



全国中医药行业高等教育“**十三五**”规划教材 配套用书  
全国高等中医药院校规划教材（第十版）

# 中药分析实验

— 供中药学、中药制药、中药资源与开发等专业用 —

**主 编** 王淑美 彭红

全国百佳图书出版单位  
中国中医药出版社

全国中医药行业高等教育“十三五”规划教材  
全国高等中医药院校规划教材（第十版）<sup>配套用书</sup>

# 中药分析实验

（供中药学、中药制药、中药资源与开发等专业用）

主 编 王淑美（广东药科大学）

彭 红（江西中医药大学）

副主编 （以姓氏笔画为序）

千国平（湖北中医药大学）

冯素香（河南中医药大学）

张淑蓉（山西中医药大学）

陈 丹（福建中医药大学）

贺吉香（山东中医药大学）

中国中医药出版社

· 北 京 ·

图书在版编目 ( CIP ) 数据

中药分析实验 / 王淑美, 彭红主编. —北京: 中国  
中医药出版社, 2017.9

全国中医药行业高等教育“十三五”规划教材配套用书

ISBN 978 - 7 - 5132 - 4353 - 7

I . ①中… II . ①王… ②彭… III . ①中药材—药物  
分析—实验—中医学院—教材 IV . ① R284.1-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2017) 第 173575 号

---

中国中医药出版社出版

北京市朝阳区北三环东路 28 号易亨大厦 16 层

邮政编码 100013

传真 010-64405750

廊坊市三友印务装订有限公司印刷

各地新华书店经销

开本 787×1092 1/16 印张 5.25 字数 115 千字

2017 年 9 月第 1 版 2017 年 9 月第 1 次印刷

书号 ISBN 978 - 7 - 5132 - 4353 - 7

定价 18.00 元

网址 [www.cptcm.com](http://www.cptcm.com)

社长热线 010-64405720

购书热线 010-89535836

维权打假 010-64405753

微信服务号 [zgzyycbs](https://weixin.qq.com/s/zgzyycbs)

微商城网址 <https://kdt.im/LIdUGr>

官方微博 <http://e.weibo.com/cptcm>

天猫旗舰店网址 <https://zgzyycbs.tmall.com>

如有印装质量问题请与本社出版部联系 (010-64405510)

版权专有 侵权必究

全国中医药行业高等教育“十三五”规划教材  
全国高等中医药院校规划教材（第十版）  
配套用书

《中药分析实验》编委会

- 主 编 王淑美（广东药科大学）  
彭 红（江西中医药大学）
- 副主编 （以姓氏笔画为序）  
千国平（湖北中医药大学）  
冯素香（河南中医药大学）  
张淑蓉（山西中医药大学）  
陈 丹（福建中医药大学）  
贺吉香（山东中医药大学）
- 编 委 （以姓氏笔画为序）  
王小平（陕西中医药大学）  
牛丽颖（河北中医学院）  
尹 华（浙江中医药大学）  
平欲晖（江西中医药大学）  
田树革（新疆医科大学）  
刘 斌（北京中医药大学）  
刘晓秋（沈阳药科大学）  
邹海艳（首都医科大学）  
沈 岚（上海中医药大学）  
张 玲（安徽中医药大学）  
张 梅（成都中医药大学）  
张振秋（辽宁中医药大学）  
邵 晶（甘肃中医药大学）  
单鸣秋（南京中医药大学）  
赵碧清（湖南中医药大学）  
俞 捷（云南中医学院）  
崔红花（广东药科大学）  
梁 洁（广西中医药大学）  
董 辉（黑龙江中医药大学）  
魏凤环（南方医科大学）

## 编写说明

中药分析是研究中药质量评价与控制的一门学科，实验课程是中药分析教学不可缺少的重要组成部分。本教材根据中药分析教学大纲的基本要求和课程特点编写，包括中药分析实验基础知识、基本实验、设计性及综合性实验，通过实验课程的学习，使学生掌握中药分析基本技能，加强基本操作的训练，培养学生勤于思考、独立分析及解决实际问题的能力，从而使学生具备良好的专业素养和实事求是的科学作风。

