

挥发油含量的测定、 黄连和黄柏的显微鉴定

实验目的

掌握生药中挥发油含量测定的方法

掌握八角茴香油的鉴别方法

掌握黄连、黄柏的显微鉴别特征

实验原理

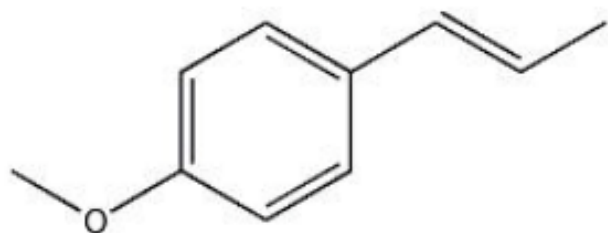
挥发油具有挥发性，能随水蒸气馏出，但不溶于水或极难溶于水，冷凝至测定器中分层。可利用水蒸气蒸馏法提取挥发油。

实验材料——八角茴香

木兰科植物八角茴香 *Illicium verum* Hook.f. 的干燥成熟果实。主要成分是八角茴香油，总含量约为5%。挥发油中主要成分是茴香脑，为总挥发油的80%~90%。相对密度0.975-0.988。



【功能】温阳散寒，理气止痛

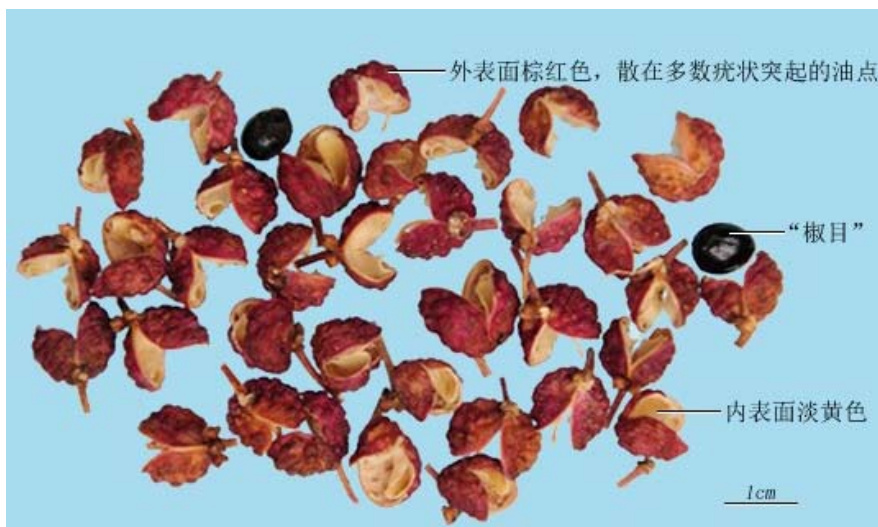


茴香脑

实验材料可用柚子皮替代。柚子皮中也含有挥发油成分。查文献知柚皮精油相对密度为0.838

实验材料——花椒

本品为芸香科植物青椒 *Zanthoxylum schinifolium* Sieb. et Zucc. 或花椒 *Zanthoxylum bungeanum* Maxim. 的干燥成熟果皮。



