

<<天然产物活性成分分离>>

图书基本信息

书名：<<天然产物活性成分分离>>

13位ISBN编号：9787030326560

10位ISBN编号：7030326563

出版时间：2012-1

出版时间：科学出版社

作者：徐任生,赵维民,叶阳

页数：628

字数：800000

版权说明：本站所提供下载的PDF图书仅提供预览和简介，请支持正版图书。

更多资源请访问：<http://www.tushu007.com>

<<天然产物活性成分分离>>

内容概要

本书将编入天然活性成份分离的最新技术，如超临界流体提取、微波提取、高效逆流层析、高效液相色谱-核磁-质联用分析、凝胶层析等。

扼要介绍复杂天然化学成份结构的波谱解析方法，结构修饰与前药制备方法。

在各论中作者除介绍自己的经验外，还编写了我国市场常见天然药物、甜味剂、色素、杀虫剂如：紫杉醇、青蒿素、喜树碱、甜菊苷、除虫菊脂等的最新分离方法，并附有各种层析显色试剂，缓冲液制备方法及其性能表等作为附录便于查阅。

本书可作为天然产物化学，有机化学，药物化学，植物化学，分析化学等领域教学、科研工作者及中西药制药公司与农业和食品工业有关人员的参考书和案头常用的工具书。

<<天然产物活性成分分离>>

作者简介

徐任生，理学博士，教授。

1931年生，江苏金坛人。

毕业于前苏联大学及其研究生院。

先后在中国科学院上海药物研究所、美国中药科学研究中心(Pharmagenseis)从事天然产物化学与中药现代化研究。

主编《天然产物化学》、《黄酮体化合物鉴定手册》等六部专著，发表学术论文180余篇。

曾获国家自然科学基金二等奖，中国科学院自然科学三等奖等。

为国产药地高新、西地兰、10-羟基喜树碱及雷公藤内酯醇的研究与开发做出了重要贡献。

曾兼任ILIPAC药物化学组和LJNESCO东南亚天然产物化学组中国代表，国家自然科学基金委员会有机化学组评审员，上海药学会副理事长及上海医科大学兼职教授等职。

现为中国科学院上海药物研究所、IOCD(国际化学发展组织)和《中国天然产物》编委会的学术顾问，Phytochemical Analysis、Journal of Chinese Pharmaceutical Sciences和《天然产物研究与发展》等杂志编委。

<<天然产物活性成分分离>>

书籍目录

主编的话

第一篇 分离方法与技术

- 第1章 中草药有效成分的提取与分离
- 第2章 结晶与纯度鉴别
- 第3章 超临界流体萃取技术的应用
- 第4章 微波辅助萃取技术的应用
- 第5章 大孔吸附树脂的应用
- 第6章 高效液相色谱及其联用技术
- 第7章 高效快速中压制备色谱
- 第8章 逆流色谱
- 第9章 凝胶色谱
- 第10章 优化传统提取与分离技术
- 第11章 天然产物的结构鉴定
- 第12章 结构修饰与前药制备
- 第13章 天然产物的生物活性筛选

第二篇 各论

- 第14章 生物碱
- 第15章 黄酮类化合物
- 第16章 酚类和木脂体类化合物
- 第17章 香豆素
- 第18章 蒽醌和花青素
- 第19章 萜类化合物
- 第20章 皂苷
- 第21章 强心苷
- 第22章 核苷
- 第23章 多糖及寡糖
- 第24章 肽、蛋白质与酶
- 第25章 海洋天然产物
- 第26章 其他生物活性成分

附录

主题词索引

动、植物名称索引(拉丁文)

<<天然产物活性成分分离>>

章节摘录

第1章中草药有效成分的提取与分离 1。

1概述 随着生活水平的不断提高,人们更关注自身的健康,对安全、高效治疗药物的需求更加迫切。研究新药需要对大量化合物进行活性筛选,发现新药先导化合物。

天然产物是新药先导化合物的重要来源之一。

据统计,在1981~2002年全世界新发现的877个小分子药物中,61%源于天然产物或其结构类似物 [1]

。地球上预计存在的50万种开花植物中只有半数有文字记载,人们只对其中10%的植物进行过化学研究,而且很多研究工作还很粗浅。

中草药是中华医学宝库中的瑰宝,是中华民族几千年与疾病作斗争的经验总结。

从《神农本草经》记载的365味药发展到明末李时珍《本草纲目》收录的1892味药,人们对中药的认识不断深入。

1994年出版的《中国中药资源志要》记载了全国药用植物、动物、矿物等中药资源及部分从国外引种栽培或饲养的药用资源共计12694种,其中药用植物分布于383科2313属共11020种(含种下等级1208个) [2]。

