

# 中药化学 实验技术与实验

冀春茹 王浴铭 等编

河南科学技术出版社

## 内 容 提 要

本书分五个部分。第一部分介绍中药化学实验基础知识，包括实验注意事项、常用有机溶剂性能及常用仪器设备。第二部分为中药化学实验技术，主要介绍中药化学成分的各种提取、分离及系统鉴定方法。第三部分为实验各论，介绍基本实验操作及各类化学成分的提取、分离、鉴定及含量测定实例35个。第四部分系统介绍了中药有效成分的研究方法及一般程序。第五部分为附录，包括各类化学成分层析用显色剂配制与使用方法、吸附剂、层析纸、干燥剂、离子交换树脂的性能及其它常用附表。

本书可供大中专医药院校师生、药厂、药检所、医院等有关人员及其它从事植物化学、药物分析等方面的科学技术工作者参考

## 中 药 化 学 实 验 技 术 与 实 验

冀春茹 王浴铭等编

河南科学技术出版社出版

(委托出版)

河南第一新华印刷厂印刷

河南省新华书店发行

787×1092毫米 16开本 28.25印张 580千字

1986年1月第1版 1986年1月第2次印刷

印数1—10,000册

统一书号14245·116 定价4.90元

## 绪 言

中药化学是一门运用现代化学理论和方法研究中药化学成分的科学，其基本实验技术又是本学科的重要组成部分，它对于继承、发扬、整理、提高祖国药学遗产，已显示出越来越重要的地位和作用。近十余年来，发展更为迅速，逐步渗透到中药鉴定、中药炮制、中药制剂等学科中，广为药厂、药检所、医院、科研单位及高等院校所采用。但鉴于目前的教科书及有关参考书数量甚少，而且其实验技术只散在部分少量参考书内，实验的具体操作方法则多由各个教学单位根据自己的需要自行编写。这样，就给使用者造成很大困难，我们根据学生毕业实习情况及经常所听到有关单位的反映与要求，迫切需要一本系统介绍中药化学实验技术与实验的参考书。为此，我们结合自己教学体会，广泛听取一些单位的意见，吸取现存书籍中介绍这一方面内容的精华，组织编写了本书。

全书分五大部分。第一部分重点介绍了中药化学实验基础知识，包括实验室安全常识；常用玻璃仪器及电器的使用、规格、保养和注意事项；对中药化学实验中突出的有机溶剂问题从物理性质( $b_p$ 、 $m_p$ 、 $D_4^{20}$ 、 $[\alpha]_D^{20}$ 、 $n_D^{20}$ 、 $\epsilon$ )、精制与回收方法、毒性及其防护作了详细介绍。考虑到实际工作中的需要，还列出了有关试剂的常识及参考价格，对从事实验室工作的人员具有一定的参考价值。第二部分依据中草药化学成分的研究程序，系统介绍了中草药化学实验技术，在提取、分离、鉴定三大内容中，除介绍经典的方法外，还加进现代一些先进手段和方法。例如分离中干柱层析、高效液相层析及低压柱层析。鉴定部分系统介绍了化学鉴定法物理常数的测定、分子式的测定、官能团的检识、衍生物的制备、层析鉴定、光谱鉴定及X射线衍射法。第三部分为中药化学实验各论，对各类化学成分的实验例进行了介绍，尤其是对目前认为活性较强、研究较多的生物碱、黄酮举例较多，包括提取、分离、鉴定及含量测定等，力争内容丰富，在使用中有较大的选择范围。第四部分主要介绍了中草药化学成分系统研究的途径与方法，按目前公认的基本模式，结合我们的做法，从临床调查、文献资料的查阅，到有效成分的提取、分离、鉴定及科研论文与文献综述的撰写作了系统介绍，并列出了常用国内外药学与化

学文献及查阅方法，对开展中草药有效成分的研究有一定指导作用。第五部分附录重点介绍了常用层析显色剂的配制及使用方法，其末附有外文名称索引。另外还对有关柱层析常用吸附剂性质、再生方法和薄层层析常用吸附剂的型号、中英文对照、组成特性及常用层析滤纸、离子交换树脂、干燥剂等作了介绍。

