



医药职业教育药学类专业特色实训教材

天然药物化学实训

(供药学、药物制剂、中药制药等专业用)

● 主编 李萍 闫志慧

中国医药科技出版社

天然药物化学实训

(供药学、药物制剂、中药制药等专业用)

主编 李 萍 闫志慧

中国医药科技出版社

内 容 提 要

本书主要介绍了天然药物化学实训的相关内容,编写突出了天然药物化学理论知识的应用与动手能力的培养,通过试验,训练学生的基本操作技能,培养学生分析问题和解决问题的能力,使学生获得从事天然药物化学科研工作的基本训练。

本书可供医药类高职高专层次药学、药物制剂、中药制药等专业使用,也可作为相关人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

天然药物化学实训/李萍,闫志慧主编. —北京:中国医药科技出版社,2013.9

ISBN 978-7-5067-6251-9

I. ①天… II. ①李… ②闫… III. ①生物药-药物化学-高等职业教育-教材
IV. ①R284

中国版本图书馆CIP数据核字(2013)第192243号

美术编辑 陈君杞

版式设计 郭小平

出版 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲22号

邮编 100082

电话 发行:010-62227427 邮购:010-62236938

网址 www.cmstp.com

规格 787×1092mm $\frac{1}{16}$

印张 5 $\frac{1}{4}$

字数 102千字

版次 2013年9月第1版

印次 2013年9月第1次印刷

印刷 三河市腾飞印务有限公司印刷

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978-7-5067-6251-9

定价 19.00元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

编委会

主 编 李 萍 闫志慧

副主编 朱仝飞 张荣发

主 审 李思平

编 者 (按姓氏笔画排序)

王玉霞 (重庆医药高等专科学校)

王仰东 (重庆医药高等专科学校)

闫志慧 (重庆医药高等专科学校)

朱仝飞 (重庆医药高等专科学校)

李 萍 (重庆医药高等专科学校)

李思平 (重庆华邦制药有限公司)

张荣发 (重庆医药高等专科学校)

胡娟娟 (重庆医药高等专科学校)

黄 霖 (重庆医药高等专科学校)

雷世庸 (重庆医药高等专科学校)

熊继尧 (重庆医药高等专科学校)

戴 宇 (重庆医药高等专科学校)

本书是由重庆医药高等专科学校组织编写的高职高专药品类专业特色实训教材,是根据高职高专药品类专业的培养目标及新时期对高等药学应用型人才的要求编写而成。在编写过程中,遵循高职高专“以就业为导向、能力为本位、学生为主体”的指导思想,注重培养学生的基本操作技能,以适应我国的高职高专教育改革和发展的需要。

天然药物化学实训是整个天然药物化学课的重要组成部分。在整个教学过程中,实训课占总学时数的 $1/2$ 。实训教学突出天然药物化学理论知识的应用与动手能力的培养,使学生对理性知识的理解更加深入,掌握得更加牢固。通过实验,训练学生的基本操作技能,培养学生分析问题和解决问题的能力,使学生获得从事天然药物化学科研工作的基本训练。

在实训中,重点是要加强对学生基本操作技能的训练。天然药物化学实训要求学生掌握常用的经典方法的原理及操作,其中包括液-固提取法(浸渍法、煎煮法、回流提取法等)、液-液萃取法、盐析法、重结晶法等;掌握纸色谱、薄层色谱等色谱法的原理和基本操作;要求学生掌握天然药物化学成分的定性鉴别反应。

本书适用于高职高专药品类专业如药学、药物制剂、中药制药等专业使用。

为了使本书体现高职高专药品类专业的实训特色,我们做了不懈的努力,但鉴于学术水平和编写能力有限,难免有不当和错漏之处,敬请读者予以指正。

编者

2013年5月

天然药物化学实训须知

在天然药物化学实训中，所用的药品多数是挥发性、易燃、有毒、有腐蚀性、刺激性、甚至爆炸性药品，试验操作又常在加温加压等情况下进行，需要各种热源、电器或其他仪器，操作不慎易造成火灾、爆炸、中毒、触电等事故。但只要加强爱护国家财产和保障人民民生安全的责任心，提高警惕，消除隐患，注意实训规则，事故是可以避免的。