本教材可供中医药院校中药类各专业学生使用，也可供药厂等从事中药质量控制工作的人员参考使用。

由于编者专业水平、能力和经验所限，教材中若有错误或疏漏之处，敬请师生提出宝贵意见，以便再版时修订提高。

《中药分析实验》编委会

2017年5月

## 目 录

## 基础知识

- 一、实验基本要求 ..... 1
- 二、实验室安全知识 ..... 1
- 三、中药分析实验的一般知识 ..... 2
- 四、实验数据的记录和实验报告 ..... 5

## 基本实验

- 实验一 中药制剂的显微鉴别 ..... 7
- 实验二 中药制剂的理化鉴别 ..... 8
- 实验三 薄层色谱法鉴别更年安片 ..... 10
- 实验四 薄层色谱法鉴别牛黄解毒片 ..... 12
- 实验五 薄层色谱法鉴别三黄片 ..... 13
- 实验六 薄层色谱法鉴别香连丸中的木香 ..... 15
- 实验七 薄层法鉴别逍遥丸中的当归 ..... 16
- 实验八 薄层及薄膜色谱法鉴别双黄连片 ..... 17
- 实验九 矿物药石膏与玄明粉的重金属检查 ..... 18
- 实验十 黄连上清丸的重金属检查 ..... 19
- 实验十一 牛黄解毒片的砷盐限量检查(古蔡氏法) ..... 20
- 实验十二 冰片的砷盐限量检查(古蔡氏法) ..... 22
- 实验十三 克痢痧胶囊的砷盐限量检查 ..... 23
- 实验十四 甲苯法测定中药制剂的水分含量 ..... 24
- 实验十五 中药制剂中乌头碱限量检查 ..... 25
- 实验十六 夜宁糖浆的相对密度测定 ..... 26
- 实验十七 分光光度法测定夏枯草口服液中总黄酮的含量 ..... 27
- 实验十八 分光光度法测定垂盆草颗粒中总黄酮的含量 ..... 28
- 实验十九 万氏牛黄清心丸中硫化汞的含量测定 ..... 30
- 实验二十 酸性染料比色法测定华山参片总生物碱的含量 ..... 31
- 实验二十一 柱色谱-紫外分光光度法测定万氏牛黄清心丸中总生物碱的含量 ..... 32
- 实验二十二 产复康颗粒中水苏碱的含量测定 ..... 33

- 实验二十三 槐花中总黄酮的含量测定 .....34
- 实验二十四 清开灵注射液中总胆酸及栀子苷的含量测定...37
- 实验二十五 薄层扫描法测定香连片中盐酸小檗碱的含量...39
- 实验二十六 气相色谱法鉴别伤湿止痛膏 .....40
- 实验二十七 气相色谱法测定复方丹参片中冰片的含量.....41
- 实验二十八 气相色谱法测定疏痛安涂膜剂中薄荷脑的含量 .....42
- 实验二十九 气相色谱法测定十滴水樟脑和桉油精的含量 .....43
- 实验三十 气相色谱法测定藿香正气水中的乙醇含量.....44
- 实验三十一 高效液相法鉴别孕康口服液 .....46
- 实验三十二 高效液相色谱法测定牛黄解毒片中黄芩苷的含量 .....47
- 实验三十三 高效液相色谱法测定三黄片中大黄素和大黄酚的含量 .....48

- 实验三十四 高效液相色谱法测定六味地黄丸中丹皮酚的含量 .....49
- 实验三十五 高效液相色谱法测定葛根苓连片中葛根素的含量 .....51
- 实验三十六 百令胶囊的高效液相色谱法特征图谱鉴别 .....52
- 实验三十七 原子吸收分光光度法测定龙牡壮骨颗粒剂中钙的含量 .....53
- 实验三十八 高效液相色谱法测定血清中茶碱浓度 .....55