我们在内容安排上，既力求通俗易懂、便于使用，又尽量能使之反映出中药化学实验中近年发展出的新技术、新方法、新设备。既能适应一般大专院校师生需要，又能适用实验室中等技术人员的要求。尽管我们有如此良好的愿望，但因水平有限，经验不足，遗漏与错误之处在所难免。敬请各使用者提出宝贵意见，以利进一步修订。

在编写过程中承同室张君增、王玲、李国茹同志多方面帮助，特此表示衷心感谢。

编者

1985年4月

# 目 录

第一章 中药化学实验基础知识.....1	
第一节 实验注意事项.....1	
一、实验室规则.....1	
二、实验室安全守则.....1	
三、急救常识.....2	
第二节 试剂的使用及常用有机溶剂的性能.....3	
一、试剂的使用.....3	
二、常用有机溶剂的性能.....4	
1、甲醇 2、乙醇 3、丙酮	
4、三氯甲烷 5、乙酸乙酯	
6、乙醚 7、苯 8、石油醚	
9、正丁醇 10、己烷 11、二氯甲烷	
12、甲苯 13、乙酸 14、甲酸	
15、丁酮 16、吡啶 17、四氯化碳	
18、二硫化碳 19、甲酰胺	
20、二甲基甲酰胺 21、乙腈	
22、乙酸酐 23、二甲基亚砷	
24、丙醇 25、异丙醇 26、环己烷	
27、四氢呋喃 28、甘油	
29、硅油 30、液体石蜡	
三、有机溶剂外文名称索引.....12	
第三节 常用仪器介绍.....13	
一、玻璃仪器.....13	
(一)玻璃的性质及类型.....13	
(二)常用的玻璃仪器及使用方法.....14	
1、容器类.....14	
a、烧杯 b~h、烧瓶	
2、量器类.....16	
a、移液管 b、容量瓶	
c、量筒 d、量杯	
3、冷凝器.....17	
a、空气冷凝管 b、直形冷凝管	
c、球形冷凝管 d、蛇形冷凝管	
e、蛇形回流冷凝管	
4、滤器.....18	
a、长颈漏斗 b、短颈漏斗	
c、d、分液漏斗(圆形、锥形及梨形)	
e、布氏漏斗 f、小型多孔板漏斗	
g、玻璃钉漏斗 h、减压漏斗	
i、保温漏斗 j、滴液漏斗	
5、干燥器.....20	
a、普通干燥器 b、真空干燥器	
c、直形定温真空干燥器	
6、抽提器.....21	
a、脂肪油抽提器(球形、蛇形、球蛇形、直滴式)	
b、水分测定器 c、挥发油测定器	
7、温度计.....22	
a、玻璃温度计 b、电接点式水银温度计	
8、标准磨口仪器.....24	
9、常规层析仪器.....24	
a、展开室 b、铺层器	
c、点样 d、喷雾器 e、层析板	
f、层析柱	

