

YAOXUE  
ZONGHESHIYAN



# 药 学

# 综合实验

主 编 冯 波 张秀荣

吉林人民出版社

YAOXUE  
ZONGHESHIYAN

# 药学综合实验

主 编 冯 波 张秀荣

吉林人民出版社

## 图书在版编目(CIP)数据

药学综合实验 / 冯波, 张秀荣主编. — 长春: 吉林人民出版社, 2008.11

ISBN 978-7-206-05869-1

I. 药... II. ①冯... ②张... III. 药理学—实验—高等学校—教学参考资料 IV. R9-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 176451 号

## 药学综合实验

主 编: 冯 波 张秀荣

责任编辑: 刘士琳 封面设计: 李 晴 责任校对: 韩志国

吉林人民出版社出版 发行 (长春市人民大街 7548 号 邮政编码: 130022)

印 刷: 长春永恒印业有限公司

开 本: 787mm×1092mm 1/16

印 张: 13.5 字 数: 280 千字

标准书号: ISBN 978-7-206-05869-1

版 次: 2008 年 11 月第 1 版 印 次: 2008 年 11 月第 1 次印刷

印 数: 1-1 000 册 定 价: 24.50 元

---

如发现印装质量问题, 影响阅读, 请与印刷厂联系调换。

# 前 言

药学专业发展到今天已经成为一个庞大的学科体系，由于学科的发展和综合交叉，各学科之间又派生出更多的分支学科，各学科之间相互联系、相互依存，同时又有各自的研究领域。药学是研究药物的一门科学。新药研究是药学专业最基本的重要任务。新药研究从药物发现到临床应用，要经历潜在药用物质的发现和发明创造、结构鉴定、药理作用筛选、药效评价、安全性评价、制剂工艺研究、质量控制和检查、临床合理应用等阶段。而这些阶段的研究内容，分属于药学的各个分支学科的研究领域，如药用植物学、生药学、药物化学、天然药物化学、药物分析学、药理学、药剂学、生物药剂学与药物动力学等等。在大学四年的专业课学习中，这些课程是从第四学期到第七学期分别学习的，各门专业课的实验课，都是伴随着各门专业课独立开设的。学习一门课程，结业一门课程，没有把每门课程的内容关联起来，因此，学生也不能获得研究新药的整体概念和思路。

21世纪高等教育的培养目标是“厚基础、宽口径、高素质、强能力的复合型、创新型高级专门人才”。新的培养模式更加重视学生创新能力和实践能力的培养。药学专业是实践性非常强的专业，以往绝大多数实验课的内容都是为验证某些理论知识而设计的，并且，各门课程之间互相没有联系。为符合21世纪人才培养的要求，我们创建了药学专业综合实验课程新体系，以新药研究的两大主要领域——化学合成药、天然药物为两条主线设计综合实验，把药学各专业课的实验内容有机的结合起来。打破原来按照单一学科设置实验的状况，使实验教学不再依附于理论课而单独开课，从培养人才的总体目标入手，建立全面的药学专业本科综合实验教学体系。重视实验教学，注重学生创新意识和实践能力的培养。

药学专业综合实验课程新的实验教学体系，将以往各门专业课的实验课重新整合，开设新的药学专业综合实验课90学时必修课。实验教学按照基础实验、综合实验和设计实验三个层次组织教学，三个层次所占的比例分别约为50%、30%和20%左右。基础实验是在综合实验中没有包括的、而学生又必须掌握的实验方法。基础实验还是随各门专业课一同进行，并在学科总成绩中占有一定比例。综合实验在实验内容选择上按照两条主线设计：第一，从天然药用植物中开发新药，即把药用植物学、生药学、天然药物化学、药剂学和药物分析学各

