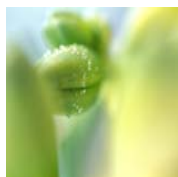
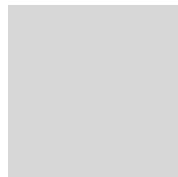
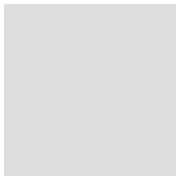
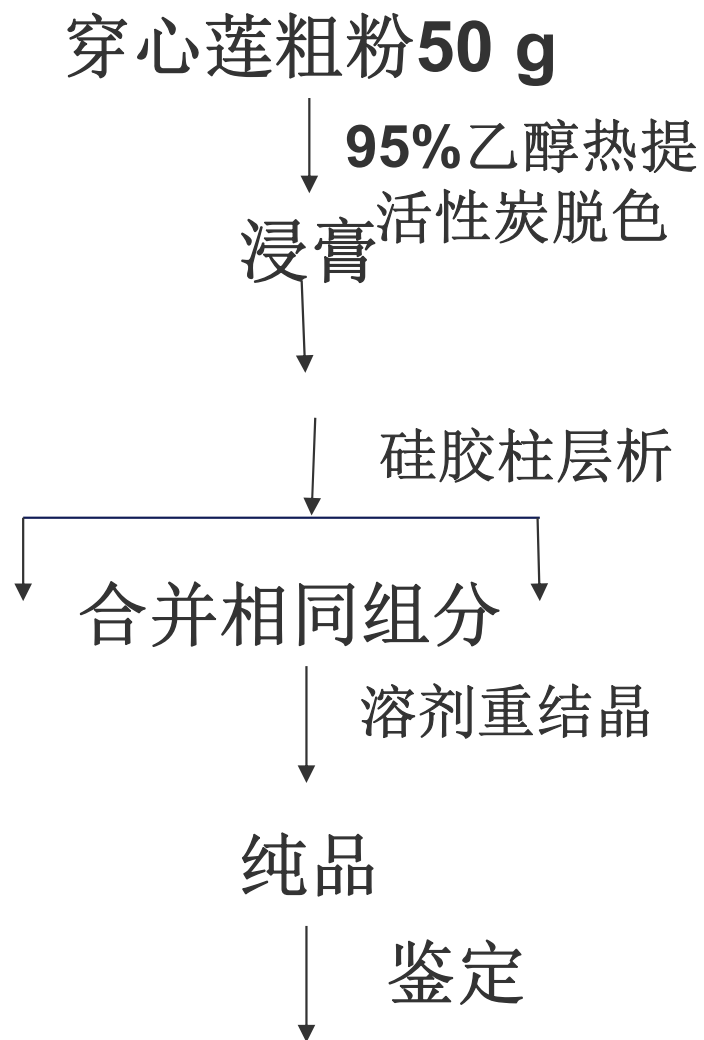




穿心莲二萜内酯的 提取和精制



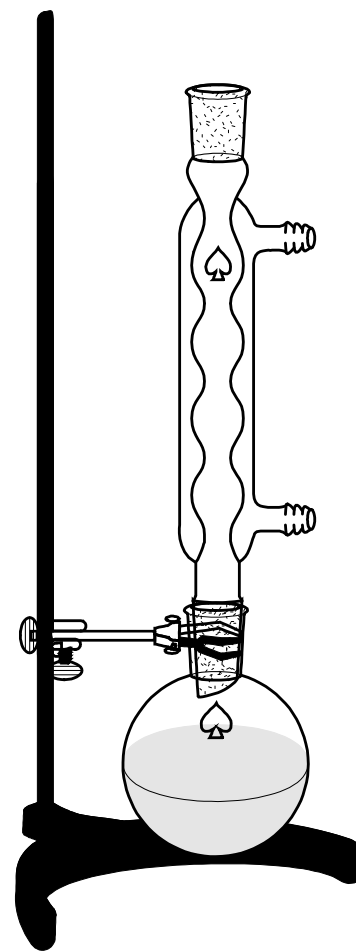
实验流程



穿心莲二萜类化合物的提取



- 取穿心莲叶粗粉**50 g**，置**500 ml**圆底烧瓶，加入**300 ml 95 %**乙醇，水浴**回流2 h**，抽滤上清液，收集滤液。
- 滤渣再用**200 ml 95 %**乙醇同法热抽提过滤**2次**，各**1 h**。（**课时限制略去**）