## 设计性及综合性实验

- 实验三十九 一清颗粒质量分析.....58
- 实验四十 六味地黄片的质量分析 .....59
- 实验四十一 牛黄解毒片的质量标准研究 .....62
- 实验四十二 葛根苓连丸的质量标准研究 .....67
- 实验四十三 保肝胶囊含量测定方法设计 .....69

# 基础知识

## 一、实验基本要求

中药分析实验教学是实践中药分析理论知识的过程，也是培养规范操作的教学过程，是中药分析教学的重要组成部分。为了提高中药分析实验教学质量，学生应达到以下基本要求。

1. 实验前认真阅读实验教材，了解实验目的、内容及步骤，查阅相关文献，理解实验原理，撰写实验预习报告。
2. 穿好工作服，准时到达实验室，严格遵守实验室各项规章制度，在老师的指导下，按要求完成实验。
3. 进入实验室，必须带好原始实验记录本，做好记录，不得涂改编造原始记录。
4. 实验前按要求清点所需药品及试剂，防止药品、试剂取用时交叉污染。实验时要严肃认真，规范操作，胆大心细。
5. 在操作各种精密仪器前先进行使用登记，按仪器操作规程操作使用，使用完毕按要求进行仪器状态登记。
6. 实验结束后，将实验结果或数据交给指导教师审核，审核后清洗、整理好所有实验器材、用品，清理实验台面。
7. 认真整理数据，并根据所得数据进行分析，按时、认真、独立完成实验报告。

## 二、实验室安全知识

在药品分析工作中常接触到腐蚀性、毒性或者易燃烧、易爆炸的化学药品，以及各种电气设备，如使用不慎易发生危险。为了避免事故的发生，实验人员应对各种药品和仪器的性能充分了解，并且熟悉一般的安全知识。

1. 易燃烧物质不宜大量存放于实验室中，应贮存在密闭容器内，并放于阴凉处。
2. 加热低沸点或中沸点的易燃液体，如乙醚、二硫化碳、丙酮、苯、酒精等最好用水蒸气或水浴加热，并时时检查，不得离开操作岗位。不能用直火或油浴加热，因为它们的蒸气极易起火。
3. 在工作中使用或倾倒易燃物质时，注意要远离灯火。
4. 身上或手上沾有易燃物质时，应立即清洗干净，不得靠近火源，以免起火。
5. 易燃废液应设置专用贮器收集，不得倒入下水道，以免引起燃爆事故。
6. 一些易燃固体（如磷、钠等）应贮存于煤油中。



7. 乙醚在室温时的蒸气压很高, 与空气或氧气混合能产生爆炸性极强的过氧化物, 在蒸馏乙醚时应特别小心。

8. 无水高氯酸与还原剂和有机化合物(如纸、炭、木屑等)接触能引起爆炸, 无水高氯酸且能自发爆炸, 60% ~ 70% 的高氯酸水溶液没有危险。

9. 硫酸、盐酸、硝酸、冰醋酸、氢氟酸等酸类物质皆有很强的腐蚀性, 能烫伤皮肤产生剧烈疼痛, 甚至发炎腐烂。应特别注意勿使酸溅入眼中, 严重的能致盲。酸也能损坏衣物。盐酸、硝酸、氢氟酸的蒸气对呼吸道黏膜及眼睛有强烈的刺激作用, 使发炎溃疡, 因此倾倒上述酸类时应在通风橱中进行, 或戴上经水或苏打溶液浸湿的口罩及防护眼镜。稀释硫酸时, 应谨慎地将浓硫酸渐渐倾注水中, 切不可把水倾注浓酸中。被酸烫伤时可用大量水冲洗, 然后用 20% 苏打溶液洗拭。被氢氟酸烫伤时, 先用大量冷水冲洗, 后用 5% 苏打溶液擦拭, 再以含甘油与氧化镁糊(2:1)的湿纱布包扎。

10. 氢氧化钾、氢氧化钠等碱类物质, 均能腐蚀皮肤及衣服, 浓氨水的蒸气能严重刺激黏膜及伤害眼睛, 使患各种眼疾。被碱类烫伤时, 应立即用大量水冲, 然后用 2% 硼酸或醋酸溶液冲洗。