实验的相关内容有机地结合起来，从原植物种植入手，经过采收、炮制、生药鉴定、有效成分提取、制剂制备、制剂质量标准制定和检验，完成新药研究的基本过程。第二，化学合成新药，即把药物化学、药剂学和药物分析学各实验的相关内容有机连在一起。化学合成药在 21 世纪仍然是药物的主要来源，全合成、半合成仍然是合成新药的主要手段。设计性实验 60 学时选修课，安排在第七学期综合实验完成以后进行，这时专业课理论教学已经结束，学生已经掌握了药学各门专业课的基本理论、基本知识和基本技能，在教师的指导下，由学生自己根据所学知识提出实验设计方案，自己查找资料，拟定实验提纲，进行开放性设计性实验。

编者

2008 年 5 月

# 目 录

第一篇 基础实验.....	1
生药学实验	
实验一 生药理化鉴别.....	3
实验二 生药杂质、灰分和水分检查法.....	5
实验三 生药浸出物和挥发油含量测定.....	8
实验四 中药的炮制.....	10
实验五 生药显微鉴定法.....	16
实验六 显微组织图的绘制.....	21
实验七 根及根茎类生药鉴定.....	25
实验八 茎木、皮、叶、花类生药的鉴定.....	33
实验九 全草、果实、种子类生药的鉴定.....	37
实验十 标本识别.....	42
天然药物化学实验	
实验一 薄层色谱法 (TLC 法) .....	43
实验二 柱层析.....	45
实验三 大黄中游离蒽醌类化合物的提取分离.....	47
实验四 槐米中芸香苷的提取、分离与鉴定.....	50
药物化学实验	
实验一 药物水解、氧化变质实验.....	53
实验二 磺胺嘧啶锌与磺胺嘧啶银的合成.....	56
实验三 巴比妥的合成.....	58
实验四 阿司匹林的合成.....	61
实验五 苯佐卡因的合成.....	63
药剂学实验	
实验一 混悬型液体制剂的制备.....	66
实验二 乳剂的制备.....	72

实验三	软膏剂的制备.....	83
实验四	中药颗粒剂的制备.....	90
实验五	维生素 C 稳定性影响因素考察及维生素 C 注射液的制备.....	92
实验六	固体分散体的制备及验证.....	99
实验七	微囊的制备.....	102

### 药物动力学实验

实验一	对乙酰氨基酚在家兔体内药物动力学参数的测定.....	107
实验二	尿药法测定核黄素片剂消除速度常数.....	112

### 药物分析实验

实验一	实验要求和分析中常用仪器的基本操作要点.....	117
实验二	《中国药典》(2005 版)一部、二部的查阅.....	121
实验三	分析天平的使用.....	122
实验四	药物的杂质检查.....	125
实验五	三种方法测定葡萄糖注射液含量.....	129
实验六	盐酸丁卡因的含量测定(非水滴定法).....	134
实验七	异烟肼片的鉴别和含量测定(溴酸钾法).....	135
实验八	维生素 C 颗粒的鉴别与含量测定(碘量法).....	137
实验九	双波长分光光度法测定复方制剂含量.....	139
实验十	盐酸氯丙嗪注射液含量测定(导数光谱法).....	142
实验十一	青霉素钠的含量测定.....	144
实验十二	诺氟沙星胶囊的鉴别与含量测定.....	146
实验十三	大山楂丸的鉴别及总黄酮的含量测定.....	148
实验十四	牛黄解毒片的理化鉴别及羟基蒽醌的含量测定.....	151
Exp.15	Tests for Specific Impurities.....	155
Exp.16	Assay of Compound Aspirin Tablets by Volumetric Titration Method.....	158
Exp.17	Diphasic Titration of Organic Bases.....	161
Exp.18	Non-aqueous Alkalimetric Method of Quinine Sulfate.....	163
Exp.19	The validation and application of UV-Spectroscopy in the assay of preparation.....	165

<b>第二篇 综合实验</b> .....	167
实验一 三黄片的制备与质量检查.....	169
实验二 对乙酰氨基酚的合成、鉴定、含量测定及其制剂的制备和质量检查 ...	179
实验三 盐酸小檗碱控释片的制备及释放度的测定.....	186
<b>第三篇 设计性开放实验</b> .....	193
实验一 药物的鉴别实验.....	196
实验二 药物剂型的制备.....	197
实验三 药物的含量测定.....	198
实验四 立可定（乙氧黄酮）的合成.....	199
实验五 复方丹参片的质量分析方法.....	200



