

Innovative Design of Experimental Teaching Content of Extracting Rutin from the Bud of *Flos sophorae*

Feng Zhu, Yueteng Lai, Yin Hong

Experimental Chemistry Teaching Demonstration Center of Guangdong Province, Foshan University, Foshan Guangdong
Email: zhufeng@fosu.edu.cn

Received: Jul. 13th, 2017; accepted: Jul. 30th, 2017; published: Aug. 2nd, 2017

Abstract

The experiment of extracting rutin from the bud of *Flos sophorae* is always a part of the experimental projects in "Organic Chemistry Experiment" curriculum opened by many colleges and universities in China. For the experimental time is not enough and the original experimental teaching content waste too much time, the teaching content of this experimental project was redesigned in this paper, and the teaching time was increased from 4 class hours to 8 class hours, and the experimental teaching content was corresponding increased. The redesigned teaching content can make full use of teaching time, and achieve better teaching effect.

Keywords

Bud of *Flos sophorae*, Rutin, Isolation, Property

槐花米中芦丁的提取实验教学内容创新设计

朱 峰, 赖悦腾, 洪 茵

佛山科学技术学院广东省化学实验教学示范中心, 广东 佛山
Email: zhufeng@fosu.edu.cn

收稿日期: 2017年7月13日; 录用日期: 2017年7月30日; 发布日期: 2017年8月2日

摘 要

“从槐花米中提取芦丁”实验是部分高校《有机化学实验》课程开出的一个经常性实验项目。针对实验课时有限而原有实验教学内容又浪费太多时间的情况, 本文结合多年的实验教学经验, 对该实验项目教

学内容重新进行了设计, 教学课时由原来的4学时增加到8学时, 相应增加了实验教学内容。教学内容重新设计后, 可以充分利用教学时间, 取得更好的教学效果。

关键词

槐花米, 芦丁, 提取, 性质

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

“从槐花米中提取芦丁”实验项目是国内许多相关实验教材[1][2][3][4]中的基本内容之一, 并且是国内一些高校为相关专业学生开出的《有机化学实验》课程中的一个经常性实验项目。开设该实验项目的目的是使学生掌握从药用植物中提取黄酮苷的原理和方法, 练习趁热过滤及抽滤的基本操作方法。多年来, 许多工作者从提取方法[5]-[11]、提取工艺[12][13][14]、工艺参数优化[15][16]等各方面对该实验项目进行了改进, 并且尝试用微型化实验[17]进行教学, 但均未对该实验项目的教学内容进行改革。我校化学实验教学中心为生命科学类相关专业学生开出该实验项目近二十年, 在培养学生学习天然有机化合物提取原理并掌握相关实验技能等方面起到了重要作用。但是, 在多年的实践教学中, 我们也发现了一些问题, 比如限于该实验项目教学时数为4学时, 学生只能在规定时间内在教师指导下从原材料槐花米中提取得到芦丁产品, 虽然对芦丁的提取原理有了一定的认识, 但对所获得产品的性能却未能进一步了解。因此, 有必要对该实验项目教学内容重新进行设计, 以适应综合性实验教学的需要。

2. 原有实验教学内容

2.1. 实验原理

芦丁(槲皮素-3-O-葡萄糖-O-鼠李糖)又名芸香苷, 系维生素P属的一种, 为黄酮醇化合物槲皮素的糖苷, 广泛应用于食品工业和医药工业, 并广泛存在于芸香、苦荞麦、槐树蕾等植物体内, 其中在将要开花时的干燥荞麦内约含3%, 而在豆科植物槐(*Sophora japonica* L.)的花蕾槐花米中, 含量可达20%以上, 是我国医药工业提取芦丁的主要原料。

含三分子结晶水的芦丁为黄色小针状晶体(由水晶析), 熔点174℃~178℃。不含水的芦丁易潮解, 熔点188℃。芦丁在热水中溶解度为1:200, 冷水中为1:8000; 热乙醇中为1:60, 冷乙醇中为1:650; 可溶于吡啶及碱性水溶液, 难溶于酸性水溶液, 几乎不溶于苯、乙醚、氯仿及石油醚。

本实验利用芦丁分子中具有酚羟基, 呈弱酸性, 易溶于碱性水溶液, 用酸酸化后又游离析出芦丁的特点, 采用碱提酸沉法从中药槐花米中提取其主要有效成分芦丁。

2.2. 实验步骤

2.2.1. 芦丁的提取

将粉碎后芦丁加入圆底烧瓶中, 然后加入硼砂和饱和石灰水, 最后加入搅拌磁子, 装上球形冷凝管, 接通冷却水, 用带搅拌电热套加热至微微沸腾, 回流提取30 min, 趁热抽滤。滤渣重复提取一次。两次滤液合并, 用15%盐酸调至pH值为3~4。静置冷至室温后再用冰水浴冷却, 使沉淀析出完全。抽滤, 冷