中草药有效成分是中草药发挥功效的物质基础。

药用植物中有效成分的含量与植物的生长区域、植物的采集季节、植物的部位、加工储存条件以及气候与生态的变化有关。

除有效成分外,药用植物中还可能存在一些与其具有协同、拮抗作用的成分以及有毒副作用的化学物质。

研究确定中草药的有效成分是建立质控方法,保证及提高中草药及中成药质量的前提,也是发现新药先导化合物的有效途径。

中草药一般具有多种临床用途,因此我们在寻找它的有效成分时首先应该确定寻找目标,分别寻找其中有某种疗效的有效成分,然后通过提取、分离纯化和相应的体外、动物体内模型筛选以及临床验证,这样多次反复实践才能达到目的。

例如目前临床上作五加皮使用的药材主要有两类:一类是五加科植物细柱五

加Acanthopanax gracilistylus W.

W.

Smith的干燥根皮,《中华人民共和国药典》(简称《中国药典》)规定其正名为五加皮,别名南五加皮;另一类为萝科植物杠柳Periplocasium Bge.

的干燥根皮,《中国药典》规定其正名为香加皮,别名北五加皮。

旧本草中五加皮没有南、北之分,统称为五加皮。

香加皮具有风湿,壮筋骨的作用,其中含有强心苷类成分,如果过量饮用以香加皮泡制的药酒会导致中毒。

近期研究还发现香加皮含有的一些孕甾烷糖苷在多种自身免疫性疾病动物模型上显示良好治疗效果 [3~6]。

天然产物的分离纯化与结构鉴定曾是十分耗时的工作。

随着色谱和波谱技术的进步,许多纯化工作可以通过自动化仪器来实现,大部分结构解析工作也可在较短时间内完成。

人们逐渐把目光转向生物活性跟踪分离。

研究发现新活性天然产物需加强化学与生物活性测试等方面的协作。

对筛选发现的活性提取部位进行跟踪分离可减少工作的盲目性,且不容易漏掉可能存在的微量生物活性成分。

鉴于中草药临床用途的多样性及中草药成分可能具有的多靶点作用,选择相关及适当广泛的筛选模型进行测试会促进发现新的有效成分。

1。

<<天然产物活性成分分离>>

2文献检索与预试验 天然产物源于动物、植物、微生物和矿物，中草药主要以植物类为主。

本章主要介绍植物化学成分的提取和分离方法。

植物的化学成分很复杂，普遍含有蛋白质、糖类、淀粉、纤维素、树脂、叶绿素及无机盐等。

此外，植物还可能分别含有生物碱、萜类、甾体、类黄酮、苯丙素、糖苷、有机酸、氨基酸等小分子次生代谢产物。

尽管植物中的化学成分通常比较复杂，但同科、同属植物资源所含的化学成分具有结构相似性。

因此，在着手研究一种中草药的有效成分时，首先应通过文献检索，了解同科属植物中含有哪些类型的化学成分、这些化学成分及其类似物已报道具有哪些生物活性，从而将粗提物或部位在相关筛选模型上进行测试，对有活性的粗提物或部位进行生物活性导向的跟踪分离，这样有利于更有效地发现生物活性成分。

SciFinder、Reaxys和CombinedChemicalDictionary (CCD) 等数据库使检索同科、同属植物化学成分及生物活性变得十分方便。

在信息检索的基础上，可对植物粗提取物进行薄层色谱 (TLC) 分析，采用不同极性的展开剂可帮助初步了解粗提物中主要小分子化合物的数目、各化合物之间的大致含量比例，是否含有高极性糖苷类化合物等信息。