# 第一篇

# 基础实验

## 本篇内容

第一部分：生药学

实验 1~实验 10

第二部分：天然药物化学

实验 1~实验 4

第三部分：药物化学

实验 1~实验 5

第四部分：药剂学

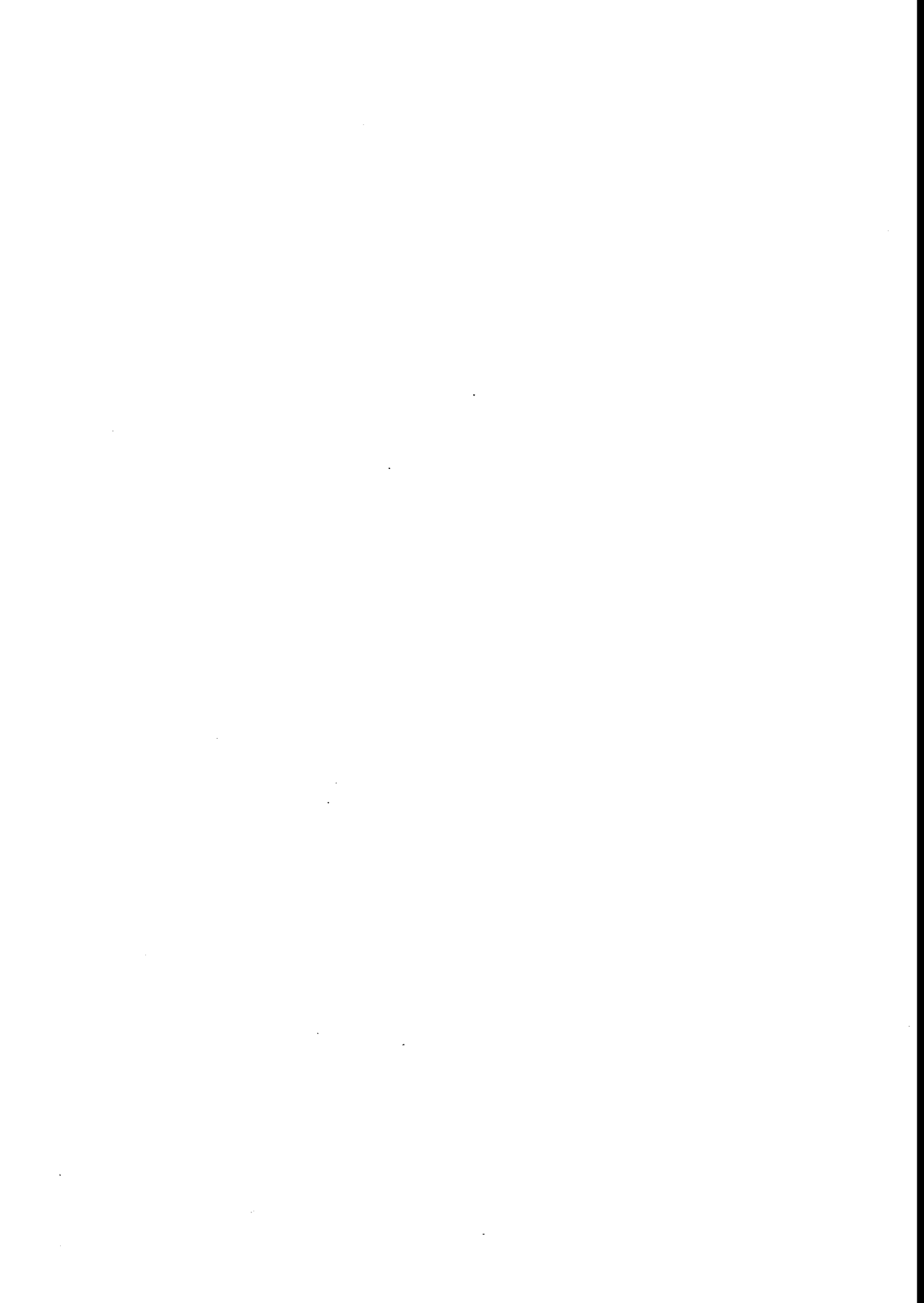
实验 1~实验 7

第五部分：药物动力学

实验 1~实验 2

第六部分：药物分析

实验 1~实验 19



# 生药学实验

## 实验一 生药理化鉴别

### 一、实验目的

掌握生药各类化学成分(生物碱类、氰苷、黄酮类、蒽醌类、强心苷类、皂苷类、鞣质类及挥发油类)及其物理性质(番红花、海金沙)的鉴别反应;掌握各实验的操作要点;详细记录各类化学成分的反应结果。

### 二、主要仪器、试剂和材料

1. 主要仪器:回流提取装置

2. 试剂:乙醇、氨水、氯仿、盐酸溶液、硫酸溶液、碘化铋钾试液、硅钨酸试液、饱和苦味酸液、碳酸钠溶液、镁粉、氢氧化钠溶液、过氧化氢溶液、冰醋酸、三氯化铁试液、醋酐、0.5%香草醛的浓硫酸乙醇液、2,4-二硝基苯肼液。

3. 材料:百部、苦杏仁、槐米、大黄、夹竹桃叶、桔梗、五倍子、薄荷油、番红花和海金沙。

### 三、注意要点

1. 注意酸碱; 2. 合理安排时间; 3. 忌明火。

### 四、实验内容及方法

#### 1. 生物碱的鉴别

取百部粉末 5 g, 加 70%乙醇 50 ml, 加热回流 1h, 滤过, 滤液蒸去乙醇, 残留物加氨水调节 pH 值至 10~11, 再加氯仿 5 ml 振摇提取, 分取氯仿层, 蒸干, 残渣加 1%盐酸溶液 5 ml 使溶解, 滤过。滤液分作二份, 一份滴加碘化铋钾试液, 发生橙红色沉淀; 另一份滴加硅钨酸试液, 产生乳白色沉淀。