水洗涤 2~3 次，干燥，称重，得芦丁粗品。

2.2.2. 芦丁的精制

中山大学李厚金等编著的《基础化学实验》教材[1]中，介绍了一种快速柱层析法和一种热水重结晶法分离纯化芦丁。但大多数有关教材[2] [3] [4]均采用碱溶酸沉法对芦丁粗品进一步纯化。具体操作是：将制得的芦丁粗品置于烧杯中，加入蒸馏水，然后在边搅拌边加热的情况下加入饱和石灰水，调节 pH 值为 8~9，待沉淀完全溶解后，趁热过滤。滤液再用 15% 盐酸酸化，调节 pH 值为 4~5，静置使沉淀析出完全，抽滤，沉淀用水洗涤 1~2，烘干后称重，计算提取率。

3. 新增实验教学内容

在实际教学过程中，我们发现本实验中，芦丁的析晶和抽滤步骤需要相当长的时间。在规定教学课时 4 学时的情况下，学生只能勉强完成槐花米中芦丁的提取，要进一步对芦丁粗品进行纯化，时间已显不足，并且芦丁析晶、抽滤、烘干操作让学生等待的时间过长，未能充分利用教学时间。2015 年 9 月，经广东省委、广东省人民政府批准，我校被列为广东省教育厅、佛山市人民政府共建的高水平理工大学。趁高水平理工科大学建设之机，我校对学科专业进行了优化重组，并借新校园落成搬迁的机会，对 2016 级人才培养方案进行了修订，并相应地重新编修课程教学大纲。我们把“从槐花米中提取芦丁”实验项目改为“槐花米中芦丁的提取与性质”，实验计划学时由原来的 4 学时修改为 8 学时，以满足综合性实验教学的需要，同时在保留原有实验教学内容的基础上，相应地增加了以下实验教学内容。

3.1. 芦丁的物理性质

3.1.1. 芦丁熔点的测定

纯粹的有机化合物一般都有固定的熔点，在一定压力下，其熔点范围或称熔距或熔程(即初熔至全熔的温度)不超过 $0.5^{\circ}\text{C}\sim 1^{\circ}\text{C}$ 。如混有杂质则熔点下降，且熔程较长。据此可以鉴定纯粹的有机固体化合物，根据熔程的长短又可以定性地估算出该化合物的纯度。通常将熔点相同的化合物混合后测定熔点，如仍然为原来的熔点，即认为两化合物相同(形成固熔体除外)。如熔点下降则此两化合物不相同。本项目新增实验内容之一是采用显微熔点测定仪测定精制后芦丁产品的熔点，并通过与芦丁标准品按 1:1 混合后测定混合熔点初步判断获得的产品是否是芦丁。

3.1.2. 芦丁旋光度的测定

比旋光度是有机化合物的固有物理常数之一。可以用旋光仪进行测定。通过旋光度的测定，可以检定旋光性物质的纯度和含量。本项目新增实验内容之二是通过自动旋光仪测定产品的旋光度。具体操作是：准确称取一定量的芦丁产品，用乙醇溶解并定容，然后装满旋光管，用乙醇溶剂为空白对照，通过自动旋光仪测出芦丁产品的旋光度，进一步通过芦丁标准品的比旋光度计算出芦丁产品的浓度，从而检定芦丁产品的纯度和含量。

3.2. 芦丁的化学性质

3.2.1. 芦丁的水解

芦丁遇强酸性和碱性可加水分解。将芦丁以 2% 稀 H_2SO_4 水解 1 h，冷却后滤集沉淀，水洗干燥，粗品经乙醇重结晶可得精品槲皮素。

3.2.2. 芦丁的颜色反应

芦丁是一种黄酮甙，既有黄酮的特征反应，又有碳水化合物的特性。就黄色色素而言，黄酮分子中

都有一个酮式羰基,又显黄色,所以称为黄酮。由于黄酮母核中含有碱性氧原子,一般又多带有酚羟基,所以能与许多试剂产生颜色反应。比如,黄酮类的水溶液加入醋酸铅溶液能产生黄色、橙色或红色沉淀。这一反应既可以作为定性反应,又是提取分离黄酮类的一种方法。又比如,在盐酸介质中加入镁或锌,黄酮类化合物会呈现红色反应。利用这些特殊的颜色反应,可定性鉴别黄酮类化合物。莫利希(Molisch)反应是鉴定碳水化合物最常使用的颜色反应。单糖、双糖和多糖一般都可发生此反应。化合物若能发生此反应说明可能有糖存在,若不发生此反应则证明不存在糖类物质。

1) 盐酸-镁粉反应:取少量芦丁产品置于试管中,加少量乙醇置热水浴中微热溶解,加5滴浓盐酸,再加少量镁粉,观察颜色变化。如产生剧烈的反应,并逐渐出现红色至深红色,表明有黄酮类物质存在。

2) 莫利希(Molisch)反应:分别取芦丁产品和水解得到的槲皮素产品少量,进行莫利希试验,观察实验现象,并比较芦丁和槲皮素的区别。

3.3. 课外开放实验

为了满足部分学习兴趣高且实验动手能力强的学生的需要,我们还设置了课外开放实验内容,主要包括:芦丁产品的液相色谱分析、紫外光谱分析、红外光谱分析、核磁共振波谱分析等仪器分析实验内容,让学生更加全面地掌握芦丁的特性。同时,通过课外开放实验,也提高了中心仪器设备的使用率。