对展开后的薄层板用各种定性试剂显色，可进一步判断所含化合物的结构类型，如用碘化铯钾

(Dragendorff) 试剂检测是否含有生物碱类化合物、用三氯化铁试剂检测是否含有酚类化合物等。

定性试剂显色也会有例外情况发生，影响到预试验的结果。

如碘化铯钾试剂对香豆素和萜类内酯也发生显色反应，而咖啡因虽是生物碱，但对碘化铯钾试剂却呈阴性反应。

粗提物中如含有Vc等还原性物质，也会将三氯化铁试剂中的三价铁离子还原成亚铁离子，产生颜色反应。

由于植物所含成分复杂且可能产生相互干扰，其中的低含量化学成分通常也难以用定性试剂检测发现。

随着各种液质联用 (LC-MS) 分析仪器的普及，对植物粗提物或分离得到的部位进行LC-MS/LC-UV分析，并结合文献检索得到的同科、同属植物已知天然产物的相对分子质量和具有共轭基团化合物的紫外光谱特征，可以对粗提物或部位中的化学成分有更清晰的认识，了解哪些为未报道过的化合物。对分离得到的纯化合物，若相对分子质量与数据库中收集的同科、同属植物中某一化合物的相对分子质量相同，选用与其相同的溶剂测定核磁共振氢谱 (对氢谱信号复杂的化合物，如皂苷等，可进一步测定核磁共振碳谱) ，通过与文献报道数据的比较，可快速鉴定多数已知结构化合物。

掌握各种数据库的检索功能对提高工作效率十分重要。

1。

3天然产物的提取 在提取天然产物前通常需对所提取的天然材料进行粉碎。

粉碎程度不仅影响到提取效率，而且关系到有效成分的提出。

如采用超微粉碎设备对灵芝孢子粉进行破壁，才可将其中的活性成分有效溶出；采用粉碎机械进行药材粉碎时，由于高速撞击摩擦会导致药材温度升高，可能破坏药材中热不稳定化合物；先用液氮或冰箱放置对药材降温再进行粉碎有助于避免热不稳定化合物的化学结构变化。

选择适当的提取方法不仅可以保证所需成分被提出，还可以尽量避免不需要成分的干扰，简化后续的分离工作。

有时只经过一步提取，即可获得单体成分。

以低极性溶剂提取可得到亲脂性的组分，醇类溶剂则对极性与非极性物质都可溶出。

若开始阶段采用极性大的溶剂提取，接着用溶剂萃取方法可将提取物按极性大小分成不同的部位。

1。

3。

1传统溶剂提取法 传统溶剂提取法包括浸渍法、渗漉法、煎煮法、回流提取法及连续回流提取法等。

浸渍法提取天然产物，即将粉碎的天然原材料在容器内加溶剂浸泡，经过一段时间后倒出溶剂再加入新的溶剂浸泡，如此反复几次至所需成分基本提取完全。

<<天然产物活性成分分离>>

渗漉法是将粉碎的天然原材料置于一下面开口的容器内，不断加入新溶剂，并通过控制下面出口大小连续收集浸提液（图1。

1)。
由于原料不断与新溶剂或含有低浓度提取物的溶剂接触，始终保持一定的浓度差，渗漉法提取效果要比浸渍法好。

根据需要可以采用单一溶剂进行渗漉，也可使用几种溶剂依次进行渗漉。

根据药材体积的大小，可采用玻璃、陶瓷或不锈钢等材料制成的不同大小的渗漉装置进行提取。

当用渗漉法提取植物花和叶等材料时，可在材料上部加一重物以减小体积。

药材的浸渍法和渗漉法一般提取温度较低，提取物中所含杂质较少。

采用渗漉法提取时，样品不宜过细，以免溶剂流经原料层时速度太慢，影响传质过程。

与上述两种方法相比，煎煮法、回流提取法及连续回流提取法在较高温度下对天然成分进行提取，提取效率更高，但杂质也相对较多。

材料量少时以索氏（Soxhlet）提取器进行连续回流提取，具有操作简单、节省溶剂的特点（图1。

2)。
在不了解植物所含成分是否稳定的情况下，一般应避免高温提取，以防植物成分发生变化。

用溶剂提取天然材料时需考虑所用溶剂的沸点（沸点过高不易回收）、毒性及成本等因素。

所用有机溶剂通常需呈惰性，即与所处理化合物不起化学反应。

但惰性也不是绝对的，例如所用的甲醇、乙醇或正丁醇有时会与天然产物中的羧基形成相应的酯；用乙酸乙酯提取分离时，可能发生乙酰基转移；使用丙酮时，可能会与天然产物中的二醇基团形成缩酮结构。