11. 苯、汞、乙醚、氯仿、二硫化碳等试剂应贮存在密闭容器中, 放于低温处, 长期吸入其蒸气会引起慢性中毒。硫化氢气体具有恶臭及毒性, 应在通风橱中使用。

12. 定期检查电线、电器设备及其接头有无损坏, 绝缘是否良好。

13. 实验室的电器设备应装有地线和保险开关, 并选用三眼插座。

14. 使用电气设备时, 应先了解使用方法, 不可盲目地接入电源。

15. 对电气知识不熟悉者, 切不可冒然修理、安装电气设备。

### 三、中药分析实验的一般知识

1. 中药分析中规定的各种纯度和限度数值以及样品的重(装)量差异包括上限、下限及中间数值。规定的这些数值不论是百分数还是绝对数字, 其最后一位数字都是有效位。

实验结果在运算过程中, 可比规定的有效数字多保留一位, 而后根据有效数字修约规则进舍至规定有效位。计算所得的最后数值或测定读数值均可按修约规则进舍至规定有效位, 取此数值与标准中规定的限度数值比较, 以判断是否符合规定限度。

2. 标准品、对照品系指用于鉴别、检查、含量测定的标准物质。标准品与对照品(不包括色谱用的内标物质)均由国家药品监督管理部门指定的单位制备、标定和供应。标准品系指用于生物检定、抗生素或生化药品中含量或效价测定的标准物质, 按效价单位(或  $\mu\text{g}$ )计, 以国际标准品进行标定; 对照品除另有规定外, 均按干燥品(或无水物)进行计算后使用。

3. 计算分子量、换算因子等使用的原子量均使用最新国际原子量表推荐的原

子量。

4. 实验用的试药,除另有规定外,均应根据《中国药典》现行版附录试药项下的规定,选用符合国家标准或国务院有关行政主管部门规定的试剂标准。试液、缓冲液、指示剂与滴定液等均应符合《中国药典》现行版附录的规定或按照附录的规定制备。

5. 实验用水,除另有规定外,均指纯化水。酸碱度检查所用的水均指新沸并放冷至室温的水。

6. 酸碱性试验时,如未指明用何种指示剂,均指石蕊试纸。

7. 《中国药典》现行版规定取样量的准确度和试验精确度:

(1) 实验中供试品与试药等“称重”或“量取”的量均以阿拉伯数码表示,其精确度可根据数值的有效数位来确定,如称取“0.1g”,系指称取重量可为0.06~0.14g;称取“2g”,系指称取重量可为1.5~2.5g;称取“2.0g”,系指称取重量可为1.95~2.05g;称取“2.00g”,系指称取重量可为1.995~2.005g。

“精密称定”系指称取重量应准确至所取重量的千分之一;“称定”系指称取重量应准确至所取重量的百分之一;“精密量取”系指量取体积的精确度应符合国家标准中对该体积移液管精确度的要求;“量取”系指可用量筒或按照量取体积的有效数位选用量具。取用量为“约”若干时,系指取用量不得超过规定量的±10%。

(2) 恒重,除另有规定外,系指供试品连续两次干燥或炽灼后的重量差异在0.3mg以下的重量;干燥至恒重的第二次及以后各次称重均应在规定条件下继续干燥1小时后进行;炽灼至恒重的第二次称重应在继续炽灼30分钟后进行。

(3) 实验中规定“按干燥品(或无水物,或无溶剂)计算”时,除另有规定外,应取未经干燥(或未去水、或未去溶剂)的供试品进行试验,并将计算中的取用量按检查项下测得的干燥失重(或水分、或溶剂)扣除。

(4) 实验中的“空白试验”,系指在不加供试品或以等量溶剂替代供试液的情况下,按同法操作所得结果;含量测定中的“并将滴定结果用空白试验校正”,系指按供试品所耗滴定液的量(mL)与空白试验中所耗滴定液量(mL)之差进行计算。

