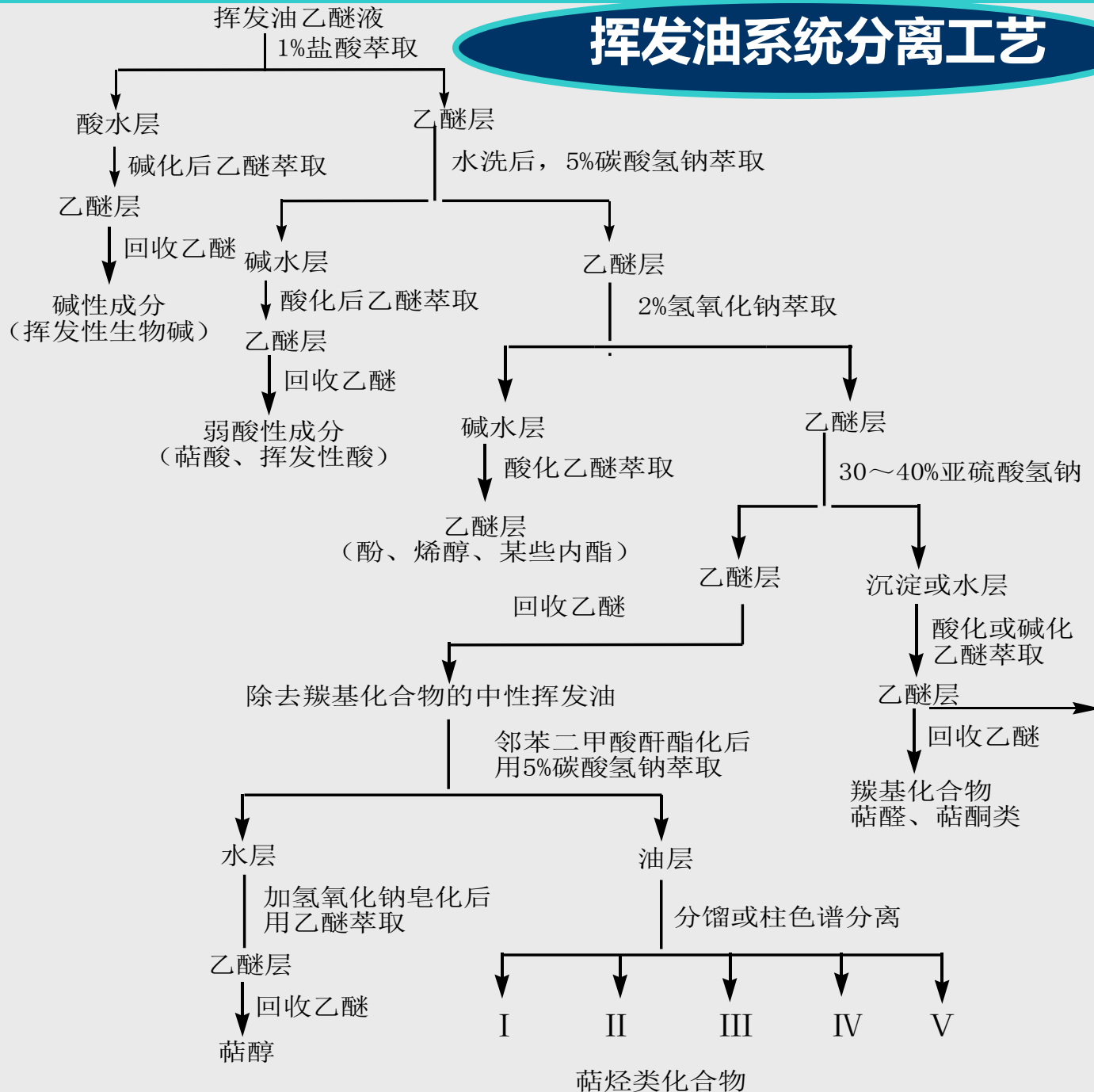
通常采用水蒸气蒸馏法提取丁香中的挥发油，根据丁香酚具有酸性，可溶于碱水对丁香酚加以分离纯化。