充分考虑上述因素，有助于判断所分得的化合物是否是真正的天然产物。

在可用的提取溶剂中，水的成本最低，且非常安全。

一些商品化的天然产物，如小檗碱、芸香苷、甘草酸等在制备过程中采用水为提取溶剂。

但用水提取，提取液中的杂质较多，如无机盐、蛋白质、糖和淀粉等，给进一步分离带来许多困难。

乙醇是最常用的有机溶剂，具有低毒、价廉、沸点适中、便于回收利用等特点，且对植物细胞的穿透能力强，除了蛋白质、黏液质、果胶、淀粉和部分多糖等外，大多数有机化合物都能在乙醇中溶解。当植物中所含成分较为简单或某一成分含量较高时，可根据其极性大小或溶解性能，选择一种适当的溶剂把所需的成分提取出来，而杂质留在植物残渣里。

例如，细辛中含有一种中性物质细辛素，用石油醚回流，提取液浓缩即析出细辛素结晶，被石油醚一起提出的挥发油则留在母液中。

又如，将橘络粗粉置于索氏提取器中，用甲醇或乙醇回流提取，冷却即析出橙皮苷结晶。

如果有效成分是酸性或碱性化合物，常可加入适当的酸或碱，再用有机溶剂提取。

例如，生物碱在植物体中一般与酸结合成盐存在，在生药中加入适量的碱液，拌匀，使生物碱游离出来，再用有机溶剂提取。

同样，有机酸可加酸使其游离，然后用有机溶剂提取。

反之，可以用酸性乙醇提取弱碱性生物碱。

生物碱一般不溶于碱水，但有些酚性生物碱（如吗啡）却能溶于氢氧化钠溶液中；有些生物碱的盐不溶于水而溶于有机溶剂，不能用酸液提出。

为方便提取分离，有时要先对粉碎药材进行一些预处理。

如种子类药材常含有大量油脂，可先采用石油醚脱脂或压榨法除去油脂再用其他高极性溶剂提取。

1。

3。

2水蒸气蒸馏法 此法适用于提取能随水蒸气蒸馏而不被破坏的植物成分。

这些化合物与水不相混溶或仅微溶，且在约100 时有一定的蒸气压。

当水加热沸腾时，能将该物质一并随水蒸气带出。

例如植物中的挥发油，某些小分子生物碱如麻黄碱、烟碱、槟榔碱等，以及某些小分子的酸性物质如丹皮酚等均可应用本法提取，对一些在水中溶解度较大的挥发性成分可用低沸点非极性溶剂如石油醚

<<天然产物活性成分分离>>

、乙醚抽提出来。

如将徐长卿加水浸泡，然后水蒸气蒸馏，蒸馏液用乙醚提取，醚提取液经浓缩即析出丹皮酚结晶。在对中药香加皮的乙醇提取液进行减压浓缩时，其中含有的4-甲氧基水杨醛会随溶剂蒸发并冷凝于溶剂回收瓶中。

在对一种新植物材料进行研究时，应注意避免具有该性质成分的损失。

在提取天然材料时，也应注意使用回收溶剂可能引入的其他成分。

1。

3。

3超声提取法 超声波是在弹性介质中传播的一种振动频率高于声波（20kHz）的机械波，能产生并传递强大的能量，给予媒质（如固体小颗粒或团聚体）极大的加速度。

当颗粒内部接受的能量足以克服结构的束缚能时，固体颗粒（或团聚体）被破碎（或解聚），从而使细胞内有效成分的溶出。

这种能量作用于液体，振动处于稀疏状态时，液体会撕裂成很小的空穴，这些空穴一瞬间即闭合，闭合时产生高达几十个大气压的瞬间压力，即称为空化现象。

超声提取技术的基本原理主要是利用超声波的空化作用加速植物有效成分的浸出，另外超声波的次级效应，如机械振动、乳化、扩散、击碎、化学效应等也能加速欲提取成分的扩散释放并充分与溶剂混合，利于提取。

与常规提取法相比，超声提取法具有提取时间短、产率高、无需加热等优点。

郭等[9]用正交试验对苦瓜黄酮的超声提取工艺进行了优化，并与传统提取法进行了比较。

选取了超声波功率、提取时间、料液比为考察因素，每个因素设计了3个水平，由方差分析得出超声波功率的改变对提取影响最大，其次是提取时间和料液比。

综合考虑各因素得出苦瓜黄酮超声提取工艺条件为以90%的乙醇提取，超声波功率为80W，提取20min，料液比为1:30（g/mL），与传统提取方法对比，提取量为传统方法的1.