(5) 实验时的温度,未注明者,系指在室温下进行;温度高低对实验结果有显著影响者,除另有规定外,应以(25±2)℃为准。

8. 《中国药典》现行版采用的计量单位:

(1) 《中国药典》现行版使用的滴定液和试液的浓度,以mol/L(摩尔/升)表示者,其浓度要求精密标定的滴定液用“XXX滴定液(YYYmol/L)”表示;作其他用途不需精密标定其浓度时,用“YYYmol/L XXX溶液”表示,以示区别。

(2) 温度以摄氏度(℃)表示,见表1。

表1 温度术语

术语	温度
水浴温度	除另有规定外, 均指 98 ~ 100℃
热水	70 ~ 80℃
微温或温水	40 ~ 50℃
室温	10 ~ 30℃
冷水	2 ~ 10℃
冰浴	0℃
放冷	放冷至室温

(3) 百分比用“%”符号表示, 系指重量的比例; 但溶液的百分比, 除另有规定外, 系指溶液 100mL 中含有溶质若干克; 乙醇的百分比系指在 20℃时容量的比例。此外, 根据需要可采用下列符号:

- % (g/g)                      表示溶液 100g 中含有溶质若干克;
- % (mL/mL)                表示溶液 100mL 中含有溶质若干毫升;
- % (mL/g)                    表示溶液 100g 中含有溶质若干毫升;
- % (g/mL)                    表示溶液 100mL 中含有溶质若干克。

(4) 液体的滴, 系指在 20℃时, 以 1.0mL 水为 20 滴进行换算。

(5) 溶液后记示“(1 → 10)”等符号, 系指固体溶质 1.0g 或液体溶质 1.0mL 加溶剂使成 10mL 的溶液; 未指明用何种溶剂时, 均系指水溶液; 两种或两种以上液体的混合物, 名称间用半横线“-”隔开, 其后括号内所示的“:”符号, 系指各液体混合时的体积(重量)比例。

(6) 乙醇未指明浓度时, 均系指 95% (mL/mL) 的乙醇。

9. 性状项下记载药品的外观、臭、味, 溶解度以及物理常数等:

(1) 外观性状是对药品的色泽和外表感观的规定。遇严格控制药品的晶型、细度或溶液的颜色时, 应在检查项下另作具体规定。

(2) 溶解度是药品的一种物理性质。各正文品种项下选用的部分溶剂及其在该溶剂中的溶解性能, 可供精制或制备溶液时参考; 对在特定溶剂中的溶解性能需作质量控制时, 应在该品种检查项下另作具体规定。药品的近似溶解度以下列名词表示:

- 极易溶解                  系指溶质 1g (mL) 能在溶剂不到 1mL 中溶解;
- 易溶                        系指溶质 1g (mL) 能在溶剂 1 ~ 不到 10mL 中溶解;
- 溶解                        系指溶质 1g (mL) 能在溶剂 10 ~ 不到 30mL 中溶解;
- 略溶                        系指溶质 1g (mL) 能在溶剂 30 ~ 不到 100mL 中溶解;
- 微溶                        系指溶质 1g (mL) 能在溶剂 100 ~ 不到 1000mL 中溶解;

极微溶解 系指溶质 1g (mL) 能在溶剂 1000 ~ 不到 10000mL 中溶解；

几乎不溶或不溶 系指溶质 1g (mL) 在溶剂 10000mL 中不能完全溶解。

实验法：除另有规定外，称取研成细粉的供试品或量取液体供试品，置于  $(25 \pm 2)^\circ\text{C}$  一定容量的溶剂中，每隔 5 分钟强力振摇 30 秒钟；观察 30 分钟内的溶解情况，如看不见溶质颗粒或液滴时，即视为完全溶解。

(3) 物理常数包括相对密度、馏程、熔点、凝点、比旋度、折光率、黏度、吸收系数、碘值、皂化值和酸值等；测定结果不仅对药品具有鉴别意义，也反映药品的纯度，是评价药品质量的主要指标之一。