#### 2. 氰苷的鉴别

苦味酸钠试验: 取苦杏仁 4~5 粒, 研碎, 置 50ml 比色管中加入 3ml 5%硫酸溶液, 充分混合, 密塞。取滤纸条先滴加饱和苦味酸液浸润, 稍干后, 再滴加 10%碳酸钠 1~2 滴润湿, 干后, 悬于上述比色管中, 在水浴上加热 10min, 滤纸渐变为橙色或砖红色。

#### 3. 黄酮的鉴别

盐酸-镁粉反应: 取槐米粉末约 1g 于试管中, 加乙醇 10~20ml 在水浴上加热 20min。过滤, 滤液加浓盐酸 2~3 滴及镁粉少量, 放置(或于水浴中微热), 产生红色反应。

#### 4. 蒽醌的鉴别

与碱成盐显色反应(Borntrager 反应): 取大黄粉末 2g, 加乙醇 20ml, 在沸水浴上回

流浸提 10min，过滤，取 1ml 滤液，加入 1ml 10% 氢氧化钠溶液，如产生红色反应，加入少量 30%过氧化氢液，加热后红色不褪，加酸使呈酸性时，则红色消退再碱化又出现红色。

#### 5. 皂苷的鉴别

(1) 泡沫试验：取桔梗粉末 0.5g，加水 1ml，于水浴上加热 10min，放冷，取上清液，置带塞试管中，用力振摇，产生持久性蜂窝状泡沫。

(2) 醋酐浓硫酸试验（Liebermann-Burchard 反应）：取桔梗粉末 1g，加甲醇 10 ml，于水浴上加热回流 30min，过滤。滤液置蒸发皿中，于水浴上蒸干，加醋酐 2ml 溶解，倾上清液于干燥试管中，沿管壁加入浓硫酸 1 ml，接界面呈棕红色环，上层由蓝色立即变为污绿色。