花椒



青椒

【功能】温中止痛，杀虫止痒

药典规定本品含挥发油不得少于1.5% (mL/g)。

实验内容及步骤（甲法）

分别取八角茴香25g
花椒30g
青花椒30g

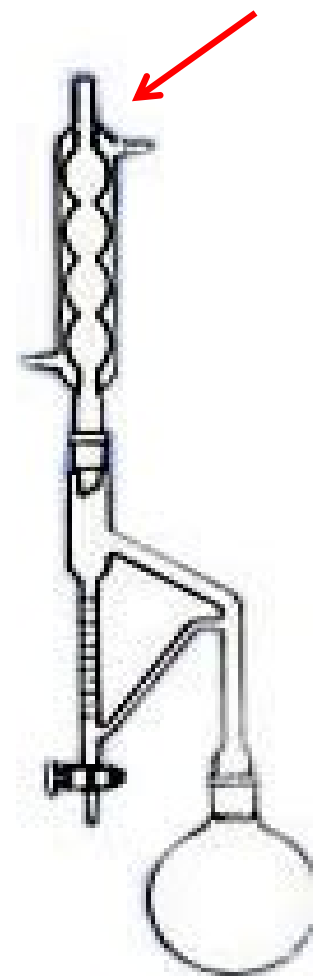
掰碎★
置圆底烧瓶中

蒸馏水
300 mL

振摇混合；

2. 连接装置；★

3. 自冷凝管上端加水，使充满挥发油测定器的刻度部分，并流入烧瓶为止。



连接装置

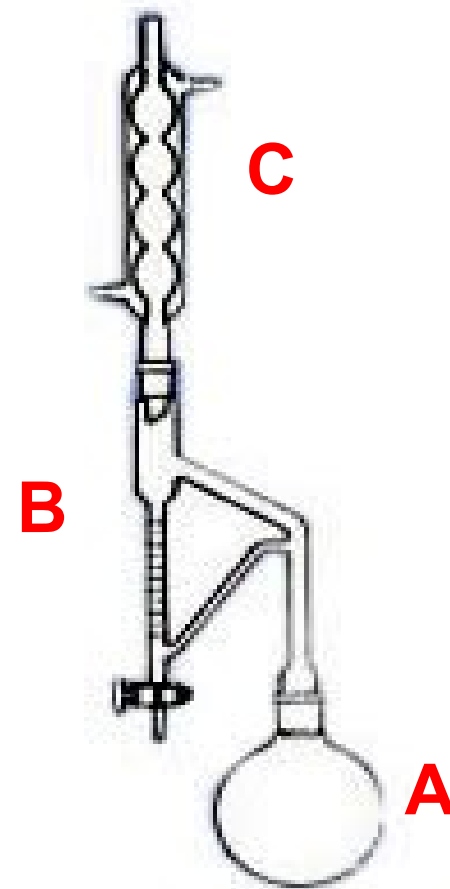
A: 硬质圆底烧瓶

B: 挥发油测定器

C: 回流冷凝管

注意事项:

- ✓ 烧瓶放入电热套前要**擦干**。
- ✓ 部分加热套有开关，指示灯亮说明开始加热。
- ✓ 从下往上搭装置，连接处铁夹固定。
- ✓ 活塞使用前需要**检漏**。
- ✓ 冷凝管接水**下进上出**。



4. 置电热套中直火加热（先大火再小火，**调至中档**），保持微沸约1 h（**火大容易断层**），至测定器中油量不再增加，停止加热；
5. 冷却后分层，开启测定器下端活塞，将水缓慢放出，至油层上端与0刻度线平齐；
6. 读取挥发油量，并换算成样品的百分含量 (V/W)。

换算公式

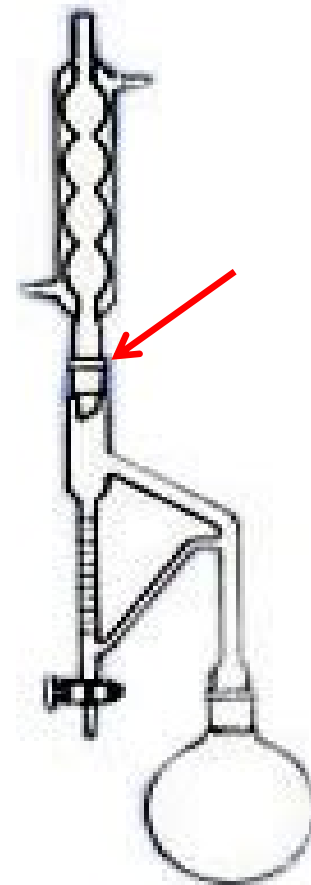
$$\text{挥发油含量 (\%)} = \frac{\text{挥发油量 (mL)}}{\text{样品量 (g)}} \times 100\%$$