工艺流程如下：



挥发油系统分离工艺



三 必备知识

(一) 丁香中主要有效成分的结构、理化性质

(二) 丁香中挥发油的提取、分离



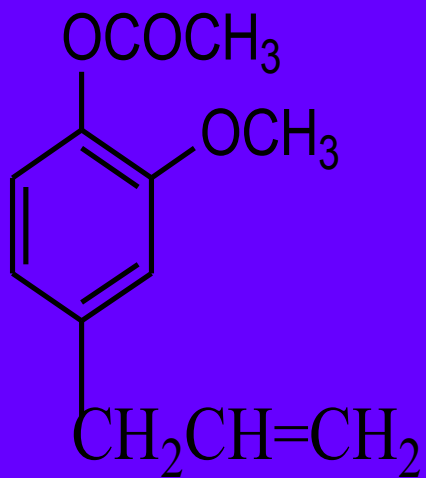
（一）丁香中主要有效成分的结构、理化性质

丁香中挥发油含量高达 14 ~ 21% ，其中丁香酚挥发油

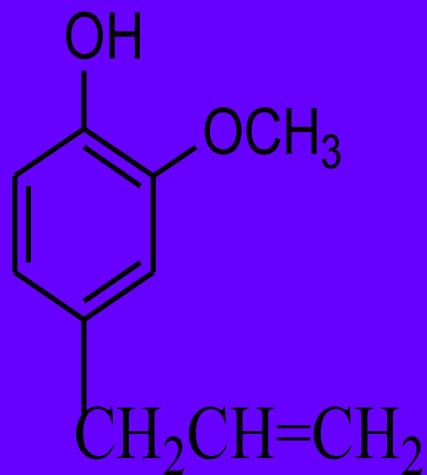
的 78 ~ 98% ，此外，还有丁香酚乙酸酯、石竹烯、甲基

戊基甲酮等。丁香酚是中药丁香的有效成分，具有局麻、止痛、抗菌消炎、驱虫等作用。

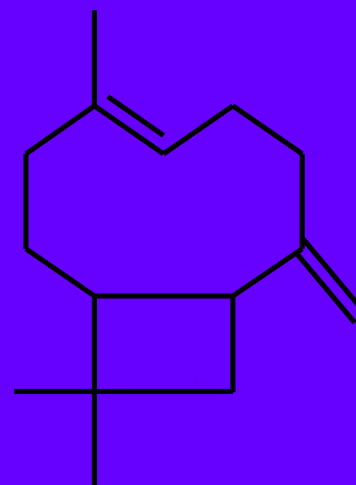
丁香油为无色油状液体，比水重。丁香酚又称丁香油酚，几乎不溶于水，易溶于乙醇、氯仿、乙醚等有机溶剂，溶于冰醋酸。



丁香酚乙酸酯



丁香酚



石竹烯

(二) 丁香中挥发油的提取分离鉴定

根据丁香中的挥发油具有挥发性，可随水蒸气蒸馏的性质，从丁香中提取纯化分离挥发油，又因为丁香酚具有酸性，通过酸碱法对丁香酚加以分离纯化用点滴反应和双向薄层色谱鉴定。

四 课 堂 互 动

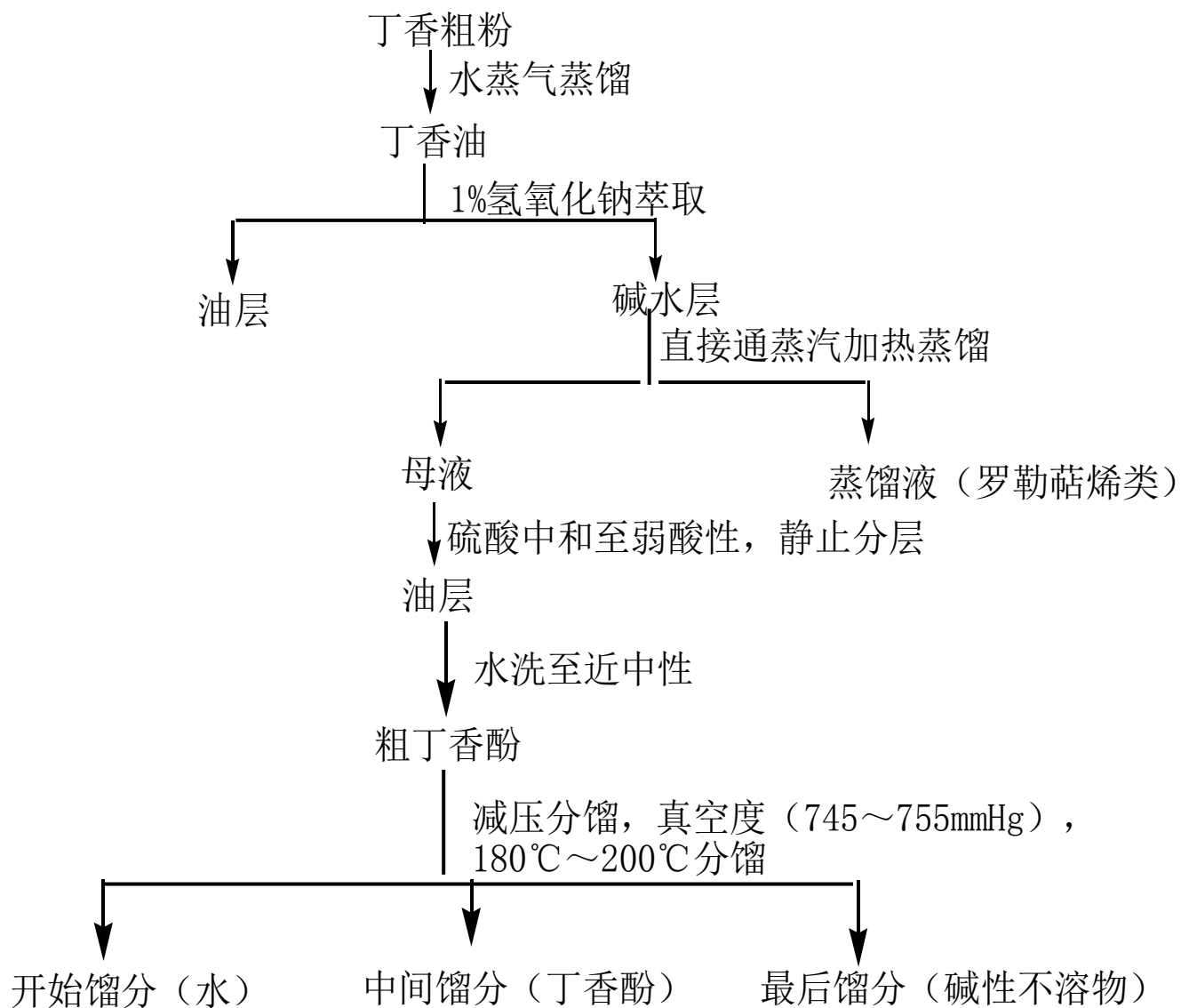
1. 从丁香油中纯化分离丁香酚的主要依据是什么？
2. 利用点滴反应检识挥发油的组成有何意义？