4. 结果与讨论

在“从槐花米中提取芦丁”实验项目原有教学课时为4学时的情况下,我们安排的主要实验教学内容是槐花米中芦丁的提取并省略了最后粗产品的精制步骤—重结晶。虽然能使学生掌握碱溶酸沉法提取芦丁的原理和方法,并学会趁热过滤和抽滤等操作,但是,学生并未能有机会更加深入地认识自己所制备得到的产品。在这次实验改革中,我们安排了8学时给本实验项目,实验项目名称也相应变更为“槐花米中芦丁的提取与性质”,教学内容除了保留原有的芦丁的提取和精制(包括最后一步重结晶步骤)之外,还安排了芦丁产品熔点和旋光度的测定、芦丁的水解、芦丁的颜色反应等教学内容,并增加了课外开放实验—仪器分析实验,学生可以充分利用教学时间,在芦丁产品析晶、抽滤和烘干等待过程中同时开展其它新增实验内容的操作。重新设计后的实验项目把“从槐花米中提取芦丁”实验项目和“熔点的测定”、“旋光度的测定”、“黄酮化合物的性质”以及“碳水化合物的性质”等实验项目有机结合起来,使学生更加全面深入地了解芦丁的提取、分离纯化和鉴定及其物理和化学性质。从“怎么提取纯化芦丁”到“如何鉴定芦丁”,再到“芦丁有什么性质”,使得本实验项目变成名副其实的综合性实验,让学生在掌握芦丁的提取原理和方法的基础上,扩展知识面,注重天然有机化合物整个研究过程的系统性,同时也提高了实验教学效率,培养了学生的实验兴趣,增强了学生实验动手能力。

致 谢

感谢广东省教育厅2013年广东省高等学校教学质量与教学改革工程本科类立项建设项目(粤教高函[2013]113号)的资助。

参考文献 (References)

- [1] 李厚金,石建新,邹小勇.基础化学实验[M].北京:科学出版社,2015:288-290.
- [2] 黄涛,张治民.有机化学实验[M].北京:高等教育出版社,1998:198-199.
- [3] 赵建庄,黄孟娇.有机化学实验[M].北京:中国林业出版社,1999:95-97.
- [4] 赵建庄,高岩.有机化学实验[M].北京:高等教育出版社,2003:107-109.
- [5] 杨新河,吕帮玉,毛清黎.槐花中芦丁的碱提酸沉法研究[J].食品工业科技,2007,28(4):183-185.

- [6] 郭玉, 唐国涛, 陈淑娴, 刘金慧, 叶晓. 槐花米中芦丁提取方法的比较研究[J]. 中成药, 2007, 29(11): 1675-1677.
- [7] 李振东, 赵振贵. 微波法从槐花米中提取芦丁的实验研究[J]. 应用化工, 2012, 41(2): 275-277.
- [8] 廖华卫, 李瑞珍, 黄敏仪. 槐花米中药用有效成分芦丁提取方法研究[J]. 现代食品与药品杂志, 2006, 16(3): 73-75.
- [9] 张来新. 槐花米中芦丁的提取[J]. 山西化工, 2002, 22(1): 16-17.
- [10] 张浩义, 江泉, 金辉, 何菱. 微波法提取槐花米中的芦丁[J]. 华西药学杂志, 2004, 19(1): 37-39.
- [11] 李敏晶, 游景艳, 刘忠英, 张寒琦. 微波辅助流动萃取槐花中的黄酮类成分[J]. 高等学校化学学报, 2004, 25(5): 850-852.
- [12] 雷泞菲, 桑世华, 彭书明, 宋雷霆. 槐花中芦丁的提取工艺研究[J]. 时珍国医国药, 2008, 19(4): 860-861.
- [13] 李超柱, 陈艳辉, 黄丽丹, 覃静兰. 微波协同碱提酸沉法从槐花米中提取芦丁的工艺研究[J]. 当代化工, 2012, 41(4): 333-335.
- [14] 蒋龙波. 微波辅助提取槐花米中芦丁的工艺研究[J]. 黑龙江科技信息, 2012(16): 72.
- [15] 周陆怡, 潘文嘉. 槐花米中芦丁提取的优化研究[J]. 海峡药学, 2017, 29(1): 34-36.
- [16] 舒晓宏, 冯梅, 陈华, 张宝, 邓州. 槐花米中芦丁提取最佳 pH 值的实验研究[J]. 大连医科大学学报, 2005, 27(2): 91-92.
- [17] 梁敏, 闭献树, 黄璠, 潘英明, 赵国友. 槐花米中提取芦丁的微型实验探讨[J]. 内蒙古民族大学学报(自然科学版), 2004, 19(3): 283-284.

期刊投稿者将享受如下服务:

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: ces@hanspub.org