#### 6. 挥发油的鉴别

(1) 挥发性：取滤纸，滴加挥发油 1 滴，放置 2h 或微热后观察滤纸上有无清晰的油迹（与菜油作对照实验）。

#### (2) pH 检查（检游离酸或酚类）

取样品 1 滴加乙醇 5 滴，以预先用蒸馏水湿润的广泛 pH 试纸进行检查，如显酸性，示有游离的酸或酚类化合物。剩下的样品乙醇液供下面（3）试验用。

#### (3) 香草醛-浓硫酸试验

取挥发油乙醇液 1 滴滴于滤纸上，滴以新配制的 0.5%香草醛的浓硫酸乙醇液，呈黄色、棕色、红色或蓝色反应。

#### (4) 三氯化铁反应（检酚类）

取样品 1 滴，溶于 1ml 乙醇中，加入 1%的三氯化铁乙醇溶液 1~2 滴，如显蓝紫或绿色，示有酚类。

#### (5) 苯肼试验（检酮、醛类）

取 2, 4—二硝基苯肼试液 0.5~1ml，加 1 滴样品的无醛醇溶液，用力振摇，如有酮醛化合物，应析出黄—橙红色沉淀，如无反应，可放置 15min 后再观察之。

#### 7. 鞣质类的鉴别

鞣质的一般反应（三氯化铁反应）：取五倍子粉末 0.5 g 于试管中，加蒸馏水 4ml，微热，滤过，取滤液 1ml，加三氯化铁试液 1 滴，即产生蓝黑色沉淀。

#### 8. 番红花的鉴别

取本品少量，浸入水中可见黄色成直线下降逐渐扩散，水被染成黄色；不显红色，无沉淀，柱头喇叭状，有短缝。在短时间内，用针拨之不破碎。

#### 9. 海金沙的鉴别

取本品粉末置火中易燃烧发生爆鸣声且有闪光，无灰渣残留。

## 实验二 生药杂质、灰分和水分检查法

### 一、实验目的

1. 掌握生药杂质的检查方法
2. 掌握生药水分的测定方法
3. 掌握生药的总灰分和酸不溶性灰分的测定方法

### 二、仪器、试剂和材料

1. 仪器：分析天平、天平、扩大镜、筛、镊子、扁形称量瓶、干燥器、长刷、水分测定器、表面皿、坩埚、烘箱、马弗炉、定量滤纸（无灰滤纸）。
2. 试剂：甲苯（化学纯）、亚甲蓝、无水氯化钙、五氯化二磷、10%硝酸铵、稀盐酸。
3. 材料：防风、黄连、石菖蒲。

### 三、实验内容

#### （一）生药的杂质检查法

生药中混杂的杂质，系指来源与规定相同，但其性状或部位与规定不符；来源与规定不同的物质；无机杂质如砂石、泥块、尘土等。

#### 检查方法

1. 取规定量的样品，摊开，用肉眼或扩大镜（5~10倍）观察，将杂质拣出，如其中有可以筛分的杂质，则通过适当的筛，将杂质分出。
2. 将各类杂质分别称重，计算其在样品中的百分数。

#### 注意事项

1. 生药中混存的杂质与正品相似，难以从外观鉴别时，可进行显微、理化鉴别试验，证明其为杂质后，计入杂质重量中。
2. 对个体大的生药，必要时可破开，检查有无虫蛀、霉烂或变质情况。
3. 杂质检查所用的样品量，一般按生药取样法称取。

#### （二）生药的水分测定

供测定用的生药样品，一般先破碎成直径不超过3mm的颗粒或碎片，直径和长度在3mm以下的花类、种子类、果实类药材，可不破碎。测定方法：

1. 烘干法：适用于不含或少含挥发性成分的生药。取样品2~5g，平铺于干燥至恒重的扁形称量瓶中，厚度不超过5mm，疏松样品不超过10mm，精密称定，打开瓶盖在100~105℃干燥5h，将瓶盖盖好，移置干燥器中，冷却

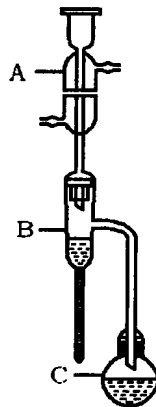


图3-1 水分测定装置

30min, 精密称定重量, 再在上述温度干燥 1h, 冷却, 称重, 至连续两次称重的差异不超过 5mg 为止。根据减失的重量, 计算供试品中含有水分的百分数。