伍 知识拓展

从丁香中提取分离挥发油还可采用下列方法

工艺一：



工艺二：

将药材粉碎成粗粉，装入超临界萃取罐中，以压力 10 MPa，
温度 40℃，流量为 22L/h 的条件萃取 4h；以压力 7.0 MPa，温度 45℃
进行解析，萃取出淡黄色半透明的油状物，提取得率约为 9 ~ 12%。

此方法为常规水蒸气蒸馏法提取得率的 3 倍。

实训三丁香中挥发油类化合物的提取分离及鉴定

【实训目的】 能够运用水蒸气蒸馏法、萃取法对丁香中挥发油进行提取和精制。

会用点滴反应、薄层色谱法进行挥发油的检识。

【化学成分概述】 丁香系桃金娘科植物丁香 (*Eugenia caryophyllata* Thunb) 的干燥花蕾，丁香中挥发油含量高达 14 ~ 21%，其中丁香酚挥发油的 78 ~ 98%，此外，还有丁香酚乙酸酯、石竹烯、甲基戊基甲酮等。丁香酚是中药丁香的有效成分，具有局麻、止痛、抗菌消炎、驱虫等作用。

【实训原理】

1. 利用挥发油的挥发性，采用水蒸气蒸馏法提取丁香中挥发油。
2. 利用丁香油中丁香酚具有酸性，可与碱作用生成盐而溶于水的性质分出丁香酚。

【设备、仪器及药品】

1. 实验药材：丁香
2. 实验仪器及设备：挥发油提取装置 烧杯 锥形瓶 硅胶 G-CMC 板 温度计 层析缸 点滴板 分液漏斗 下口瓶
3. 实验药品：乙醚 石油醚 乙酸乙酯 乙醇 三氯化铁试液 溴酚蓝试液 氨性硝酸银试液 2,4-二硝基苯肼试液 香草醛 - 浓硫酸试液 碱性高锰酸钾试液 盐酸 氢氧化钾 食盐

【操作步骤】

1. 提取分离

称取丁香适量置于蒸馏瓶内，加水适量浸泡，安装蒸馏器，加热，通水蒸汽进行蒸馏，收集馏出液，至馏出液不浑浊或无丁香油芳香味时，停止蒸馏。将蒸馏液收集于一下口瓶中，加入饱和食盐水或精制食盐，使食盐量达约 2 ~ 3%，混合均匀，密盖瓶塞静置过夜，待丁香油全部聚集于下层时，收集丁香油。

取适量丁香油溶于 5% 氢氧化钾的稀醇溶液中，乙醚萃取，碱水层酸化后乙醚萃取，蒸去乙醚即是丁香酚。

【操作步骤】

2. 丁香油的鉴定

(1) 点滴反应：

取硅胶 -CMC-Na 薄层板一块，按表 6-6 用铅笔在薄层板上打出小格子，点样用的丁香油，用乙醇稀释成 5 ~ 10 倍的溶液，再用细玻璃棒蘸取丁香油乙醇溶液，点在每个小方格内，控制样点的大小不要超格，再用毛细管吸取不同的试剂点在每个小格内，控制斑点的大小不要超格，空白对照格也随同各竖排点相同的试剂，立即观察每一方格内颜色的变化，并初步推测该挥发油可能含有成分的类型。

检测试剂：①三氯化铁试液 ② 溴酚蓝试液

③ 氨性硝酸银试液 ④ 2,4- 二硝基苯肼试液

⑤ 香草醛 - 浓硫酸试液 ⑥ 碱性高锰酸钾试液

(2) 三氯化铁反应

取丁香酚少许，滴加 5% 三氯化铁醇溶液，观察现象。

(3) 薄层色谱检识

吸附剂：硅胶 -CMC-Na 薄层板

样 品：丁香油乙醇液 丁香酚乙醇液

展开剂：环己烷 - 乙酸乙酯 (3 : 1) ; 环己烷 - 三氯甲烷 - 无水乙醇 (7 : 3 : 1)

显色剂：喷以盐酸酸化的 5% 三氯化铁醇溶液，热风吹至斑点显色清晰

实验结果记录：观察斑点颜色，记录图谱并计算 Rf 值。

【实训说明及体会】

双向层析点样，丁香经水蒸气蒸馏所得的丁香油与水混合物，丁香油比重略重于水，有时二者不能很好分层，馏出液呈乳白色，因此，必须通过盐析使其分层或用有机溶剂萃取分出丁香油。