实验内容及步骤（乙法）

1. 取水300mL $\xrightarrow[\text{置圆底烧瓶中}]{\text{加入玻璃珠数粒}}$ 连接挥发油测定器

2. 自测定器上端加水使充满刻度部分，并溢流入烧瓶时为止，再用移液枪加入二甲苯1mL，然后连接回流冷凝管。

3. 将烧瓶内容物加热至沸腾，并继续蒸馏，其速度以保持冷凝管的中部呈冷却状态为度。



实验内容及步骤（乙法）

4. 30分钟后，停止加热，放置15分钟以上，**读取二甲苯的容积。**

* 需要**精确读取**二甲苯的容积。因为二甲苯和水互相饱和会有**损失**。
二甲苯密度： 0.86g/cm^3

5. 然后照甲法自“步骤1”起，依法测定，**自油层量中减去二甲苯量**，即为挥发油量，再计算供试品中挥发油的含量（%）。

附：药典挥发油测定法 —— 甲法

本法适用于测定**相对密度在1.0以下**的挥发油。

取供试品适量(相当于含挥发油0.5~1.0mL)，称定重量(准确至0.01g)，置烧瓶中，加水300~500mL (或适量)与玻璃珠数粒，振摇混合后，连接挥发油测定器与回流冷凝管。自冷凝管上端加水使充满挥发油测定器的刻度部分，并溢流入烧瓶时为止。置电热套中或用其他适宜方法缓缓加热至沸，并保持微沸约5小时，至测定器中油量不再增加，停止加热，放置片刻，开启测定器下端的活塞,将水缓缓放出，至油层上端到达刻度0线上面5mm处为止。放置1小时以上，再开启活塞使油层下降至其上端恰与刻度0线平齐，读取挥发油量，并计算供试品中挥发油的含量（%）。

附：药典挥发油测定法——乙法

本法适用于测定**相对密度在1.0 以上**的挥发油。

取水约300mL与玻璃珠数粒，置烧瓶中，连接挥发油测定器。自测定器上端加水使充满刻度部分，并溢流入烧瓶时为止，再用移液管**加入二甲苯1mL**，然后连接回流冷凝管。将烧瓶内容物加热至沸腾，并继续蒸馏，其速度以保持冷凝管的中部呈冷却状态为度。30分钟后，停止加热，放置15分钟以上，读取二甲苯的容积。**然后照甲法自“取供试品适量”起**，依法测定，自油层量中减去二甲苯量，即为挥发油量，再计算供试品中挥发油的含量（%）。

注：装置中挥发油测定器的支管分岔处应与基准线平行。

鉴别实验

取八角茴香挥发油适量

(毛细管; 甲法取 $2\mu\text{L}$, 乙法取 $4\mu\text{L}$)