10. 贮藏项下的规定，系对药品贮存与保管的基本要求，以下列名词表示：

遮光：系指用不透光的容器包装，例如棕色容器或黑纸包裹的无色透明、半透明容器。

密闭：系指将容器密闭，以防止尘土及异物进入。

密封：系指将容器密封以防止风化、吸潮、挥发或异物进入。

熔封或严封：系指将容器熔封或用适宜的材料严封，以防止空气与水分的侵入并防止污染。

阴凉处：系指不超过  $20^\circ\text{C}$  的地方。

凉暗处：系指避光并不超过  $20^\circ\text{C}$  的地方。

冷处：系指  $2 \sim 10^\circ\text{C}$  的地方。

常温：系指  $10 \sim 30^\circ\text{C}$ 。

## 四、实验数据的记录和实验报告

### 1. 实验数据的记录

学生实验时应准备专用的预习和记录本，不允许将数据随便记在小纸片上或其他处。

实验所得的各种测量数据及观察到的现象，应及时记录下来，有时还要用绘图、复印或彩照表示。记录数据要实事求是，不能拼凑数据。若发现数据读错、算错而需要改动时，可将该数据用一横线划去，并在其上方或旁边写上正确的数据，并在改错处签名。

记录内容一般包括供试药品名称、来源、批号、数量、规格、外观性状、包装情况、检验中观察到的现象、检验数据等。记录实验数据时，保留几位有效数字应和所用仪器的准确程度相适应。

### 2. 实验报告

中药分析实验报告一般包括以下内容：

- (1) 实验名称、实验日期。
- (2) 实验目的。
- (3) 实验原理。
- (4) 操作步骤。

(5) 实验数据的处理及结果。定性鉴别和检查实验要写明本次实验的结果如何,如定性鉴别要说明是否可检出被测成分、检查项目是否符合规定。

(6) 问题及讨论。应对实验中观察到的现象及实验结果进行分析和讨论,如果实验失败,要寻找失败原因,总结经验教训,以提高自己的基本操作技能。

# 基本实验

## 实验一 中药制剂的显微鉴别

### 一、目的要求

熟悉中药制剂的显微鉴别方法。

### 二、实验原理

通过显微镜观察中药制剂中保留的原药材组织、细胞或内含物等显微特征，从而鉴别制剂的处方组成。

### 三、仪器与试药

1. 显微镜、载玻片、盖玻片、酒精灯、乳钵、擦镜纸、小镊子、小刀。
2. 水合氯醛试液、甘油醋酸试液、稀甘油（AR）。
3. 牛黄解毒片、蛇胆川贝散、银翘解毒片、六味地黄丸（市售品）。

### 四、操作步骤

#### 1. 牛黄解毒片的显微鉴别

操作方法：取本品片芯，研成粉末，取少许，置载玻片上，滴加适量水合氯醛试液，透化后加稀甘油 1 滴，盖上盖玻片，用吸水纸吸干周围透出液，置显微镜下观察。

- （1）草酸钙簇晶大，直径  $60 \sim 140\mu\text{m}$ 。
- （2）不规则碎块金黄色或橙黄色，有光泽。

#### 2. 蛇胆川贝散的显微鉴别

操作方法：取本品粉末少许，置载玻片上，用甘油醋酸试液装片，置显微镜下观察淀粉粒广卵形或贝壳形，直径  $40 \sim 64\mu\text{m}$ ，脐点短缝状、人字状或马蹄状，层纹可见。

#### 3. 银翘解毒片的显微鉴别

操作方法：取本品粉末少许置载玻片上，用水合氯醛试液装片，透化后加稀甘油 1 滴，盖上盖玻片，置显微镜下观察。

- （1）花粉粒类球形，直径约  $76\mu\text{m}$ ，外壁有刺状雕纹，具 3 个萌发孔。
- （2）草酸钙簇晶成片，直径  $5 \sim 17\mu\text{m}$ ，存在于薄壁细胞中。