一、实训规则

1. 实训前认真预习，明确实训目的，了解实训的方法、步骤和基本原理。
2. 实训过程中要正确操作，仔细观察，认真记录和深入思考。
3. 严格遵守实训室各项制度，注意安全，爱护仪器，节约药品，保持实训室的秩序。
4. 遵从教师指导。实训完毕，应把实训桌整理干净。根据实训记录，认真处理数据，分析问题，写出实训报告按时呈交指导老师。并需提交实训所得产品（标明产品名称、重量、实训组号及日期）。

二、实训室一般安全规则

1. 实训前应做好预习工作，熟悉每步具体操作中的安全注意事项。并须熟悉实训室及其周围的环境和水的开关、电闸及灭火器的位置。
2. 使用电器设备及各种分析仪器时，要弄清电路及操作规程，不要用湿的手、物接触电插销，谨防触电，水浴锅严禁干烧。实训后，应把连接电源的插销拨下。
3. 实训完毕后，应清点好仪器，检查水、电源、煤气是否关严。值日生和最后离开实训室的工作人员都应负责再检查一遍，并把水和煤气的总开关关闭，关闭电闸。

三、易燃、腐蚀性和有毒药品或溶剂的使用规则

1. 有机溶剂（如乙醚、乙醇、苯、丙酮等）易燃，使用时要远离火源，用后要盖紧瓶塞，置于阴凉处。加热、回流提取或回收溶剂时，必须在水浴上进行，切不可用直火加热。
2. 回收溶剂时，应在加热前投入1~2粒沸石，每添加一次溶剂，应重新添加沸石，加热中途不得加入沸石，严防溶液发生爆沸或因恒沸而发生爆炸。若为有毒易燃有机溶剂的回收（如苯、三氯甲烷），应将排气管导出室外或下水道。
3. 强酸、强碱（如硫酸、盐酸，氢氧化钠等）具强腐蚀性，勿洒在皮肤或衣物上，以免造成化学灼伤，强酸烟雾刺激呼吸道，使用时应加倍小心。
4. 绝不允许各种化学药品任意混合，也切勿把任何试剂或溶剂倒回储瓶，以免发生意外事故。残渣废物丢入废物缸内，用过的易燃有机溶剂不得倒入下水道，否则有

燃烧爆炸的危险。

四、实训室灭火常识

实训室一旦发生火灾，首先要立即断绝火源（电源、煤气等），并速将附近的可燃物移开，防止火势扩展。应保持镇静，不要慌乱，立即采取各种相应措施。

1. 锥形瓶内溶剂着火，只需用石棉网或湿布盖熄。溶剂泼倒后着火，可用石棉布、沙土、麻袋或灭火器扑灭。不可用水冲，以免因水流而扩大燃烧面。

2. 衣服着火，切勿奔跑，赶快脱下衣服或用厚的外衣、麻袋裹灭，或赶快卧倒在地上滚灭，或打开附近的自来水开关用水冲淋熄灭。

3. 火势较大时，应根据具体情况采用灭火器灭火，常用的有以下三种：

(1) 泡沫灭火器：使用时将筒颠倒（碳酸氢钠和硫酸铝溶液作用，产生氢氧化铝和大量的二氧化碳泡沫），喷射起火处，泡沫就把燃烧的物体包住与空气隔绝，而使火焰熄灭，此法不运用于电火花引起的火灾。

(2) 四氯化碳灭火器：使用时连续抽动唧筒，四氯化碳即会喷出。其遇热迅速气化，成为很重的气体包住燃烧物体，使之与空气隔绝，而将火焰熄灭（此法最适合于扑灭电火花引起的火灾）。