10、其它.....	26	9、搅拌机.....	32
a、球形抽气泵 b、抽滤瓶		10、旋转蒸发器.....	33
c、熔点管 d、沸点半微量 测定装置 e、下口瓶		三、常用分析仪器.....	35
(三)玻璃仪器的洗涤、干燥与贮藏.....	28	1、显微熔点测定仪.....	33
二、电气设备.....	28	2、旋光计.....	34
1、电子交流稳压器.....	28	3、折光计.....	34
2、调压器.....	29	4、天平.....	35
3、烘箱.....	29	5、紫外分析仪(荧光灯).....	35
4、电冰箱.....	30	6、离心薄层层析仪.....	36
5、离心机.....	30	7、SB—1型薄层色谱仪.....	36
6、真空泵.....	31	8、CS—930双波长薄层扫描仪.....	36
7、电热恒温水浴锅.....	31	9、ZCX—2型柱层析仪.....	40
8、电炉、电热套.....	32	10紫外分光光度计.....	40
		11、红外分光光度计.....	41
		12、原子吸收分光光度计.....	41
		第二章 中药化学实验技术.....	42
第一节 中药化学成分提取方法.....	42	(四)提取液的过滤.....	47
一、溶剂提取法.....	42	1、常压过滤 2、减压过滤	
(一)提取溶剂.....	42	二、水蒸气蒸馏法.....	48
1、水 2、乙醇 3、乙酸		二、升华法.....	49
乙酯 4、氯仿 5、乙醚		第二节 中药化学成分的分离方法.....	49
6、石油醚		一、溶剂极性梯度分离法.....	49
(二)提取方法.....	42	二、两相溶剂萃取法.....	50
1、浸渍法.....	43	三、沉淀法.....	51
2、渗漉法.....	43	(一)铅盐沉淀法.....	51
3、煎煮法.....	43	(二)乙醇沉淀法.....	51
4、回流提取法.....	43	(三)酸碱沉淀法.....	51
5、连续回流提取法.....	43	四、重结晶法.....	52
6、薄膜蒸发连续提取法.....	45	五、柱层析法.....	53
(三)提取液的浓缩.....	45	(一)吸附柱层析.....	53
1、蒸发.....	45	1 层析柱的选择.....	53
2、蒸馏.....	45	2、吸附剂的选择.....	53
a、常压蒸馏 b、减压 蒸馏		3、洗脱剂的选择.....	53
		4、操作方法.....	54

(二)分配柱层析.....	54	1、荧光定位.....	65
1、支持剂的选择.....	55	2、显色剂定位.....	65
2、固定相的选择.....	55	3、 <i>R<sub>f</sub></i> 值的计算.....	65
3、洗脱剂的选择.....	55	(五)斑点的取下与洗脱.....	66
4、操作方法.....	55	(六)定量方法.....	66
(三)离子交换层析.....	55	1、薄板上直接测定.....	66
1、树脂的选择.....	56	2、洗脱测定.....	67
2、树脂的予处理.....	57	七、干柱层析.....	67
3 操作方法、.....	57	(一)干柱的制备.....	67
4、树脂的再生.....	57	1、玻璃柱.....	68
(四)凝胶过滤层析.....	57	2、半玻璃柱.....	68
1、凝胶的选择.....	58	3、塑料薄膜柱.....	68
2、操作方法.....	59	(二) 加样.....	68
六、薄层层析法.....	60	(三) 展开.....	69
(一)制层析板.....	60	(四) 定位与分割.....	69
1、干法制板.....	60	八、高效液相层析.....	69
2、湿法制板.....	60	1、填充剂的选择.....	70
3、制特殊板.....	61	2、洗脱剂的选择.....	71
(1)酸碱薄板及 <i>PH</i> 缓		3、操作方法.....	71
冲板		第三节 中药化学成分的鉴定	
(2)荧光板 (3)络合薄板		方法.....	72
(4)涂布有固定相的薄板		一、化学鉴定法.....	73
(5)烧结薄板 (6)有浓缩		(一)物理常数的测定.....	73
区的薄板		1、熔点的测定.....	73
(二)点样技术.....	62	(1)样品的干燥 (2)测定	
1、样品溶液的制备.....	63	方法	
2、点样方法.....	63	2、比旋度的测定.....	73
3、点样量.....	63	3、沸点的测定.....	74
(三)展开.....	63	4、折光率的测定.....	74
1、展开剂的选择.....	63	5、比重的测定.....	74
2、操作方法.....	64	(二)分子式的测定.....	75
(1)上行展开 (2)下行		1、元素定性分析.....	75
展开		(1)氮的鉴定(2)硫的鉴定	
(3)二次展开 (4)双向		2、元素定量分析.....	76
展开		(1)碳氢元素的测定	
(5)径向展开		(2)氮的测定	
(四)定位方法.....	64		