脱色



滤液加入**5 g**活性炭，水浴回流**20 min**，趁热过滤，用少量**95%**乙醇洗涤活性炭和圆底烧瓶，合并滤液和洗涤液，若还有色素，同法脱色数次，浓缩至干。

提取物加少量丙酮刚好溶解后，转移至蒸发皿中，加入等量硅胶拌匀。



洗脱条件的摸索



- 洗脱溶剂选择: 石油醚<环己烷<二硫化碳<四氯化碳<三氯乙烯<苯<甲苯<二氯甲烷<氯仿<乙醚<乙酸乙酯<乙酸甲酯<丙酮<正丙醇<乙醇<甲醇<吡啶<酸
- 溶剂组合: 石油醚-乙酸乙酯; 石油醚-丙酮; 氯仿-乙酸乙酯; 氯仿-丙酮; 氯仿-甲醇
- 溶剂的比例: R_f 值 0.2-0.8之间



洗脱条件的摸索



极性	溶剂组合
小 ↑ 大	石油醚-乙酸乙酯 石油醚-丙酮 氯仿-乙酸乙酯 氯仿-丙酮 氯仿-甲醇 甲醇-水 乙腈-水



柱色谱操作



- 1 称量：**称**200-300**目硅胶**60 g**。
- 2 搅成匀浆：**加入**200 ml**石油醚拌。
- 3 装柱：**将柱底用棉花塞紧，打开柱下活塞，将匀浆一次倾入层析柱内。
- 4 压实：**沉降完成后，加入更多的石油醚，用气泵加压，直至流速恒定。
- 5 加样：**用研棒将拌样硅胶研碎成粉末状，缓慢装入柱中。



注意事项



- 点样浓度：平行点样
- 展开后观察：点数量，形状，分离度等
- 溶剂安全，经济
- **TLC**条件与柱层析条件转化：
 - **TLC*1** R_f 值0.1-0.2
 - **TLC*3** R_f 值0.3-0.5