(3) 二氧化碳灭火器：是实训室最常用的灭火器（其侧筒内装有压缩的液态二氧化碳），使用时打开开关即可灭火。

五、实训室一般伤害的救护

1. 创伤 在伤口上用双氧水消毒或涂抹红汞。

2. 烫伤或烧伤 在伤口上涂抹烫伤药，或涂抹甘油、硼酸、凡士林。

3. 酸碱腐蚀 先用水冲洗伤处。若为酸腐蚀，再用 5% 的碳酸氢钠溶液或稀氨水洗；若为碱腐蚀，再用 1% 醋酸溶液洗，最后均用水冲洗。若是酸或碱液溅入眼内，应立即用水冲洗。若为酸液，再用 1% 碳酸氢钠溶液冲洗；若为碱液，则用 1% 硼酸溶液冲洗，最后均应用水冲洗。

4. 毒物进入口内 将 5 ~ 10ml 稀硫酸铜溶液加入一杯温开水中，内服，或用手指伸入咽喉部促使呕吐。

5. 上述各种伤害伤势较重者经急救后，应速送医院检查和治疗。

第一章 天然药物化学常用方法及仪器设备使用介绍	1
一、仪器的洗涤	1
二、仪器的干燥	1
三、浸渍法	2
四、渗漉法	2
五、煎煮法	3
六、回流提取法	4
七、连续回流提取法	5
八、超声提取法	5
九、水蒸气蒸馏法	6
十、浓缩	7
十一、简单萃取法	9
十二、过滤法	10
十三、样品的干燥	11
十四、薄层色谱法	12
十五、纸色谱	14
十六、柱色谱	15
第二章 天然药物化学实训实例	19
实训项目一 薄层色谱法和纸色谱法的操作练习	19
实训项目二 柱色谱法的操作技术	22
实训项目三 秦皮中香豆素的提取分离与鉴定	26
实训项目四 大黄中游离蒽醌的提取分离与鉴定	31
实训项目五 槐米中芦丁的提取分离与鉴定	34
实训项目六 挥发油的提取分离与鉴定	40
实训项目七 甘草中甘草酸和甘草次酸的提取分离与鉴定	43
实训项目八 黄连中盐酸小檗碱的提取分离与鉴定	47
实训项目九 防己中粉防己碱的提取分离与鉴定	51

实训项目十 天然药物化学成分预试验	56
实训项目十一 中药制剂定性鉴别	61
▶ 附 录	64
附录一 天然药物化学成分常用检出试剂配制法	64
附录二 常用溶剂的回收及精制方法	66
附录三 天然药物中各类化学成分的检识方法	70
附录四 常用干燥剂性能的说明	71

第一章 天然药物化学常用方法及仪器设备使用介绍

天然药物化学实训中常使用各种玻璃仪器，而玻璃仪器的干净程度常会影响提取、分离和鉴定的结果。常见的洗涤方法有：

一、仪器的洗涤

(1) 水洗：用毛刷就水刷洗，既可使可溶物溶去，也可使附着在仪器上的尘土和不溶物脱落下来。但往往去油污和有机物效果差。

(2) 去污粉洗涤剂洗：需要先把仪器用水湿润，用毛刷沾少许去污粉或洗涤剂，擦洗瓶内外，再用水冲洗干净。

(3) 洗涤液洗：对于顽固的斑迹或残渣，可用洗涤液来洗。常用的洗涤液由等体积的浓硫酸和饱和的重铬酸钾溶液配制而成。

洗净的仪器壁上，不应附着有不溶物或油污。如加水于仪器，将仪器倒转过来，水即顺着器壁流下，器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜，而无水珠附着在上面。

二、仪器的干燥

(1) 加热烘干：急需用的仪器可放于烘箱内干燥（控制在 105°C 左右），或放在玻璃仪器烘干器（图 1-1）上烘干。一些常用的烧杯、蒸发皿可置石棉网上小火或用电炉烤干。