2. 甲苯法: 适用于含挥发性成分的生药。

仪器装置: 如图 3—1。A 为直形冷凝管, 外管长 40cm; B 为水分测定管; C 为 500ml 的短颈圆底烧瓶。使用前, 全部仪器应清洁, 并置烘箱中烘干。

测定: 取样品适量(约相当于含水量 1~4ml), 精密称定, 置 C 瓶中, 加甲苯约 200ml, 必要时加入玻璃珠数粒。将仪器各部分连接, 自冷凝管顶端加入甲苯, 至充满 B 管的狭细部分, 将 C 瓶置电热套中或用其他适宜方法缓缓加热, 待甲苯开始沸腾时, 调节温度, 使每秒钟馏出 2 滴。待水分完全馏出, 即测定管刻度部分的水量不再增加时, 将冷凝管内部先用甲苯冲洗, 再用饱蘸甲苯的长刷或其他适宜方法, 将管壁上附着的甲苯推下, 继续蒸馏 5min, 放冷至室温, 拆卸装置, 如有水粘附在 B 管的管壁上, 可用蘸甲苯的铜丝推下, 放置, 使水分与甲苯完全分离(可加亚甲蓝粉末少许, 使水染成蓝色, 以便分离观察)。检读水量, 改算成供试品中含有水分的百分数。

附注: 用化学纯甲苯直接测定, 必要时甲苯可先加少量蒸馏水, 充分振摇后放置, 将水层分离弃去, 经蒸馏后使用。

3. 减压干燥法 适用于含有挥发性成分的贵重药品。

减压干燥器装置: 取直径 12cm 左右的培养皿, 加入新鲜五氧化二磷干燥剂适量, 使铺成 0.5~1cm 的厚度, 放入直径 30cm 的减压干燥器中。

[测定法]: 取供试品 2~4g, 混合均匀。分取约 0.5~1g, 置已在供试品同样条件下干燥并称重的称瓶中, 精密称定, 打开瓶盖, 放入上述减压干燥器中, 减压至 2.67kPa

(20mmHg) 以下持续半小时, 室温放置 24h。在减压干燥器出口连接新鲜无水氯化钙干燥管, 打开活塞, 待内外压一致, 关闭活塞, 打开干燥器, 盖上瓶盖, 取出称瓶迅速精密称定重量, 计算供试品中含有水分的百分数。

### (三) 生药灰分测定

总灰分测定法: 供测定样品须粉碎过二号药典筛(850±29μm), 混合均匀后, 称取样品 2~3g (如需测定酸不溶性灰分, 可取 3~5g), 置炽灼至恒重的坩埚中, 称定重量(准确至 0.01g), 缓缓炽热, 注意避免燃烧, 至完全碳化时, 逐渐升高温度至 500~600℃, 使完全灰化并至恒重。根据残渣重量, 计算供试品中含总灰分的百分数。

$$\text{总灰分的百分数 (\%)} = \frac{\text{残渣重量 (g)}}{\text{供试品重量 (g)}} \times 100\%$$

如样品不易灰化, 可将坩埚放冷, 加热蒸馏水或 10%硝酸铵溶液 2ml, 使残渣湿润, 然后置水浴上蒸干, 残渣照前法炽灼, 至坩埚内容物完全灰化。

酸不溶性灰分测定法: 取上项所得的灰分, 在坩埚中加入稀盐酸 10ml, 用表面皿覆盖

坩埚，置水浴上加热 10min，表面皿用热蒸馏水 5ml 冲洗，洗液并入坩埚中，用无灰滤纸滤过，坩埚内的残渣用蒸馏水洗于滤纸上，并洗涤至洗液不显氯化物反应为止，滤渣连同滤纸移至同一坩埚中，干燥，炽灼至恒重。根据残渣重量，计算供试品中含酸不溶性灰分的百分数。

$$\text{酸不溶性灰分的百分数 (\%)} = \frac{\text{残渣重量 (g)}}{\text{供试品重量 (g)}} \times 100\%$$