点于硅胶G薄层板中间

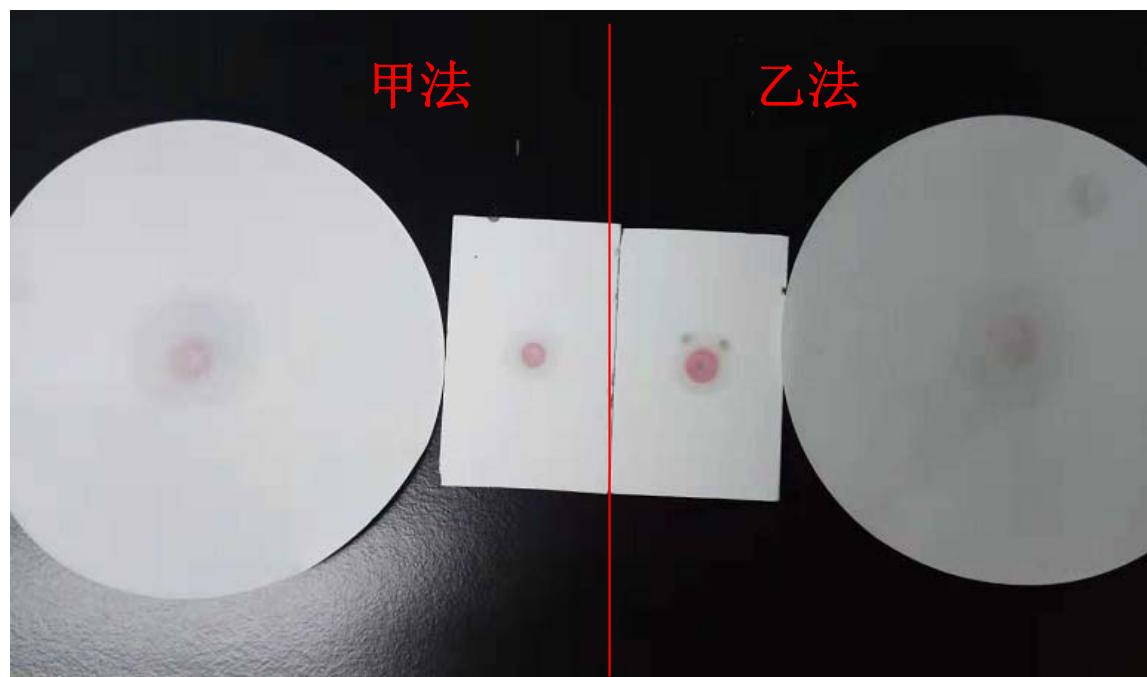
挥干

点加间苯三酚盐酸试液 $2\mu\text{L}$

观察实验现象?

圆环颜色?

间苯三酚盐酸试液配制方法: 取间苯三酚 0.1 g , 加入乙醇 1 mL , 再加入浓盐酸 9 mL



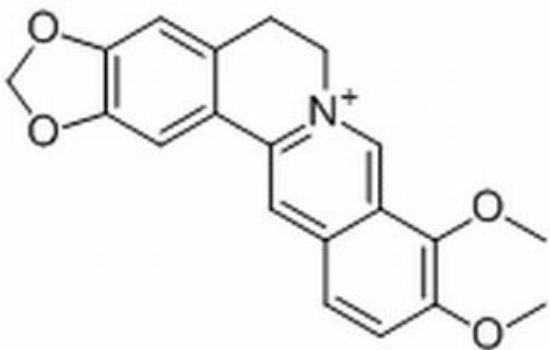
注意事项

1. 八角茴香要**掰碎再加入**，否则不容易倒出；
2. 挥发油测定器安装要垂直，使用前要**检漏**（涂适量的凡士林）；
3. 铁夹夹在磨口的地方；
4. 烧瓶放入电热套前要**擦干**，不要把水弄到电热套中；
5. 烧瓶加热过程中及冷却前，不要加入冷的东西或者用冷抹布擦烧瓶，防止烧瓶炸裂。

黄连、黄柏显微鉴别

黄连

为毛茛科植物黄连 *Coptis chinensis* Franch.、三角叶黄连 *C. deltoidea* C.Y. Cheng et Hsiao 或云连 *C. teeta* Wall. 的干燥根茎。以上三种分别习称“味连”、“雅连”、“云连”。含小檗碱、黄连碱、甲基黄连碱、巴马汀等成分。