(2) 晒干和吹干：不急需用的洗净仪器可倒置于干燥处。任其自然晾干。带有刻度的计量器或小体积烧瓶等，可加入少许易挥发的有机溶剂（乙醇或丙酮）倾斜并转动仪器，倾出溶剂干燥。



图 1-1 玻璃仪器烘干器

三、浸渍法

浸渍法是将药材用适当的溶剂在常温或温热的条件下浸泡一定时间，浸出有效成分的一种方法。该法又分为冷浸法和温浸法两种。

(1) 冷浸法：取药材粗粉，置适宜容器中，加入一定量的溶剂如水、酸水、碱水或稀醇等，密闭，时时搅拌或振摇，在室温条件下浸渍1~2天或规定时间，使有效成分浸出，滤过，用力压榨残渣，合并滤液，静置滤过即得（图1-2）。

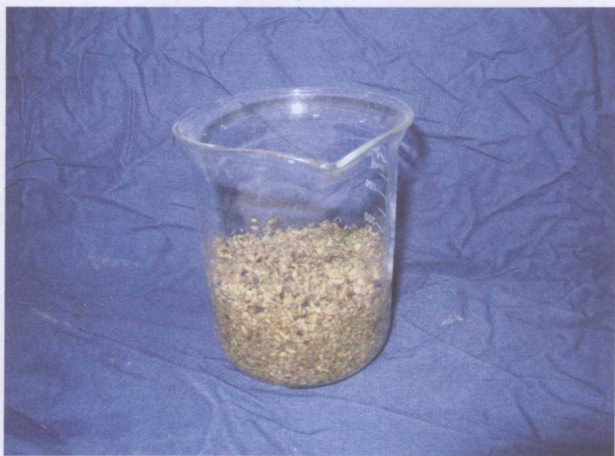


图1-2 冷浸法

(2) 温浸法：具体操作与冷浸法基本相同，但温浸法的浸渍温度一般在40℃~60℃之间，浸渍时间较短，能浸出较多的有效成分。本法适用于有效成分遇热易破坏及含淀粉、果胶、黏液质、树胶等多糖物质较多的天然药物。

特点为操作方便，简单易行，但提取时间长，效率低，水浸提液易霉变，必要时需加适量防腐剂如甲苯、甲醛或三氯甲烷等。

四、渗漉法

是将药材粗粉置渗漉装置中，连续添加溶剂使渗过药粉，自上而下流动，浸出有效成分的一种动态浸提方法。主要操作步骤如下：

(1) 粉碎：将药材粉碎成粗粉。

(2) 浸润：根据药粉性质，用规定量的溶剂（一般每1000g药粉约用600~800ml溶剂）润湿，密闭放置15分钟至6小时，使药粉充分膨胀。

(3) 装筒：取适量用相同溶剂湿润后的脱脂棉垫在渗漉筒底部，分次装入已润湿的药粉（图1-3），每次装粉后用木锤均匀压平，注意应松紧适宜，药粉装量一般以不超过渗漉筒体