(3) 硫的测定	
3、实验式的计算	77
4、分子量的测定	77
5、分子式的计算	78
(三) 官能团的检识	78
1、不饱和烃	78
2、共轭烯烃	78
3、醇羟基	79
4、酚羟基	79
5、羰基	80
6、糖类	80
7、羧基	81
8、能碱水解的化合物	81
9、胺类	82
10、烷氧基	83
(四) 衍生物的制备	83
1、烯烃衍生物的制备	83
2、芳烃衍生物的制备	84
3、醇衍生物制备	85
4、酚类衍生物的制备	86
5、醛、酮类衍生物的制备	86
6、糖类衍生物的制备	87
7、羧酸衍生物的制备	88
8、酯类衍生物的制备	88
9、缩醛衍生物的制备	88
10、胺类衍生物的制备	88
二、层析鉴定法	89
(一) 纸层析	89
1、滤纸的选择	89
2、点样	89
3、展开剂的选择和展开方式	90
4、定位	93
5、定性检查	93
(二) 气相层析	93
1、层析柱的选择	94
2、流动相与固定相的选择	95

3、操作方法	95
4、定性、定量分析	96
三、光谱鉴定法	97
(一) 紫外吸收光谱	97
1、紫外吸收光谱的产生	98
2、紫外光谱的测定和表示方法	100
3、各类化合物的紫外吸收光谱	102
(1) 饱和有机化合物	
(2) 不饱和脂肪族化合物	
(3) 芳香族化合物	
(4) 杂环化合物	
4、紫外吸收光谱的应用	115
(1) 化合物纯度的检查	
(2) 化合物鉴定	
(3) 定量分析	
(4) 有机化合物的结构研究	
(二) 红外吸收光谱	121
1、红外光谱的产生	121
2、红外光谱的测定和表示方法	123
3、各种官能团的特征吸收	124
(1) 烷烃	
(2) 烯烃	
(3) 芳烃	
(4) 醇与酚	
(5) 醚	
(6) 羰基化合物	
(7) 香豆素及羟基蒽醌	
(8) 胺和胺盐	
4、红外光谱的应用	136
(1) 化合物的鉴定	
(2) 未知化合物的结构测定	
(三) 核磁共振谱	138
甲、核磁共振氢谱	138
1、核磁共振氢谱的产生	138
2、化学位移	140
3、核磁共振谱的测定和表示法	141



- 4、化学位移与分子结构……142
- (1) 电负性
  - (2) 各向异性效应
  - (3) 范德华效应
  - (4) 氢键的去屏蔽效应
- 5、各种氢核的化学位移……143
- (1) 甲基
  - (2) 次甲基和亚甲基
  - (3) 烯氢
  - (4) 苯环芳氢
  - (5) 活泼氢
  - (6) 杂环氢
- 6、自旋偶合与偶合常数……148
- 7、偶合常数与分子结构的关系 150
- (1) 偕偶
  - (2) 邻偶
  - (3) 远程偶合
- 8、核磁共振谱的类型……152
- (1) 一级谱
  - (2) 高级谱
- 9、核磁共振谱的解析……155
- 乙、核磁共振碳谱……158
- 1、概述……158
  - 2、化学位移及影响因素……159
    - (1) 化学键的杂化程度
    - (2) 碳核上电子的贫富程度
    - (3) 取代基的诱导效应
    - (4) 立体效应
    - (5) 共轭效应
    - (6) 分子内作用
    - (7) 分子间作用
- 3、各类碳的化学位移……162
- (1) 羰基碳
  - (2) 芳香族碳
  - (3) 烯碳
  - (4) 烷基碳
- 4、各类有机化合物中碳的化学位移166
- (1) 开链脂肪烷烃
  - (2) 取代烷烃( $RX$ )
  - (3) 烯烃
  - (4) 芳香族化合物
  - (5) 芳香杂环化合物
  - (6) 羰基化合物
- 5、偶合常数……178
- (1) 碳—氢偶合
  - (2) 碳—碳偶合
  - (3) 碳—杂原子偶合
- 6、弛豫时间及其与分子结构的关系181
- (1) 弛豫
  - (2)  $T_1$ 与分子结构的关系
- 7、碳谱的测绘技术……183
- (1) 不去偶碳谱
  - (2) 全去偶谱或质子宽频去偶谱
  - (3) 偏共振去偶谱或半去偶谱
  - (4) 特定氢或选择性去偶谱
- 8、碳谱在中药化学中的应用……185
- (四) 质谱……188
- 1、质谱的产生……188
  - 2、质谱表示法……190
  - 3、质谱中出现的离子类型……191
    - (1) 分子离子
    - (2) 碎片离子
    - (3) 同位素离子
    - (4) 亚稳离子
    - (5) 多电荷离子
- 4、各类有机物的质谱……198
- (1) 烃类
  - (2) 羟基化合物
  - (3) 醚类
  - (4) 羰基化合物
  - (5) 羧基化合物
  - (6) 含氮化合物