(3) 联结乳管直径  $14 \sim 25\mu\text{m}$ ，含淡黄色颗粒状物。

#### 4. 六味地黄丸的显微鉴别

操作方法：取本品适量，采取适当方法解离后，取少许，观察淀粉粒和不规则分枝状团块，用甘油醋酸试液装片，其他用水合氯醛试液透化后滴加适量稀甘油，置显微镜下观察。

(1) 淀粉粒三角状卵形或矩圆形，直径  $24 \sim 40\mu\text{m}$ ，脐点短缝状或人字状。

(2) 不规则分枝状团块无色，遇水合氯醛试液溶化，菌丝无色，直径  $4 \sim 6\mu\text{m}$ 。

(3) 薄壁组织灰棕色至黑棕色，细胞多皱缩，内含棕色核状物。

(4) 草酸钙簇晶存在于无色薄壁细胞中，有时数个排列成行。

(5) 果皮表皮细胞橙黄色，表面观类多角形，垂周壁连珠状增厚。

(6) 薄壁细胞类圆形，有椭圆形纹孔、集成纹孔群。

(7) 内皮层细胞垂周壁波状弯曲，较厚，木化，有稀疏细孔沟。

### 五、思考题

1. 试述观察到的显微特征，各代表何种中药材？
2. 通过对以上 4 种中成药的显微鉴别，请总结中成药显微鉴别的方法及注意事项。

## 实验二 中药制剂的理化鉴别

### 一、目的要求

1. 掌握中药制剂的理化鉴别方法。
2. 熟悉理化鉴别的原理。

### 二、仪器与试药

1. 离心机、水浴锅。
2. 烧杯、试管、漏斗、蒸馏装置、分液漏斗。
3. 盐酸、氢氧化钠、对二甲氨基苯甲醛、醋酸、磷酸、正丁醇、乙醇、乙醚、镁粉，均为分析纯。
4. 硫氰酸铵试液、亚铁氰化钾试液、氯化钙试液、草酸铵试液、亚硝酸钴钠试液、品红亚硫酸试液、氯化钡试液、碳酸钠试液、碘化铋钾试液、碘化汞钾试液。
5. 脑立清丸、安胃片、柴胡口服液、大山楂丸、川贝雪梨膏（市售品）。

### 三、实验内容

#### 1. 脑立清丸的理化鉴别

(1) 主要组成 磁石、赭石、珍珠母、清半夏、酒曲（炒）、牛膝、薄荷脑、冰片、猪胆汁（或猪胆粉）。

(2) 理化鉴别 取本品 0.6g, 研细, 置具塞离心管中, 加 6mol/L 盐酸 4mL, 振荡, 离心 (转速为每分钟 3000 转) 5 分钟, 取上清液 2 滴, 加硫氰酸铵试液 2 滴, 溶液即显血红色; 另取上清液 0.5mL, 加亚铁氰化钾试液 1 ~ 2 滴, 即生成蓝色沉淀; 再加 25% 氢氧化钠溶液 0.5 ~ 1mL, 沉淀变成棕色。

## 2. 安胃片的理化鉴别

(1) 主要组成 醋延胡索、桔矾、海螵蛸 (去壳)。

(2) 理化鉴别

①取本品 2 片, 研细, 置试管中, 煮沸, 放出二氧化碳气体, 二氧化碳气体遇氧化钙试液即生成白色沉淀。将试管中的酸性液体滤过, 取滤液 3mL, 加氨试液使成微碱性, 即生成白色胶状沉淀, 滤过, 沉淀在盐酸、醋酸和过量的氢氧化钠试液中溶解; 滤液中加草酸铵试液 2 滴, 即生成白色沉淀, 该沉淀在盐酸中溶解, 在醋酸中不溶。

②取本品 2 片, 研细, 置小烧杯中, 加水 10mL, 充分搅拌滤过。取滤液 2mL, 加氯化钡试液 2 滴, 即生成白色沉淀, 该沉淀在盐酸和硝酸中均不溶解; 另取滤液 2mL, 加亚硝酸钴钠试液 2 滴, 即生成黄色沉淀。