任务四 当归中挥发油的提取分离技术

一

学习目标

二

当归中挥发油的提取分离技术

三

必备知识

四

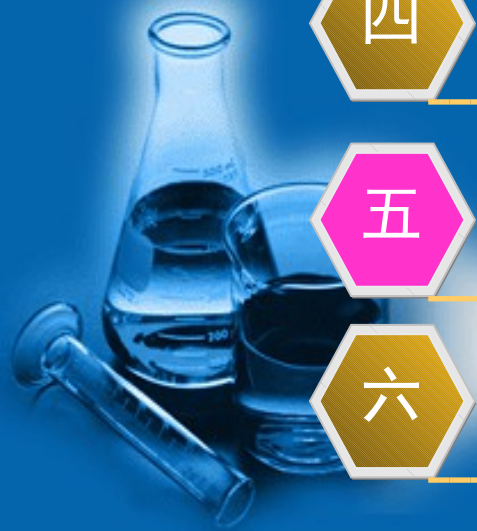
课堂互动

五

知识拓展

六

实训四 当归中总挥发油的提取及检识



一 学习目标

1

掌握当归中挥发油的提取分离原理及操作技术。

学习目的

2

掌握当归中挥发油的提取、分离及鉴定技术。
熟悉当归中挥发油的结构及性质。
了解当归中挥发油的存在及生物活性。

知识要求

3

熟练进行当归中挥发油的提取、分离及鉴定操作。
学会当归中挥发油的点滴反应和色谱鉴定技术。

能力要求



二当归中挥发油的提取分离技术

当归系伞形科多年生草本植物当归 (*Angelica sinensis* (Oliv) Diels) 的干燥根，具有补血、活血、止痛、润肠等作用，主要用于血虚诸症及月经不调、闭经、痛经、虚寒腹痛、淤血作痛、跌打损伤等症。

中药当归中的挥发油可采用水蒸气蒸馏法提取，也可用有机溶剂如正己烷、石油醚等亲脂性有机溶剂提取，常见提取工艺流程如下：



当归粗粉



正己烷冷浸提取, 减压浓缩

提取物



溶于乙醚中, 5%氢氧化钠液萃取去杂

乙醚液 (总挥发油)



水洗, 脱水, 回收乙醚

中性挥发油

三 必备知识

(一) 当归中主要有效成分的结构、理化性质

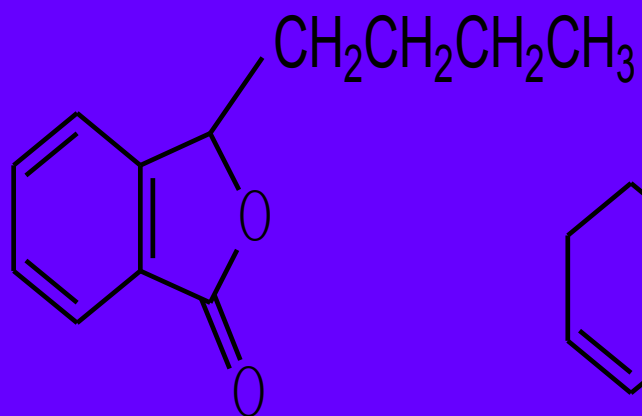
(二) 当归中挥发油的提取、分离



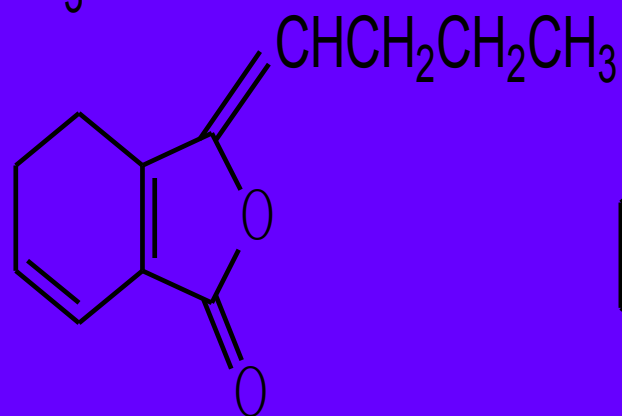
（一）当归中主要有效成分的结构、理化性质

当归中主要含有挥发油和有机酸类，挥发油有藁苯内酯、丁基酞内酯、丁烯基酞内酯等，有机酸中主要是阿魏酸。藁苯内酯和丁烯基酞内酯是当归解痉的有效成分。

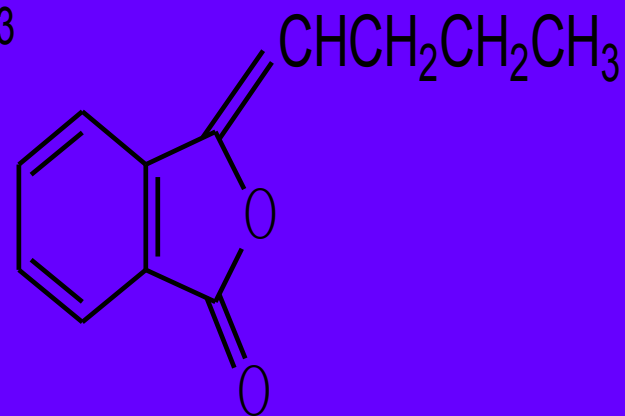
当归挥发油为褐色油状液体，比水稍重。几乎不溶于水，易溶于乙醇、氯仿、乙醚等有机溶剂。



丁基酞内酯



稟苯内酯



丁烯基酞内酯

(二) 当归中挥发油的提取分离鉴定

根据当归中的挥发油具有挥发性，可随水蒸气蒸馏的性质，采用水蒸气蒸馏法提取，也可用有机溶剂如正己烷、石油醚等亲脂性有机溶剂提取。用点滴反应和薄层色谱鉴定。

分馏法

是利用挥发油中各成分沸点不同进行分离方法。挥发油主要是由单萜和倍半萜类及其含氧衍生物组成，因化合物的碳原子数、双键数目和含氧官能团的不同，各类成分间的沸程有一定的差异，并有一定的规律性。