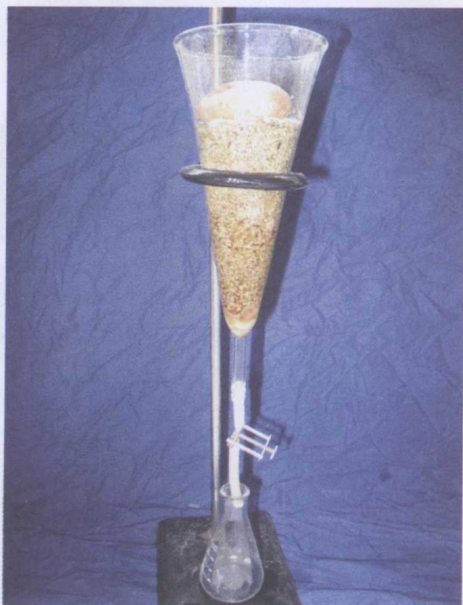


图1-3 渗漉法-装筒操作

积的 $\frac{2}{3}$ ，药面上盖滤纸或纱布，再均匀覆盖一层清洁的细石块。

(4) 排气：装筒完成后，打开渗漉筒下部的出口，缓慢加入适量溶剂，使药粉间隙中的空气受压从下口排出（图 1-4）。

(5) 浸渍：将气体排尽后，关闭出口，流出的渗漉液倒回筒内，继续加溶剂，使其高出药面浸渍（图 1-5）。

(6) 渗漉：浸渍一定时间（常为 24~48 小时）。接着即可打开出口开始渗漉（图 1-5），控制流速，药典规定一般以 1000g 药材每分钟流出 1~3ml 为慢漉，3~5ml 为快漉，实训室常控制在每分钟 2~5ml 之间，大量生产时，可调至每小时漉出液约为渗漉器容积的 $\frac{1}{48} \sim \frac{1}{24}$ 。

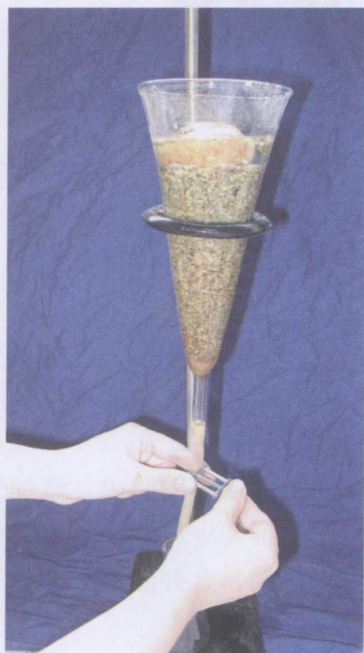


图 1-4 渗漉法 - 排气操作



图 1-5 渗漉法 - 浸渍及渗漉操作

(7) 收集渗漉液：一般收集的渗漉液约为药材重量的 8~10 倍，或以有效成分的鉴别试验决定是否渗漉完全，最后经浓缩后得到提取物。

本法选用溶剂多为水，酸水，碱水及不同浓度的乙醇等。适用于有效成分遇热易破坏的成分，提取效率高于浸渍法，存在的不足之处为溶剂消耗多，提取时间长。

五、煎煮法

煎煮法是将药材加水加热煮沸，滤过去渣后取煎煮液的一种传统提取方法。

操作步骤为：取药材饮片或粗粉，置适当煎器（勿使用铁器）中，加水浸没药材，加热煮沸，保持微沸，煎煮一定时间后，分离煎煮液，药渣可继续依法煎煮数次，合并各次煎煮液，浓缩即得。一般以煎煮 2~3 次为宜，小量提取，第一次煮沸 20~30 分钟，大量生产，第一次约煎煮 1~2 小时，第 2、3 次煎煮时间可酌减。