36倍，提取时间为传统提取方法的1/9。

国内目前已有厂家生产连续逆流超声提取设备，可用于天然资源的大量提取。

此外，超临界流体萃取、微波辅助萃取、空气爆破等提取技术近年来在天然产物提取中也获得日益广泛的应用，缩短了提取时间、提高了提取效率。

相关内容请参见本书第3章、第4章及其他相关资料。

1。

4活性天然产物的分离 1。

4。

1经典方法 这里的经典分离方法是指从早期迄今一直被采用的方法，通常操作比较简单，无需复杂、昂贵的仪器。

1。

4。

1。

1液-液萃取法 天然产物的结构千差万别，分子结构中极性基团的多少及取代位置决定了其在不同溶剂中的溶解性。

极性化合物易溶于极性溶剂，非极性化合物易溶于非极性溶剂。

对筛选发现的活性提取物，用溶剂分配法可快速将提取物按极性大小进行划分，通过进一步活性测试可确定活性成分所在部位。

结合使用各种去除叶绿素、鞣质、多糖的方法，可以减小后续分离的规模。

该方法被广泛用于从天然资源中寻找生物活性成分。

在提取分离皂苷类成分时，可先用工业酒精提取，对浓缩后的水液依次用低极性溶剂，如氯仿、乙酸乙酯从水中萃取出亲脂性成分，然后通过正丁醇与水分配可使皂苷类成分富集于正丁醇部位，从而起到初步纯化作用。

在分离生物碱类成分时，在调节水相pH后，利用有机溶剂进行萃取，可使生物碱类成分得到富集，并

<<天然产物活性成分分离>>

可使强碱性生物碱与弱碱性生物碱得到初步分离。

此外，在提取内酯类化合物时，可利用其不溶于水，但遇碱水解成为羧酸盐而溶于水，加酸酸化后又回复原物而不溶于水的性质，从而与其他杂质分开。

在用同体积溶剂进行液-液萃取时，一般重复3~5次即可。

可先进行小样试验，如容易产生乳化现象，大量萃取时不宜剧烈振摇。

被萃取溶液浓度不宜过稀，以减少萃取溶剂用量。

进行萃取时，如遇到两相溶剂颜色都很深或颜色接近，可用灯光近距离照射，有助于分清界面。

1。

4。

1。

2固相萃取法 固相萃取法 (solidphaseextraction, SPE) 是一种利用固相吸附剂纯化样品的的方法。

固相萃取可以达到去除杂质、脱盐及浓缩被分析物的目的。

固相萃取时可采用多种吸附剂，并可采用自动化仪器对大量样品进行常规纯化，已被广泛用于样品制备、分离及对分析样品、活性测试样品进行预处理。

固相萃取法可以采用下面两种方式：(1) 样品中的干扰性杂质被吸附于萃取柱上，而所需的化合物被洗脱下来。

<<天然产物活性成分分离>>

编辑推荐

《天然产物活性成分分离》：在我国，中草药应用历史悠久，植物资源丰富，是天然产物研究的核心内容之一。

研究其有效成分，分析其活性，进行合成或结构修饰，可以创制新药治愈令人类束手无策的疾病；也可以从中获取天然杀虫剂、甜味剂与色素等，满足人们对于绿色食品的迫切需求。

因此，天然产物活性成分的研究有广阔的前景，是永远研究不完的领域，并为国际同行所羡慕。

《天然产物活性成分分离》一书的出版，将满足广大科研工作者的需要，对于推动天然产物的研究和发展将具有重要的作用。

《天然产物活性成分分离》介绍了天然产物化学成分提取与分离的新技术和新方法，其中包括超临界流体萃取、微波辅助萃取、高速逆流色谱、凝胶色谱、高效液相色谱与联用技术、波谱解析化学结构、结构修饰与前药制备、优化传统提取技术及生物活性筛选等。

同时还介绍了有实际应用价值的各类常用天然活性成分的分离方法。

许多内容是作者自己的实践经验总结。

在附录中收集了各种常用色谱显色剂、缓冲溶液配制方法、大孔树脂性能表及超滤膜性能表等。

《天然产物活性成分分离》实用性和可操作性强，可作为天然产物化学、有机化学、药物化学、植物化学、分析化学等领域教学与科研工作者及中西药制药公司、农业和食品工业有关人员的参考书和案头常用的工具书。

<<天然产物活性成分分离>>

版权说明

本站所提供下载的PDF图书仅提供预览和简介，请支持正版图书。

更多资源请访问:<http://www.tushu007.com>