(1) 在单萜中，沸点随着双键的减少而降低，三烯 > 二烯 > 一烯，

(2) 沸点随着分子量的增大而升高，倍半萜 > 单萜。

(3) 在含氧单萜中，一般是沸点随着功能基极性的增大而升高，含氧单萜的沸点大于不含氧单萜，醚 < 酮 < 醛 < 醇 < 羧酸。但酯比相应醇的沸点高，因为分子量大的缘故。



分馏法

挥发油中的成分对热不稳定，为了防止挥发油受热破坏，故常进行减压下分馏。一

般可粗略的按温度分为三个馏分：

低沸点馏程（ $35 \sim 70^{\circ}\text{C}/1.333\text{kPa}$ ）为单萜烯类化合物。

中沸点馏程（ $70 \sim 100^{\circ}\text{C}/1.333\text{kPa}$ ）为单萜含氧衍生物类。包括醇、醛、酮、酚和酯等。

高沸点馏程（ $100 \sim 140^{\circ}\text{C}/1.333\text{kPa}$ ）为倍半萜及其含氧衍生物和奥类化合物。

分离时，在相同压力下，收集同一温度蒸馏出来的部分为一馏分，各馏分挥发油，组成成分会呈交叉情况或是非单一成分，须结合薄层色谱及气相色谱检查，再进一步纯化。例如：薄荷油在 $200 \sim 220^{\circ}\text{C}$ 的馏分，主要是薄荷脑，在 0°C 低温放置，即可得到薄荷脑结晶，再进一步重结晶可得纯品。



