



浙江大学“探究性化学实验”

药物有效成分提取

研
究
报
告

参加学生：

指导教师：蓝国纯

浙 江 大 学 化 学 系
浙江大学化学实验教学中心

2025 年 12 月

药物有效成分提取

摘要：本实验选取加合百服宁作为研究药物，熟悉并掌握柱色谱和薄层色谱的操作和运用，实现药物中有效成分的分离提取。加合百服宁中不同成分结构不同，吸附剂对主要成分对乙酰氨基酚和咖啡因的吸附能力不同，在淋洗剂作用下，它们发生解析的速度不同。因此可以通过柱色谱的吸附剂对不同成分的吸附力差异，结合干法或湿法装柱、上样、洗脱等步骤实现主要成分的分离。这为药物中有效成分的提取、鉴定提供了有效的实践操作和理论支撑。

关键词：加合百服宁，柱色谱，分离，薄层色谱

一、引言

1. 色谱法

色谱法是利用混合物中各组分与流动相、固定相之间相互作用力的差异来实现分离、提纯与鉴定的重要方法，其核心是样品组分在两相间反复进行吸附、解吸或分配过程，原本微小的作用差异会被多次叠加放大，最终形成差速迁移，让不同组分逐步分离开来。其运用广泛，可以实现天然产物、中草药有效成分、生物代谢产物和无机元素等的分离和分析。

1.1 柱色谱

柱色谱是色谱法中的一种常用形式，也是分离混合物、提纯少量有机化合物的有效方法。其操作是将固定相装填在色谱柱中，将待分离的样品加在柱顶后，用流动相从柱顶进行淋洗。其主要流程分为：装柱、上样、洗脱、收集。

1.2 薄层色谱

薄层色谱是一种微量、简单、快速的色谱法。先将固定相涂布成薄层板，样品点在板一端；用流动相在层析缸中展开，组分随展开剂迁移。因与两相作用差异，不同组分迁移距离不同，最终在板上形成不同斑点。其兼备柱色谱和纸色谱的优点，可用于样品的分离与精制、反应的跟踪等。本实验以乙酸乙酯为展开剂来对实验过程中的洗脱液展开，再在紫外下观察成分。

2. 加合百服宁

加合百服宁（Bufferin Plus）薄膜衣片剂中每片含对乙酰氨基酚、咖啡因，对乙酰氨基酚通过提高痛阈而产生镇痛作用，通过对下丘脑体温调节中枢而产生解

热作用，与咖啡因配伍可增强镇痛作用。用于减轻或消除中等程度的各种疼痛以及因感冒等引起的发热症状，是常见的感冒药物。

二、实验部分

1. 试剂与仪器

1.1 试剂

市售加合百服宁，硅胶 GF254，二氯甲烷，乙醇，石油醚(60~90℃)，乙酸乙酯，棉花，2% 对乙酰氨基酚的乙醇:二氯甲烷=1:2 混合溶液，2% 咖啡因的乙醇:二氯甲烷=1:2 混合溶液。

加合百服宁：薄膜衣片剂中每片含对乙酰氨基酚（扑热息痛）500 mg、咖啡因 65 mg。

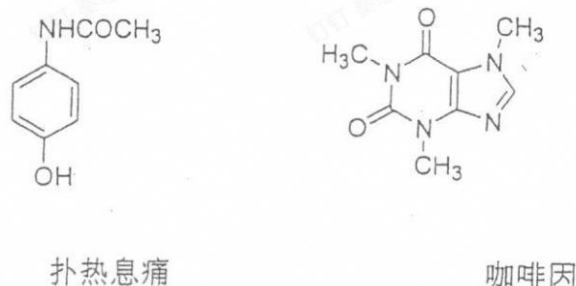


图 1 两个主要成分结构图

1.2 主要物理常数

表 1 主要物质的物理常数

名称	分子量	性状	熔点/℃	沸点/℃	密度	溶解度
对乙酰氨基酚	151.16	白色晶体	168~172	273.17	1.293	难溶于水、溶于乙醇、丙酮
咖啡因	194.19	白色针状晶体	234~239	178	1.23	微溶于水、可溶于乙醇、丙酮
乙酸乙酯	88.11	无色水果香味液体	-83.5	77.1	0.9003	微溶于水、溶于乙醇、醚

注：在液相色谱乙酸乙酯洗脱时，对乙酰氨基酚先于咖啡因被洗脱出来。

1.3 仪器

研钵，滴管，薄层板，毛细管，小漏斗，广口瓶，层析缸，色谱柱，试管，

旋转蒸发仪，三用紫外分析仪

主要装置图：

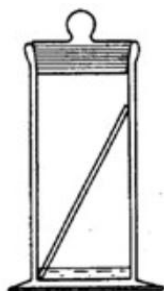


图 2 薄层色谱装置图



图 3 柱色谱装置图

2.实验步骤

2.1 样品液制备

取一颗市售加合百服宁片剂，研成粉状，加 30mL 乙醇:二氯甲烷=1:2 混合溶剂，搅拌，10 分钟后过滤，旋转蒸发浓缩至 1~2mL，最后向其中补加 4mL 乙醇:二氯甲烷=1:2 混合溶剂。