小檗碱



【功能】清热燥湿，泻火解毒

黄连、黄柏显微鉴别

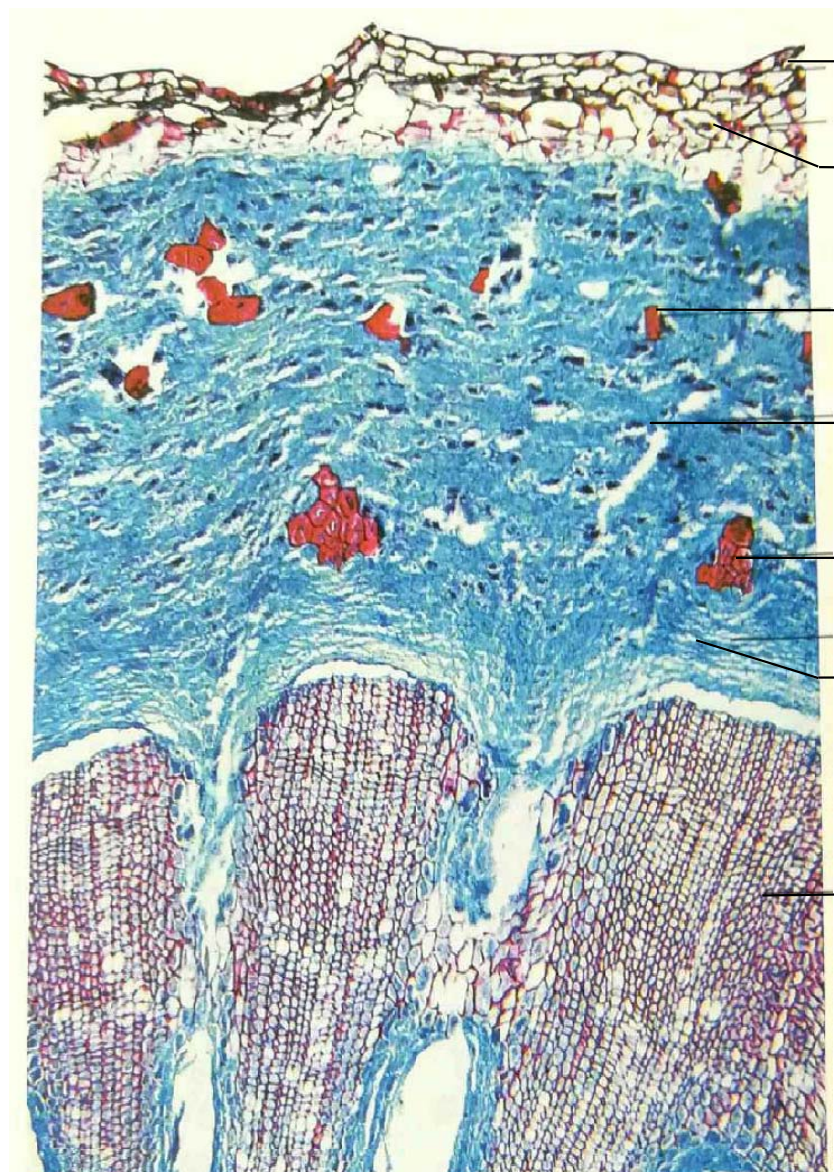
黄柏

为芸香科植物黄皮树 *Phellodendron chinense* Schneid. 的干燥树皮。习称“川黄柏”。含**小檗碱、黄柏碱、木兰碱、掌叶防己碱**等成分。



【功能】清热燥湿，泻火除蒸，解毒疗疮

1. 黄连根茎横切面切片观察