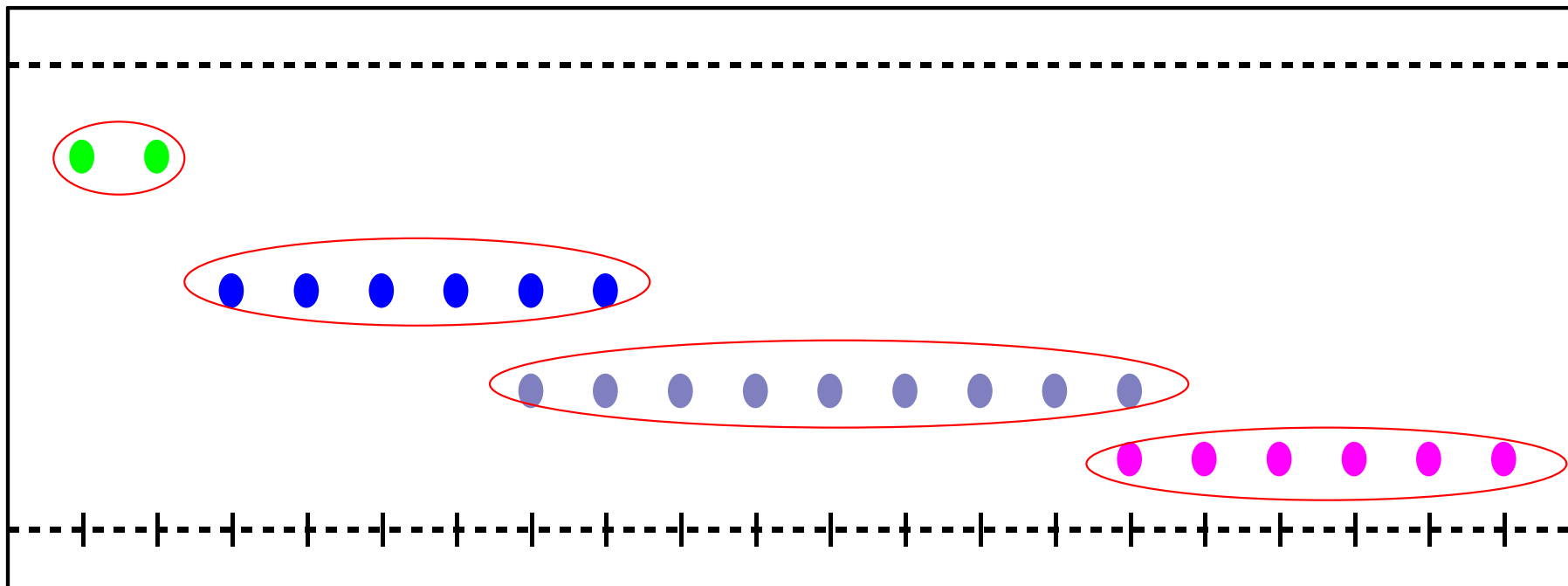


洗脱



- 用**溶剂体系**洗脱，每份**10 ml**，收集约**10**个流份后，将收集的各流份作硅胶板薄层检查；
- 反复进行（梯度洗脱），直至洗脱下所有要分离的化合物；
- 采用茴香醛-浓硫酸加热显色，合并相同斑点显色





重结晶



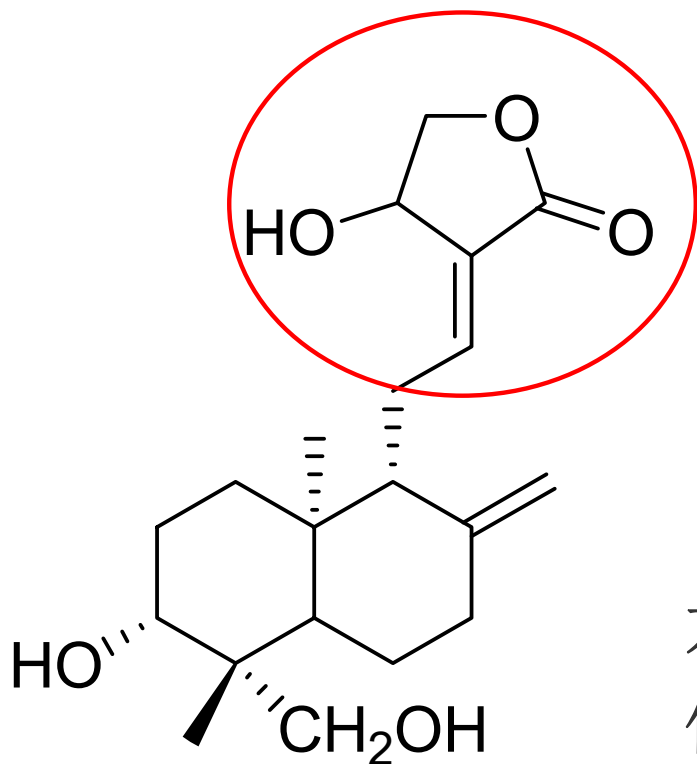
- 相同斑点部分合并浓缩至干
- 含脱氧穿心莲内酯用**95%**重结晶
- 含穿心莲内酯，用丙酮重结晶
- 含穿心莲新苷，用丙酮重结晶



结构鉴定



呈色反应



五元不饱和内酯环：

- 1、**Legal** 反应
- 2、**Kedde** 反应

不饱和内酯环在碱性溶液下，双键转位形成活性次甲基与某些试剂反应而呈色：**raymond** 反应；**baljet** 反应





- **Legal 反应**: 不饱和内酯环中的活性次甲基与亚硝酰铁氰化钠试剂中的亚硝基反应形成肟基衍生物， Fe^{3+} 被还原成 Fe^{2+} 。

试料数毫克 $\xrightarrow{\text{吡啶} 0.2 \text{ ml}}$ 振荡溶解 $\xrightarrow{\text{亚硝酰铁氰化钠试剂} 2 \text{ d}}$

振荡 $\xrightarrow{10\% \text{ NaOH } 1 \text{ d}}$ **观察现象**

★颜色变化慢





- **Kedde反应**：不饱和内酯环中的次甲基可以和**3,5-二硝基苯甲酸**等试剂进行缩和反应，氧化生成具有醌式结构的物质而呈紫红色。

试料数毫克 $\xrightarrow{95\% \text{乙醇} 0.5 \text{ ml}}$ 振荡溶解 $\xrightarrow{\text{Kedde试剂 } 1-2 \text{ d}}$

观察溶液颜色变化