四 课 堂 互 动

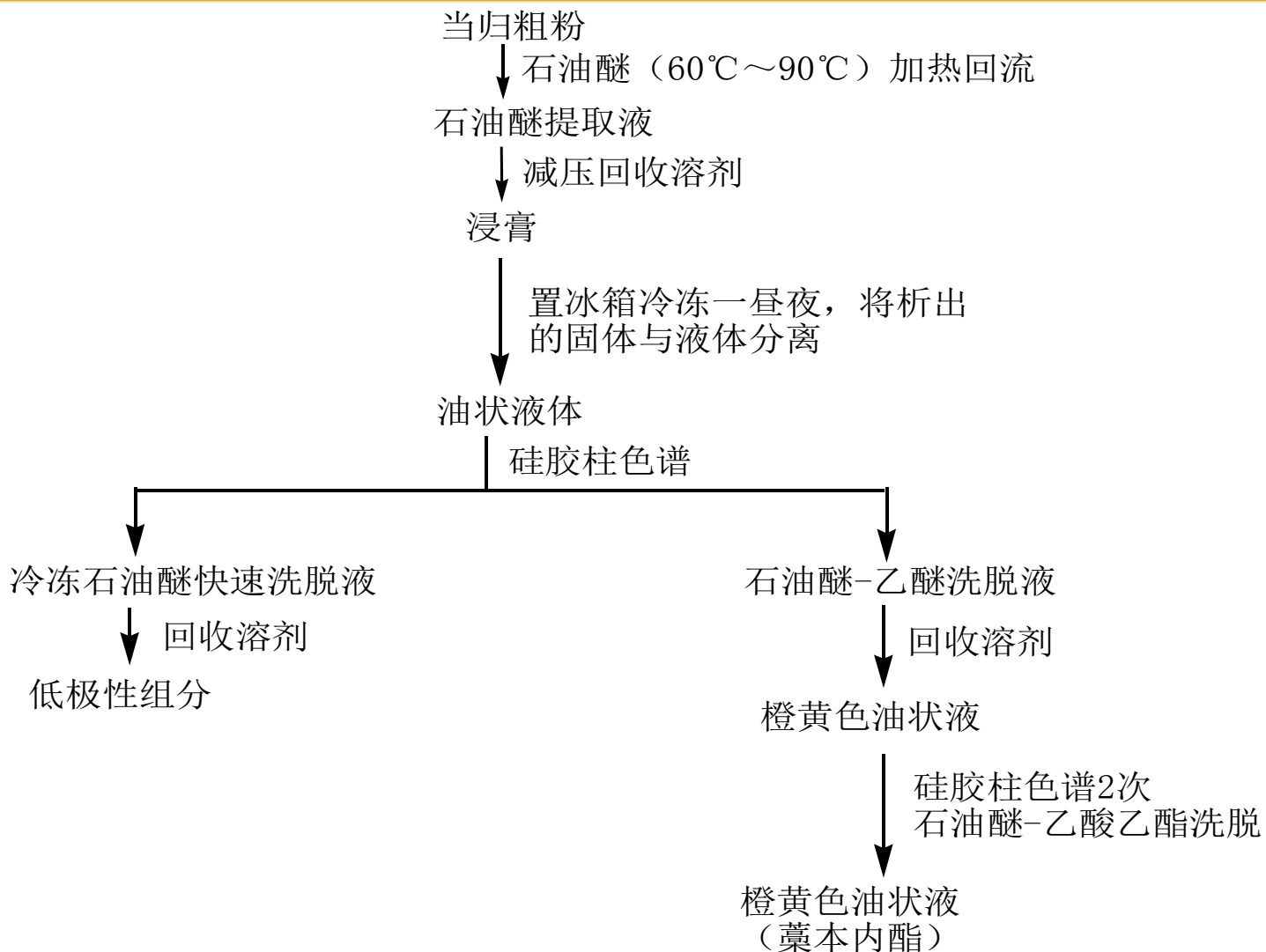
当归挥发油的制备中，为什么用氢氧化钠去杂质？



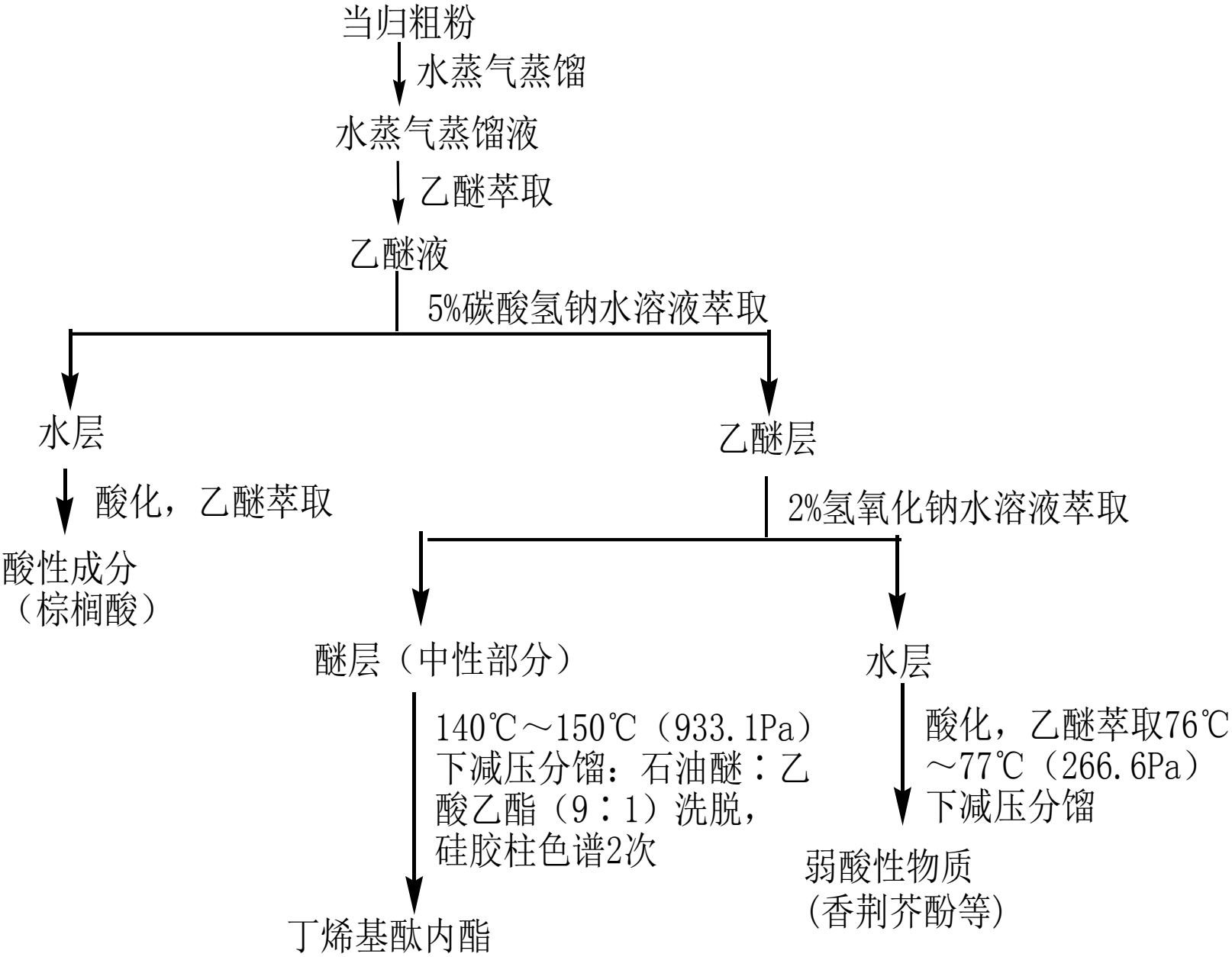
伍 知识拓展

从当归中提取分离挥发油还可采用下列方法

工艺一：



工艺二：



实训四 当归中挥发油类化合物的提取分离及鉴定

【实训目的】 能够运用有机溶剂回流提取法对当归中挥发油进行提取。

会用点滴反应、薄层色谱法进行挥发油的检识。

【化学成分概述】 当归中主要含有挥发油和有机酸类，挥发油有藁苯内酯、丁基酞内酯、丁烯基酞内酯等，有机酸中主要是阿魏酸。藁苯内酯和丁烯基酞内酯是当归解痉的有效成分

【实训原理】 利用挥发油的脂溶性，采用有机溶剂提取法提取当归中挥发油。

【设备、仪器及药品】

1. 实验药材：当归
2. 实验仪器及设备：回流装置 烧杯 锥形瓶 硅胶 G-CMC 板 温度计 层析缸 点滴板 分液漏斗 下口瓶
3. 实验药品：乙醚 环己烷 乙醇 三氯化铁试液 溴酚蓝试液 氨性硝酸银试液 2,4-二硝基苯肼试液 香草醛-浓硫酸试 碱性高锰酸钾试液 盐酸 氢氧化钾 食盐

【操作步骤】

1. 提取分离

称取当归适量置于烧瓶内，加 5 倍量环己烷回流三次，三次提取液合并，减压蒸馏回收环己烷得提取物，加适量乙醚溶解后，用 5% 氢氧化钠溶液萃取，得乙醚液，水洗，蒸去乙醚即得挥发油。