- 1.表皮
- 2.木栓层
- 3.石细胞
- 4.皮层
- 5.中柱鞘纤维束
- 6.韧皮部
- 7.木质部
- 8.髓

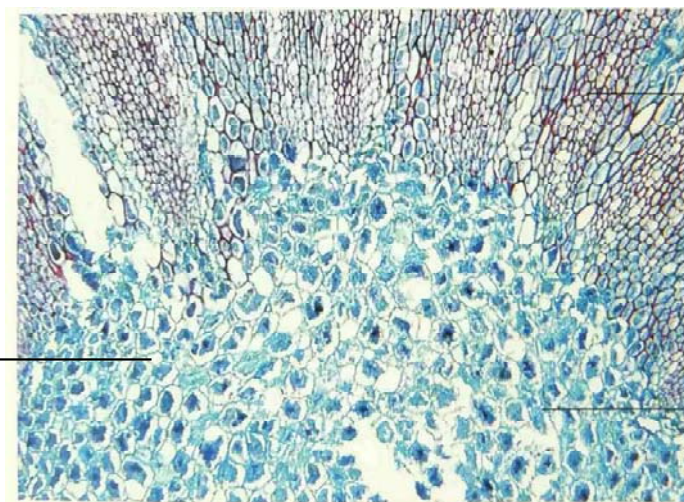
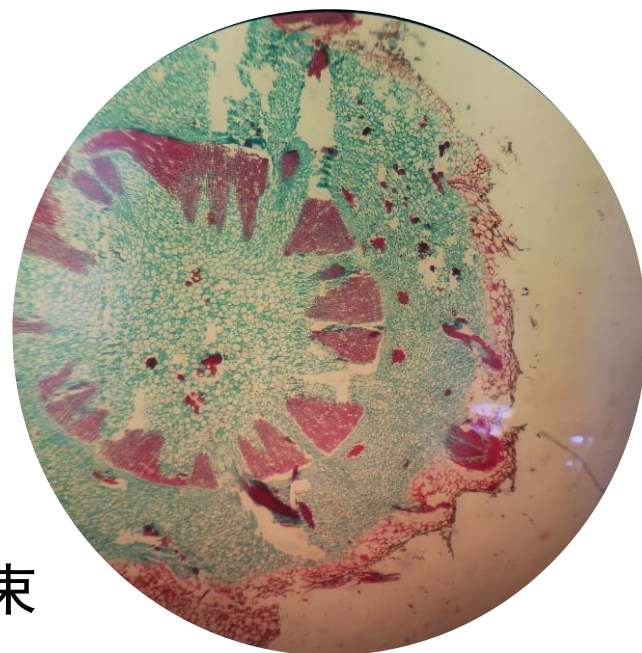
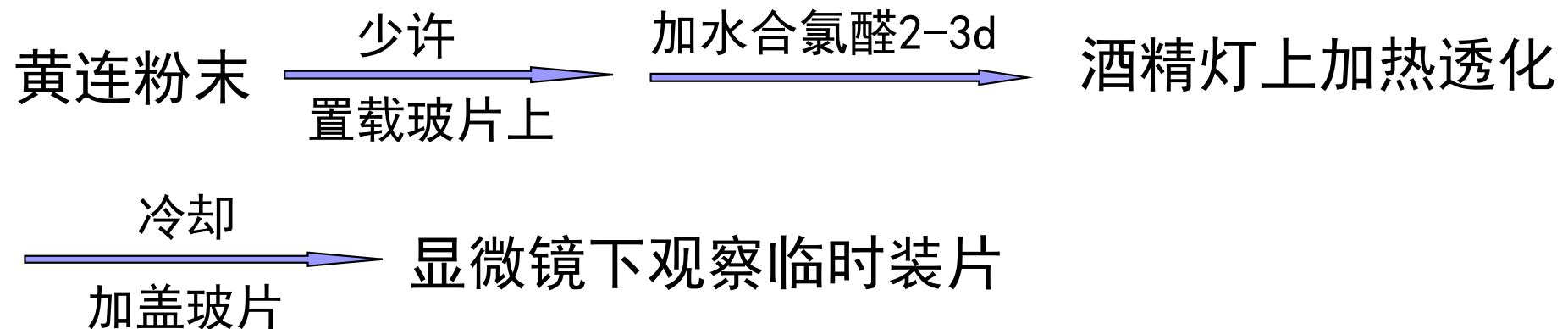