## 3. 柴胡口服液的理化鉴别

(1) 主要组成 柴胡。

(2) 理化鉴别

①取本品 10mL, 置 250mL 烧瓶中, 加水 50mL, 加热蒸馏, 收集蒸馏液 10mL, 取 2mL, 加入品红亚硫酸试液 2 滴, 摇匀放置 5 分钟, 溶液显玫瑰红色。

②取本品 5mL, 置水浴上蒸干, 残渣加甲醇 10mL 使溶解, 取上清液 0.5mL, 加对二甲氨基苯甲醛甲醇溶液 (1 → 30) 0.5mL, 混匀, 加磷酸 2mL, 置热水浴中, 溶液显淡红紫色。

## 4. 大山楂丸的理化鉴别

(1) 主要组成 山楂、六神曲 (麦麸)、炒麦芽。

(2) 理化鉴别 取本品 9g, 剪碎, 加乙醇 40mL, 加热回流 10 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 10mL, 加热使溶解, 用正丁醇 15mL 振摇提取, 分取正丁醇液, 蒸干, 残渣加甲醇 5mL 使溶解, 滤过。取滤液 1mL, 加少量镁粉与盐酸 2 ~ 3 滴, 加热 4 ~ 5 分钟后, 即显橙红色。

## 5. 川贝雪梨膏的理化鉴别

(1) 主要组成 梨清膏、川贝母、麦冬、百合、款冬花。

(2) 理化鉴别 取本品 20g, 加水 20mL 及碳酸钠试液 5mL, 搅匀, 用乙醚 20mL 振摇提取, 分取乙醚液, 挥干, 残渣加 1% 盐酸溶液 2mL 使溶解, 滤过, 滤液分置 2 支试管中, 一管中加碘化铋钾试液 1 ~ 2 滴, 生成红棕色沉淀; 另两管中加碘化汞钾试液 1 ~ 2 滴, 呈现白色浑浊。

## 四、思考题

1. 各理化鉴别的原理是什么?



2. 理化鉴别的专属性如何？

## 实验三 薄层色谱法鉴别更年安片

### 一、目的要求

1. 掌握薄层荧光法的原理及操作。
2. 掌握薄层色谱法在中药片剂鉴别中的应用。

### 二、实验原理

更年安片由地黄、泽泻、五味子、制何首乌等药味组成，可利用薄层色谱法对五味子和制何首乌进行鉴别。五味子的主要有效成分为木脂素类，五味子甲素为其主要有效成分之一，可吸收 UV 光，在硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上形成暗斑，用对照药材和对照品进行对照，可鉴别制剂中的五味子。制何首乌中主要成分有蒽醌类，如大黄素和大黄素甲醚等，在可见光下呈黄色，氨蒸气熏蒸后斑点呈红色，紫外光（254nm 或 365nm）照射下产生荧光，在可见光、紫外光或显色后检视其斑点，用对照药材和对照品进行对照，可鉴别制剂中的何首乌。

### 三、仪器与试药

1. 双槽层析缸、玻璃板 10cm×20cm、三用紫外线分析仪、分析天平（十万分之一）。
2. 硅胶 G、硅胶 GF<sub>254</sub>。
3. 五味子对照药材、何首乌对照药材（中国食品药品检定研究院）。
4. 五味子甲素、大黄素、大黄素甲醚对照品（中国食品药品检定研究院）。
5. 更年安片（市售）。
6. 其他试剂均为分析纯。

### 四、操作步骤

#### 1. 五味子的鉴别

（1）薄层板的制备 以 0.3% 的羧甲基纤维素钠为黏合剂制备硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板 10cm×20cm（实验前自制）。

（2）供试品溶液的制备 取更年安片 20 片，除去糖衣，研碎，加氯仿 30mL，置水浴上加热回流 90 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加氯仿 1mL 使溶解，作为供试品溶液。

（3）对照溶液的制备 取五味子对照药材 0.5g，同上法制成对照药材溶液。取五味子甲素对照品，加氯仿制成每 1mL 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。

（4）薄层层析 将薄层板的边缘修饰整齐，做好标记。用毛细管吸取上述三种溶液