## 实验三 生药浸出物和挥发油含量测定

### 一、实验目的

1. 掌握生药的浸出物测定方法
2. 掌握生药的挥发油含量测定方法

### 二、仪器、试剂和材料

1. 仪器：分析天平、锥形瓶（250ml、500ml）、移液管（20ml、25ml、50ml、100ml）、干燥器、蒸发皿、回流装置、挥发油测定器。
2. 试剂：乙醇、二甲苯。
3. 材料：麦冬、沉香、肉桂

### 三、实验内容

#### （一）生药浸出物测定

供测定的生药样品须粉碎，使能通过二号药典筛(850±29μm)，并混合均匀。

#### 1. 水溶性浸出物测定

(1) 冷浸法：取样品约 4g，称定重量（准确至 0.01g），置 250~300ml 的锥形瓶中，准确加入水 100ml，塞紧，冷浸，前 6h 内时时振摇，再静置 18h，用干燥滤器迅速滤过，精密量取滤液 20ml，置已干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干后，于 105℃干燥 3h，移置干燥器中，冷却 30min，迅速精密称定重量，以干燥品计算供试品中含水溶性浸出物的百分数。（公式）

$$\text{供试品中浸出物含量百分数 (\%)} = \frac{\text{浸出物重量 (g)}}{\text{样品重量 (g)}} \times 100\%$$

(2) 热浸法：取样品约 2~4g，称定重量（准确至 0.01g），置 250~300ml 的锥形瓶中，精密加入水 50~100ml，塞紧，称定重量，静止 1h 后，连接回流冷凝管，加热至沸腾，并保持微沸 1h。放冷后，取下锥形瓶，塞紧，称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，用干燥滤器滤过。精密量取滤液 25ml，置已干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干后，于 105℃干燥 3h，移置干燥器中，冷却 30min，迅速精密称定重量，以干燥品计算供试品中含水溶性浸出物的百分数。

#### 2. 醇溶性浸出物测定

取适当浓度的乙醇或甲醇代替水为溶媒。照水溶性浸出物测定法进行（热浸法须在水浴上加热）。



## （二）挥发油含量测定

测定用的样品，一般须粉碎使能通过二号至三号药典筛（ $850\pm 29\mu\text{m}\sim 355\pm 13\mu\text{m}$ ），并混合均匀。

### 测定法

甲法：适用于测定相对密度在 1.0 以下的挥发油。取样品适量（约相当于含挥发油 0.5~1.0ml），称定重量（准确至 0.01g），置 1000ml 的烧瓶中，加水 300~500ml（或适量）与玻璃珠数粒，振摇混合后，连接挥发油测定器与回流冷凝管。自冷凝管上端加水使充满挥发油测定器（有 0.1ml 的刻度）的刻度部分，并溢流入烧瓶时为止，置电热套中或用其他适宜方法缓缓加热至沸，并保持微沸约 5h，至测定器中油量不再增加，停止加热，放置片刻，开启测定器下端的活塞，将水缓缓放出，至油层上端到达刻度 0 线上面 5mm 处为止。放置 1h 以上，再开启活塞使油层下降至其上端恰与刻度 0 线平齐，读取挥发油量，并计算供试品中含挥发油的百分含量。

$$\text{生药中挥发油含量 (\%)} = \frac{\text{挥发油量 (ml)}}{\text{样品量 (ml)}} \times 100\%$$

乙法：适用于测定相对密度在 1.0 以上的挥发油。取水约 300ml 与玻璃珠数粒，置烧瓶中，连接挥发油测定器，自测定器上端加水使充满刻度部分，并溢流入烧瓶时为止，再用移液管加入二甲苯 1ml，然后连接回流冷凝管。将烧瓶内容物加热至沸腾，并继续蒸馏，其速度以保持冷凝管的中部呈冷却状态为度，30min 后，停止加热，放置 15min 以上，读取二甲苯的容积。然后照甲法自“取样品适量”起，依法测定，自油层量中减去二甲苯量，即为挥发油量，再计算供试品含有挥发油的百分含量。