此法适用于有效成分能溶于水且不易被水、热破坏的天然药物的提取。特点为操作简单，提取效率高于冷浸法。但是本法不宜用于提取含挥发油成分及遇热易破

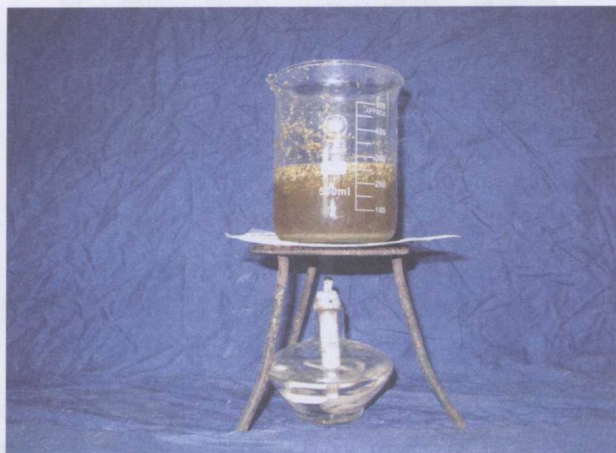


图 1-6 煎煮法操作

坏的自然药物，含多糖类丰富的药材，因煎提液黏稠，难以滤过；同样不宜使用（图 1-6）。

六、回流提取法

本法为减少有机溶剂的挥发损失，保持溶剂与药材持久的接触，通过加热浸出液，使溶剂受热蒸发，经冷凝后变为液体流回浸出器，反复提取至浸出完全的一种热提取方法。

操作步骤为：在下图回流提取装置中，将药材粗粉装入圆底烧瓶内，添加溶剂至盖过药面（一般至烧瓶容积 $1/2 \sim 2/3$ 处），接上冷凝管，通入冷却水，于水浴中加热回流一定时间，滤出提取液，药渣再添加新溶剂回流 $2 \sim 3$ 次，合并滤液，回收有机溶剂后得浓缩提取液（图 1-7）。

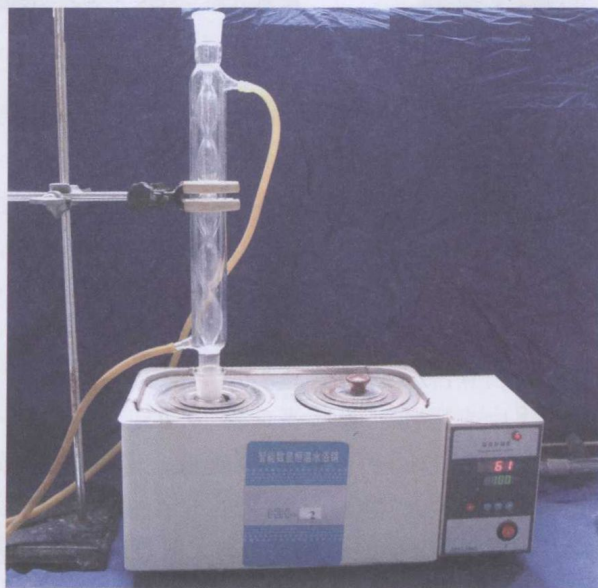


图 1-7 回流提取法操作

本法适用于脂溶性较强的天然药物化学成分的提取，提取效率高，但溶剂消耗量仍较大，操作较麻烦。注意由于受热时间长，对热不稳定成分的提取不宜采用此法。

七、连续回流提取法

本法是在回流提取法的基础上改进的，用少量溶剂进行连续循环回流提取，充分将有效成分浸出完全的方法。

操作步骤为：在索氏提取器（图1-8）中，先在圆底烧瓶内放入几粒沸石，以防暴沸，然后将装好药材粉末的滤纸袋或筒放入提取器中，药粉高度应低于虹吸管顶部，自冷凝管加溶剂入烧瓶内，水浴加热。溶剂受热蒸发，遇冷后变为液体回滴入提取器中，接触药材开始进行浸提，待溶剂液面高于虹吸管上端时，在虹吸作用下，浸出液流入烧瓶，溶剂在烧瓶内因受热继续气化蒸发，如此不断反复循环4~10小时，至有效成分充分被浸出，提取液回收有机溶剂即得。为了防止长时间受热，成分易被破坏，也可在提取1~2小时后更换新溶剂继续提取。