2.2 点样

取一块薄层板，在距一端 1cm 处用铅笔轻轻画一条横线为起始线。用毛细管在同一薄层板上分别点药品提取液、2%对乙酰氨基酚的乙醇:二氯甲烷=1:2 混合溶液、2% 咖啡因的乙醇:二氯甲烷=1:2 混合溶液。

2.3 展开

用乙酸乙酯为展开剂。待样点干燥后，小心地将薄层板放入已加入展开剂的 125 mL 广口瓶中进行展开，盖好瓶盖，观察展开剂前沿上升至离板的上端约 1cm 取出。

2.4 显色

待溶剂挥发干后,将薄层板放在紫外灯下观察,可清晰地看到两个粉红色斑点并与标准样品点比较。

2.5 柱色谱分离

2.5.1 干法装柱

层析柱内倒入乙酸乙酯至柱的 1/2 高度，打开活塞，控制流速为每秒 1 滴。

将吸附剂由漏斗直接加入盛有乙酸乙酯的层析柱中，并用胶棒轻敲柱身下部，使填充紧密。装柱至合适高度时，再在吸附剂的上面加一层石英砂，装柱时液面始终不低于吸附剂表面。

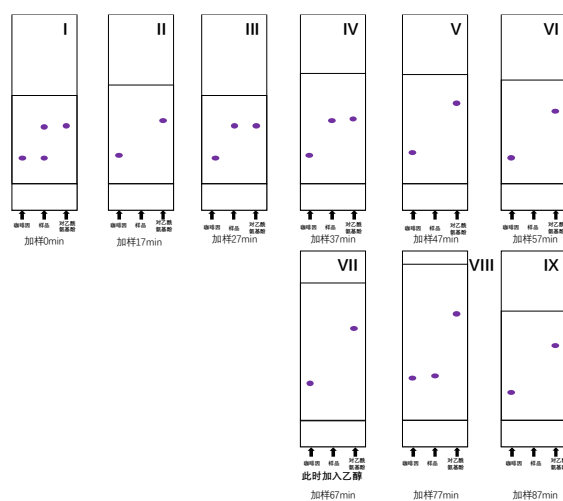
2.5.2 上样

当乙酸乙酯液面刚好流至与石英砂平面时，立即关闭活塞，向柱内滴加入上述浓缩后的提取液，打开活塞，待液面降至石英砂层时用少量乙酸乙酯洗下附在管壁的提取液，然后约 15 mL 乙酸乙酯小心淋洗。

2.5.3 洗脱和收集不同组分

等样品进入柱体后，用乙酸乙酯作为洗脱剂洗脱，用试管收集，每一试管收集约 10mL 淋洗液，用 TLC 检测(乙酸乙酯作为展开剂，紫外灯显色)至对乙酰氨基酚洗脱后改用乙醇淋洗，直至咖啡因都被洗脱下来。合并相同组分的溶液，旋转蒸发浓缩后可分别得到纯的对乙酰氨基酚和咖啡因。称量，并计算对乙酰氨基酚和咖啡的提取率。

3.实验现象



点样板编号	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX
时间 (min)	0	17	27	37	47	57	67	77	87
a_1 (cm)	1.0	1.2	1.0	1.2	1.2	1.0	1.5	1.6	1.1
a_{2-1} (cm)	1.0	无	无	无	无	无	无	1.7	无
a_{2-2} (cm)	2.2	无	2.3	2.6	无	无	无	无	无
a_3 (cm)	2.3	2.6	2.3	2.7	3.1	2.8	3.6	4.1	2.9
b (cm)	3.4	3.8	3.4	4.25	4.2	4.0	5.3	6.0	4.2

三、实验结果和分析

1.加合百服宁柱色谱分离物质量

	对乙酰氨基酚				咖啡因			
理论值(mg)	250				32.5			
实际值(mg)	140	240	170	200	40	40	50	40
平均值(mg)	188±21				42.5±2.5			
收率	75.2%				130.8%			
Rf 值	0.64				0.28			

2, 实验分析

对乙酰氨基酚的产率属于正常范围,而咖啡因的产率超过了理论含量,推测可能是由于没有完全蒸干,而且过少的质量测量误差会比较大,4也可能是上节课提取咖啡因的残留,使得这次测量的咖啡因含量过高。

四、结论

本次实验通过柱层析分析,对药物加合百服宁的主要成分进行了初步的分离,经洗脱先后得到了成分对乙酰氨基酚和咖啡因。

对乙酰氨基酚的含量约在 376mg/片,小组四个成员得到的数据相差较大;咖啡因的含量约在 85mg/片,小组成员差异较小。

总体来说,对乙酰氨基酚收率较为理想,产品的 Rf 值也与标准样较为相近。不足之处是咖啡因纯度可能不高,其提取粗品收率超过百分百。

参考文献

[1] 赵华绒,吴百乐,曾秀琼,等."镇痛药加合百服宁有效成分色谱分离"的理论探索——计算化学在基础有机化学实验中的应用[C]//全国高等学校教学研究会;全国高等学校教学研究中心.全国高等学校教学研究会;全国高等学校教学研究中心, 2010.