【操作步骤】

2. 当归油的鉴定

(1) 点滴反应：

取硅胶 -CMC-Na 薄层板一块，按表 6-6 用铅笔在薄层板上打出小格子，点样用的当归挥发油，用乙醇稀释成 5 ~ 10 倍的溶液，再用细玻璃棒蘸取当归油乙醇溶液，点在每个小方格内，控制样点的大小不要超格，再用毛细管吸取不同的试剂点在每个小格内，控制斑点的大小不要超格，空白对照格也随同各竖排点相同的试剂，立即观察每一方格内颜色的变化，并初步推测该挥发油可能含有成分的类型。

检测试剂：(1) 三氯化铁试液 (2) 溴酚蓝试液
(3) 氨性硝酸银试液 (4) 2,4- 二硝基苯肼试液
(5) 香草醛 - 浓硫酸试液 (6) 碱性高锰酸钾试液

(2) 薄层色谱检识

吸附剂：硅胶 -CMC-Na 薄层板

样 品：当归挥发油乙醇液

展开剂：石油醚 - 乙酸乙酯 (85 : 15) ；石油醚 (90℃ ~ 120℃)

显色剂：1% 香草醛 / 浓硫酸溶液

双向层析：取硅胶 - CMC-Na 薄层板 (10cm×10m) 一块，沿起始线的右侧 1.5cm 处点上当归油，先在石油醚中作第一次展开，当展至终端时取出薄层板，挥尽溶剂，再将薄层板调转 90° 角。置于石油醚 - 乙酸乙酯 (85 : 15) 展开剂作第二方向展开至终端，取出薄层板，挥去溶剂，用 1% 香草醛 - 浓硫酸溶液显色，仔细观察各个斑点的位置，推测当归油的组成成分类型。

实验结果记录：观察斑点颜色，记录图谱并计算 Rf 值。

【实训说明及体会】

喷洒香草醛 - 浓硫酸显色剂时，应在通风处内进行。

学 习 小 结

(一) 学习内容

挥发油类化合物

化学组成

单萜及倍半萜、芳香族、脂肪族等

理化性质

性状、溶解性、挥发性、稳定性、结晶性

提取分离

提取、分离

色谱测定

化学法、薄层法

应用实例

薄荷、当归、丁香



蒽类化合物

结构类型

单蒽及倍半蒽、二蒽、三蒽、多蒽

理化性质

性状、溶解性、加成、氧化、脱氢反应

应用实例

黄花蒿



(二) 学习方法与体会

1. 萜类的学习重点是结构类型，特别是对卓酚酮、环烯醚萜和甾类的结构的认识，为学习挥发油奠定基础。
2. 挥发油的学习应在了解其组成的基础上，分析和总结出该类成分的理化性质，进而分析和提出其提取分离方法。



目标检测

一、选择题

1. 开链萜烯的分子组成符合下列那些通式：

- A、 $(C_nH_n)_n$ B、 $(C_4H_8)_n$ C、 C_nH_n D、 $(C_5H_8)_n$ E、 $n(C_5H_8)$

2. 在含氧单萜中，沸点随功能基极性增加而升高，常见功能基沸点的排列顺序为：

- A、醚 < 醛 < 酮 < 醇 < 酸 B、醚 < 酮 < 醛 < 醇 < 酸 C、醇 < 醛 < 酮 < 醚 < 酸
D、酮 < 醛 < 醚 < 醇 < 酸 E、酸 < 醇 < 醛 < 酮 < 醚

3. 区别油脂与挥发油可利用下述哪项性质较为可靠：

- A、气味 B、折光率 C、相对密度 D、不饱和度 E、油斑试验

4. 挥发油中的芳香化合物多为（ ）的衍生物。

- A、苯酚 B、苯甲醇 C、苯甲醛 D、苯丙素 E、苯甲酸

5. 萜类属于：

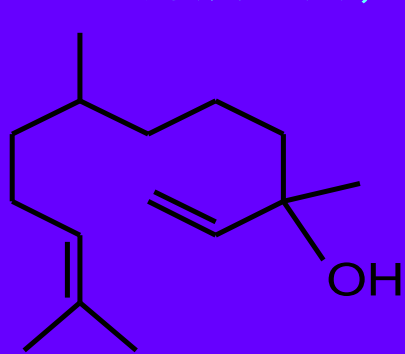
- A、半萜 B、单萜 C、倍半萜 D、二萜 E、三萜

6. 挥发油是广泛存在于植物体内的一类多成分的：

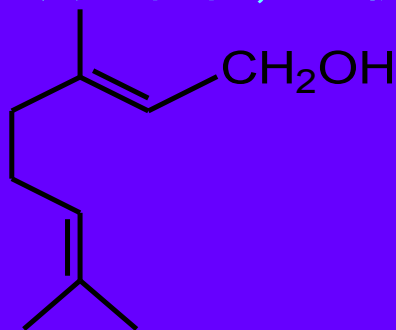
- 8、亚硫酸钠法可用于分离：
A、碱性成分 B、酸性成分 C、含羰基成分 D、醇类成分 E、甾类成分
- 9、挥发油中具有颜色的成分是：
A、单萜酸 B、单萜烯 C 单萜醛 D 单萜 E、萜类
- 10、挥发油的化学组成主要包括：
A、单萜及其含氧衍生物 B、脂肪族化合物 C、芳香族化合物
D、倍半萜及其含氧衍生物 E、二萜及其含氧衍生物
- 11、使挥发油具有芳香气味的是： A C
A、单萜、倍半萜的含氧衍生物 B、脂肪族化合物 C、芳香族化合物
D、单萜烯类 E、倍半萜烯类
- 12、挥发油具备的性质：
A、难溶于水 B、挥发性 C、升华性 D、易溶于有机溶剂 E、能随水蒸气蒸馏
- 13、挥发油氧化变质后，一般表现为：
A、相对密度增加 B、颜色加深 C、聚合成树脂样物质 D、失去香气
E、不能随水蒸气蒸馏
- 14、可用于提取挥发油的方法有：
A、蒸馏法 B、分馏法 C、低沸点乙醚浸提 D、压榨法 E、升华法