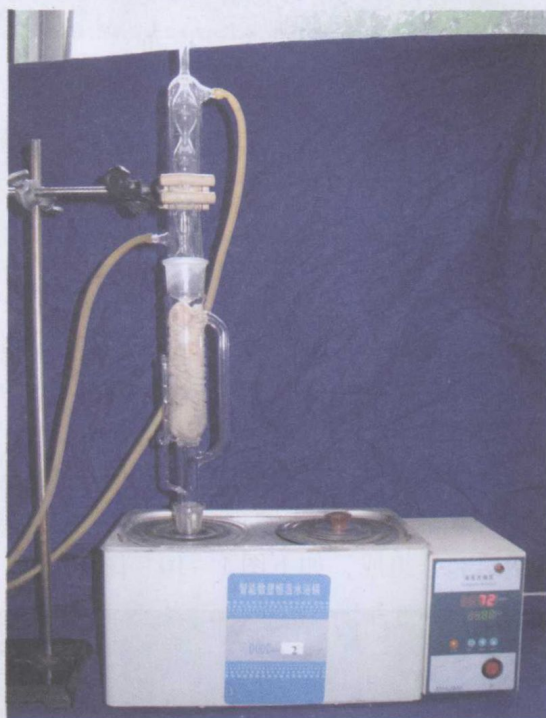


图1-8 连续回流提取法（索氏提取器）操作

本法适用于脂溶性化合物，药量少时多用该法进行提取。提取效率高，溶剂用量少，但浸出液受热时间长，故不适用于对热不稳定成分的提取。

八、超声提取法

超声提取法是一种利用超声波浸提有效成分的方法。其基本原理是利用超声波的空化作用，破坏植物药材的细胞，使溶剂易于渗入细胞内，同时超声波的强烈振动能传递巨大能量给浸提的药材和溶剂，使它们作高速运动，加强了胞内物质的释放、扩散和溶解，加速有效成分的浸出，极大地提高提取效率。

操作步骤为：将药材粉末置适宜容器内，加入定量溶剂，密闭后置超声提取器内，选择适当超声频率提取一段时间（一般只需要数十分钟）后即得（图1-9）。



图1-9 超声提取法操作

该法既适用于遇热不稳定成分的提取，也适用于各种溶剂的提取。因此超声提取法与常规提取方法相比，具有提取时间短，提取率高，无需加热等优点，能避免高温高压对欲提取成分的破坏。但是该提取法对容器壁的厚薄及放置位置要求较高。

九、水蒸气蒸馏法

水蒸气蒸馏法是一种利用某些挥发性成分与水或水蒸气共同加热，能随水蒸气一并蒸馏出，经冷凝后分取获得的性质，使之从天然药物中提出的方法。其基本原理是当水和与水互不相溶的液体成分共存时，根据道尔顿分压定律，整个体系的总蒸气压等于两组分蒸气压之和，虽然各组分自身的沸点高于混合液的沸点，但当总蒸气压等于外界大气压时，混合物开始沸腾并被蒸馏出来。水蒸气蒸馏装置由水蒸气发生器、蒸馏瓶、冷凝管和接收器四部分组成，如下图1-10~图1-11。

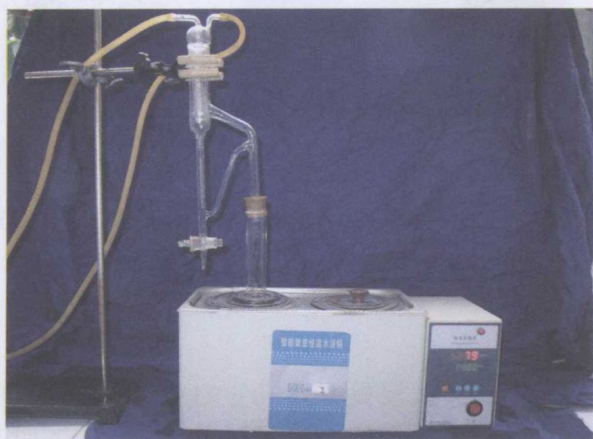


图1-10 水蒸气蒸馏法（轻油型挥发油含量测定装置）操作



图 1-11 轻油提取器与重油提取器

操作步骤为：将药材粗粉装入蒸馏瓶内，加入水使药材充分浸润，体积不超过蒸馏瓶容积的 $1/3$ ，然后加热水蒸气发生器使水沸腾，产生水蒸气通入蒸馏瓶，药材中挥发性成分随水蒸气蒸馏被带出，经冷凝后，收集于接收瓶中，若馏出液由浑浊变澄清透明，表示蒸馏基本完成，馏出物与水的分离可根据具体情况来决定。

本法适用于提取具有挥发性，能随水蒸气馏出而不被破坏，不溶或难溶于水，与水不发生化学反应的天然药物化学成分。该方法工艺简单、操作方便，实用性强，不需复杂的设备，易于推广。