图4 黄连根茎横切面切片观察

100μm

2. 粉末观察



黄柏操作同上

注意：加热透化时要避免蒸干

透化后，可再补加1-2d水合氯醛

加盖玻片时避免产生过多气泡

黄连

- **石细胞** 鲜黄色，类方形、类圆形或类多角形，孔沟明显
- **韧皮纤维** 鲜黄色，长梭形或纺锤形，壁厚，可见纹孔
- **鳞叶表皮细胞** 绿黄色或黄棕色，壁波状弯曲或连柱状增厚
- **木纤维** 众多，鲜黄色，具裂隙状纹孔

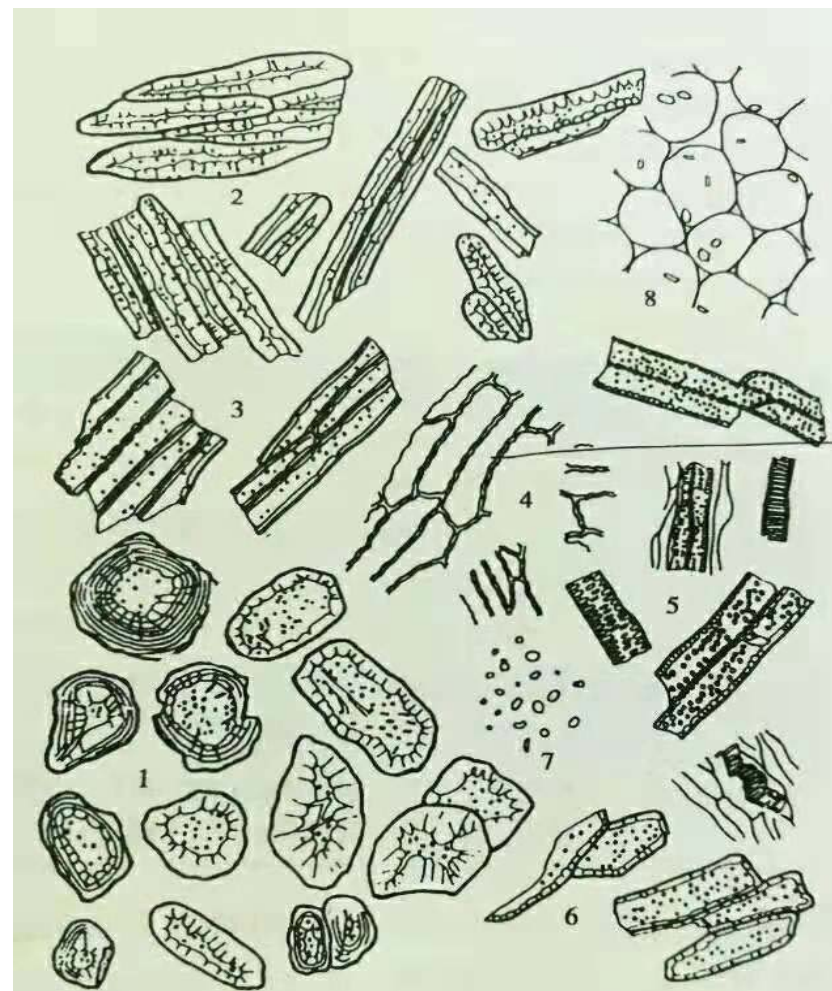
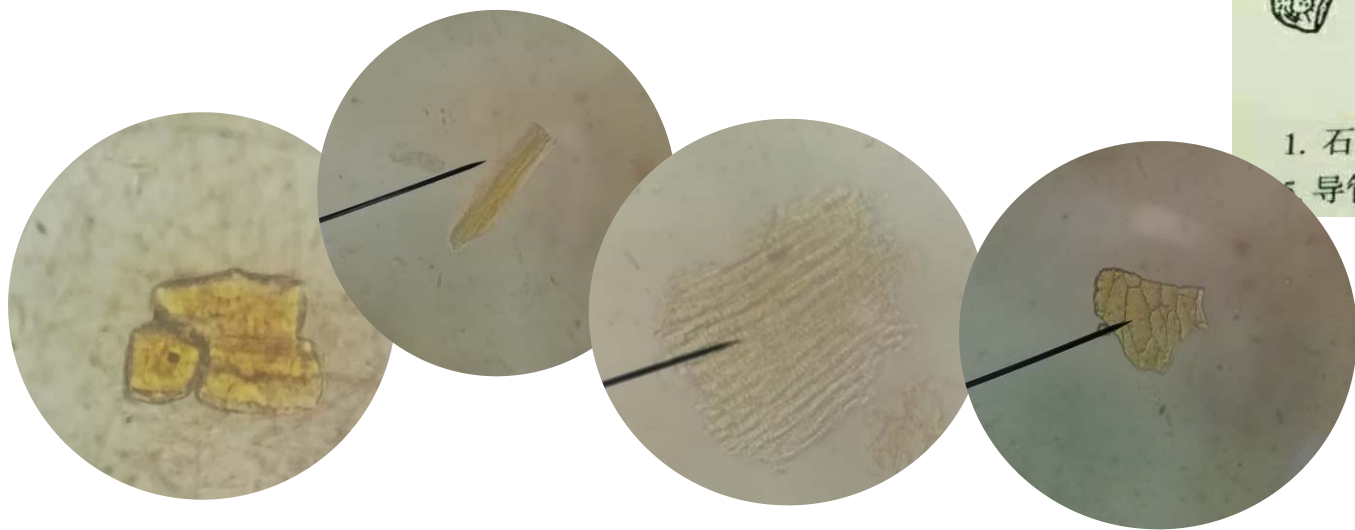


图 11-10 味连根茎粉末图

1. 石细胞 2. 韧皮纤维 3. 木纤维 4. 鳞叶表皮细胞
5. 导管 6. 木薄壁细胞 7. 淀粉粒 8. 小方晶



黄柏

- **纤维** 鲜黄色，常成束，周围细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维
- **石细胞** 鲜黄色，类圆形或纺锤形或分枝状或大型纤维状
- **草酸钙方晶** 众多



图1 黄柏 (*Phellodendron chinense* 树皮) 粉末
[Fig1 Powder of bark from *Phellodendron chinense*]
1. 晶纤维 (Crystal fibres) 2. 石细胞 (Stone cells) 3. 草酸钙方晶 (Prisms of calcium oxalate)

