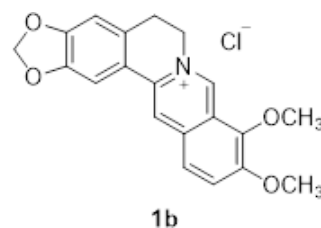
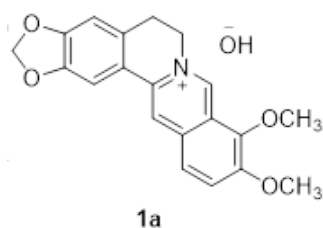
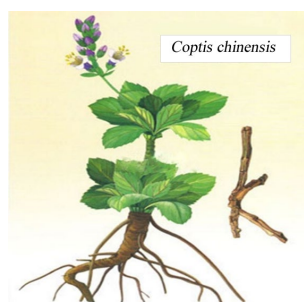


実験課題 P1. ベルベリンの抽出と構造解析

ベルベリン **1** (訳注: 黄蘗の主成分) は、*Coptis chinensis* (訳注: 中国原産のオウレン属の植物) などの植物から得られる第 4 級アンモニウム塩の形をしたプロトベルベリン型アルカロイドである。**1a** は水酸化物である。ベルベリンは中国では古くから大衆薬 (家庭薬) として使用されていて、抗菌活性、抗原虫活性、下痢止め、強心作用など、さまざまな生物活性・薬理活性がある。ベルベリン塩化物 **1b** は黄色で、冷水には溶けないがエタノールや沸騰水に溶ける。(訳注: **1a** を塩酸で中和すると **1b** が得られることから原文では塩酸塩となっている。)



この問題では、*Coptis chinensis* の根を粉末にしたものからソックスレー抽出器を用いてベルベリン **1a** を抽出し、塩化物 (**1b**) に変換する。プロトン核磁気共鳴法 ($^1\text{H NMR}$) により **1b** の構造を解析する。

試薬

化学式	名称	状態	GHS 危険有害性情報
$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	無水エタノール	液体	H225, H316, H319
$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$	アセトン	液体	H225, H316, H319, H336
HCl	塩酸 (1 mol L^{-1})	水溶液	H290, H314, H318
$\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$	酢酸 (1%)	水溶液	H315, H319
H_2O	蒸留水	液体	危険性なし

器具・装置

保護メガネ	1 個
丸底フラスコ (50 mL)	4 個
冷却管	2 本
スパチュラ	3 本
天秤 (0.01 g の精度)	1 台
マグネチックスターラーと回転子	1 つずつ
パスツールピペット	4 本
ロート (小)	1 個
吸引ビン	1 個
アスピレーター	1 個
スタンド	1 本
ビーカー (100 mL)	2 個
三角フラスコ (100 mL)	2 個
ガラス棒	1 本
ロータリーエバポレーター	1 台
ソックスレー抽出器	1 個
スポイト	1 本
ハサミ	1 個
メスシリンダー (25 mL)	1 個
NMR チューブ (試料管)	1 本
時計皿	1 枚
氷浴	1 個
赤外線ランプ (800 W)	1 台
NMR 分光計	1 台

その他の消耗品

薬包紙

ろ紙

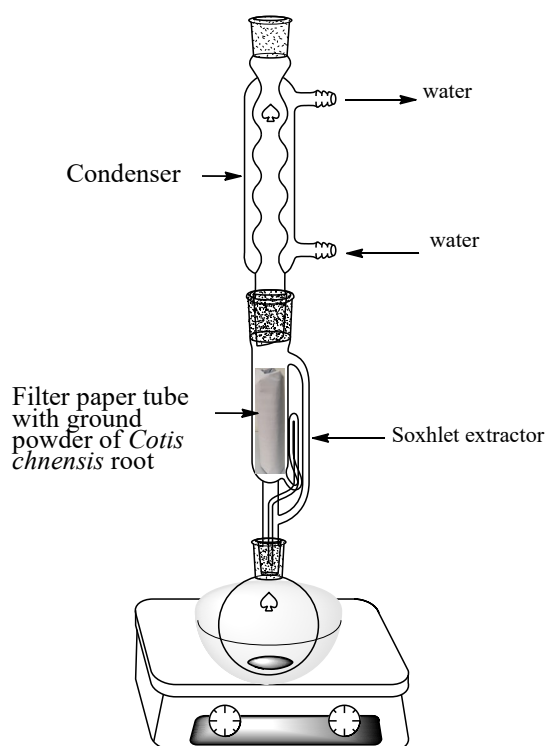
脱脂綿

Coptis chinensis の根 (代わりにメギ科、ケマンソウ科、ケシ科の植物を用いても良い)

(訳注：いずれもベルベリン **1a** を含むキンポウゲ目の植物である)

実験手順

1. 下図のように、ソックスレー抽出器と冷却管を取り付けた丸底フラスコ (50 mL) に 20 mL のエタノールを入れる。(訳注：エタノールは冷却管の上部から入れるのではなく、丸底フラスコに直接入れる)



Condenser: 冷却管、warer: 冷却水、Soxhlet extractor: ソックスレー抽出器 (円筒ろ紙の中に *Coptis chinensis* の根を粉碎した粉末を入れる)

2. ソックスレー抽出器の中の円筒ろ紙にすりつぶした *Coptis chinensis* の根の粉末 2 g を入れる。攪拌しながら水浴加熱で還流し、1 時間連続抽出する。
3. ソックスレー抽出器から丸底フラスコに溶液が完全に出たところで、直ちに加熱を

止める。

- 丸底フラスコを冷却した後、ロータリーエバポレーターで丸底フラスコ内のエタノールを可能な限り留去する。
- 丸底フラスコに 6 mL の酢酸水溶液 (1%) を加え、加熱して残渣を溶解する。
- 溶液を熱いうちにろ過して不溶物を取り除く。
- 塩酸 (1 mol L^{-1}) を、ろ液が濁るまで滴下する。
- ろ液を氷浴で冷却すると黄色の針状結晶が析出する。
- 結晶を吸引ろ取し、蒸留水で 2 回 (2 mL×2) とアセトンで 1 回 (2 mL) 洗浄する。
- 結晶を時計皿に移し、赤外線ランプ下で 15 分間乾燥させ、生成物 **1b** を秤量する。

問題

- 収率を求めよ。
- 測定してもらった $^1\text{H NMR}$ スペクトルを解析せよ。