十、浓缩

由于提取后所得的提取液一般体积较大，所含成分浓度较低，故分离精制之前常进行浓缩处理，以提高浓度。浓缩可通过蒸发或蒸馏来完成，常用的方法有蒸发和蒸馏两种。

1. 蒸发

利用加热的方法，使溶液中溶剂不断挥发而析出溶质（晶体）的过程。常使用仪器为蒸发皿。操作步骤为：将提取液倒入蒸发皿中，液体的量不得超过容积的 $2/3$ ，蒸发过程中必须用玻璃棒不断搅拌，使液体受热均匀，以防止局部温度过高而使液体飞溅，当加热至（大量）固体出现时，应停止加热利用余热蒸干。注意不能把热的蒸发皿直接放在实训台上，应垫上石棉网，并且需要用坩埚钳夹持蒸发皿（图 1-12）。



图 1-12 蒸发操作

2. 蒸馏

蒸馏法分为常压蒸馏法和减压蒸馏法两种。

(1) 常压蒸馏法：一般主要用于低沸点有机溶剂（ 100°C 以下）的回收（图 1-13）。

操作时应注意：常压回收装置严禁密闭。加热须在水浴上进行，不得直火加热。

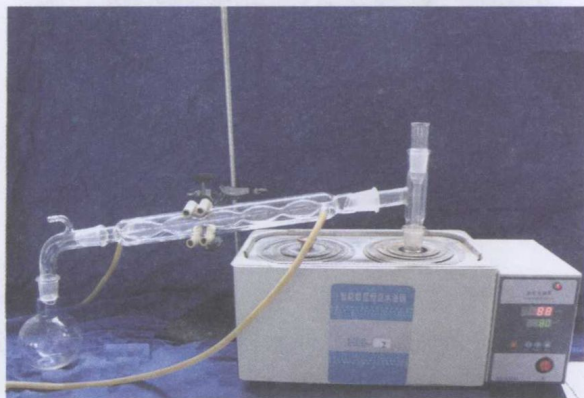


图 1-13 常压蒸馏操作

(2) 减压蒸馏法：一般主要用于高沸点溶剂（ 100°C 以上）的回收或减压蒸馏所需的温度下提取物易破坏分解的情况。常用仪器为旋转蒸发器。操作步骤为：打开电源开关；按升降按钮，使安装旋转瓶的接头上升，把装有待蒸发的溶液的旋转瓶接上，往下按升降按钮，使旋转瓶下降并半没入水浴中；调节温度旋钮，设置所需的温度；打开冷却水循环；打开真空泵；设置旋转的速度；蒸馏完毕，关闭温度开关电源，旋转速度设为零，按升降按钮，使安装旋转瓶的接头上升，取下旋转瓶，关真空泵；关冷却水循环，关电源开关；注意当旋转瓶接上后请检查是否漏气（图 1-14）。

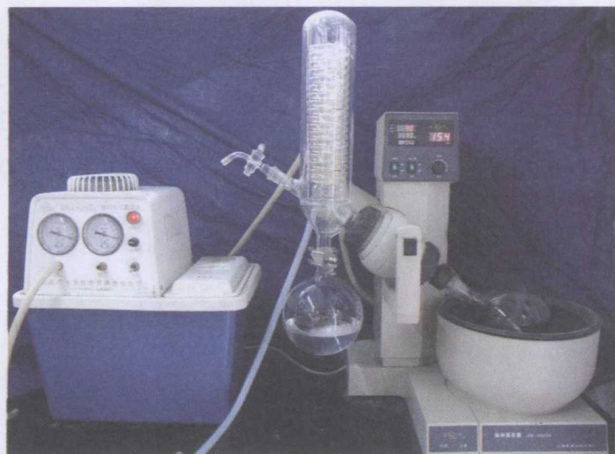


图 1-14 减压蒸馏（旋转蒸发器）操作