二、分析题

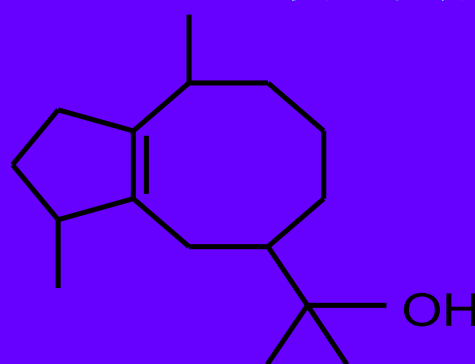
1. 如何区别挥发油和脂肪油？
2. 挥发油类成分应如何保存？为什么？
3. 什么叫挥发油？挥发油由哪几类化学成分组成？
4. 挥发油的提取方法有那些？并阐明其提取依据。
5. 用硝酸银络合薄层，以二氯甲烷：氯仿：乙酸乙酯：正丁醇（10：10：1：1）为展开剂，分离下列化合物，比较 R_f 值由大到小的顺序：说明理由。



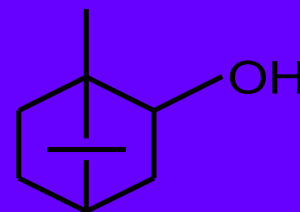
A、苦橙醇



B、牻牛儿苗醇

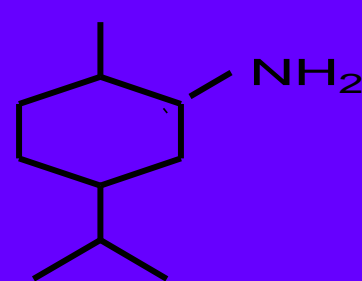
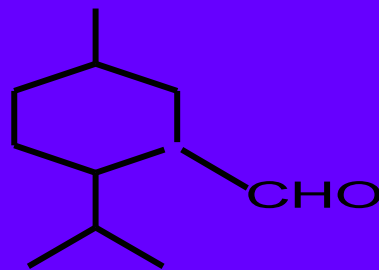
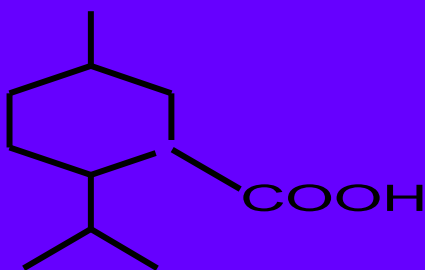
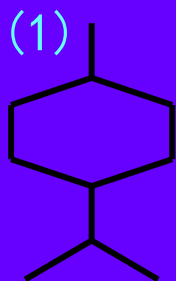


C、愈创木醇

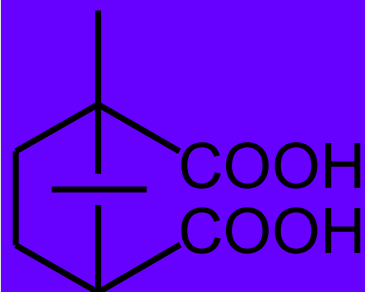


D、龙脑

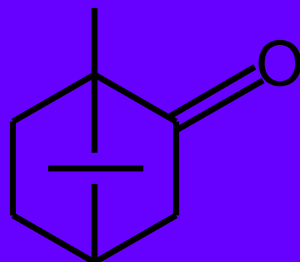
- E
6. 试用化学法分离下列挥发油乙醚液中各成分



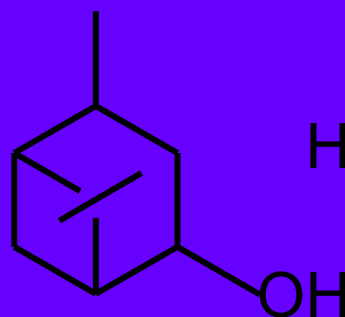
(2)



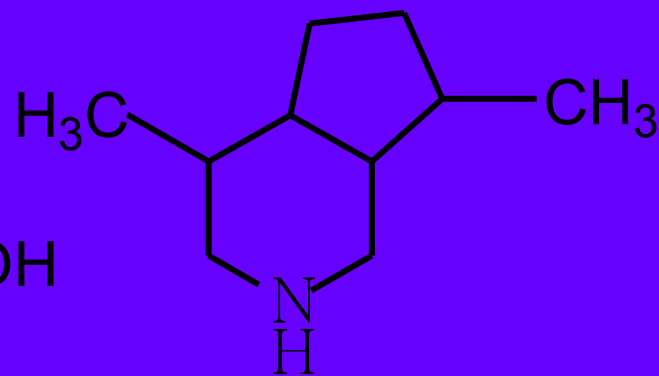
A



B



C



D