5、质谱的应用 .....204

    (1) 分子量的测定

    (2) 分子式的测定

    (3) 结构式的测定

(五)、四谱综合解析 .....213

(六)  $x$ -射线衍射法简介 .....220

1、 $x$ -射线衍射基本原理 .....220

2、 $x$ -射线衍射在中药有成分结构研究中的应用 .....221

第三章 中药化学实验 ..... 223

实验一 层析练习 .....223

甲、常用薄层板的制备 .....223

一、实验原理 .....223

二、实验方法 .....223

1、硅胶-羧甲基纤维素钠粘合板的制备

2、硅胶G粘合板的制备

乙、纸层析练习 .....223

一、实验原理 .....223

二、实验方法 .....224

1、条形纸层析

2、圆形纸层析

丙、柱层析练习 .....224

一、实验原理 .....224

二、实验方法 .....224

1、装置与条件

2、装柱

3、洗脱与收集

4、检识与合并

5、溶剂回收

实验二 盐酸麻黄碱的提取, 分离和鉴定 .....226

一、麻黄中主要成分的结构与性质 226

二、实验原理 .....227

三、实验方法 .....228

(一) 提取分离方法 .....228

1、冷水浸出法

2、热水煮提法

3、草酸吸收法

4、麻黄膏中盐酸麻黄碱的分离

(二) 鉴定 .....229

1、物理常数测定

2、化学检识

3、气相层析

实验三 小檗碱的提取、精制、鉴定及含量测定 ..... 230

一、三棵针与黄柏中主要成分的结构与性质 .....230

二、实验原理 .....232

三、实验方法 .....232

(一) 提取与精制 .....232

1、酸水法—从三棵针提取小檗碱

2、酸水法—从黄柏中提取小檗碱

(二) 鉴定 .....232

1、化学检识

2、薄层鉴定

(三) 含量测定 .....233

1、三棵针中小檗碱的含量测定

(比色法)

2、黄柏中小檗碱的含量测定

(1) 电流滴定法

(2) 高效液相层析法

实验四 掌叶防己碱的提取及硫酸延胡索乙素的制备 .....234

一 黄藤中主要成分的结构与性质 .....234

二、实验原理	235	(2) 粉防己碱苦味酸盐的制备	
三、实验方法	235	(3) 粉防己总碱的甲基化	
(一) 掌叶防己碱的提取	236	(4) 粉防己碱的 <i>Hoffmann</i> 降解	
1、提取		(四) 粉防己中粉防己碱的含量	
2、精制		测定	243
(二) 硫酸延胡索乙素的制备	236	实验六、洋金花中生物碱的提取、分离、	
1、氢化		鉴定及东莨菪碱的含量测定	243
2、成盐		一、洋金花中主要成分的结构与	
(三) 鉴定	236	性质	244
1、熔点		二、实验原理	244
2、薄层鉴定		三、实验方法	245
实验五、粉防己生物碱的提取、分离、		(一) 总生物碱的提取	245
鉴定及含量测定	237	1、树脂的选择和处理	
一、粉防己中主要成分的结构与		2、酸水提取	
性质	237	3、离子交换	
二、实验原理	239	4、生物碱的洗脱	
三、实验方法	239	(二) 东莨菪碱的分离	245
(一) 粉防己生物碱的提取	239	(三) 氢溴酸东莨菪碱的制备	245
(二) 粉防己生物碱的分离	239	(四) 鉴定	245
1、亲脂性生物碱与亲水性生物		1、化学检识	
碱的分离	239	2、薄层鉴定	
2、亲脂性叔胺碱中酚性和非酚性		(五) 洋金花中东莨菪碱的	246
生物碱的分离	239	含量测定	
3、叔胺生物碱的精制	239	1、比色法	
4、粉防己碱和防己诺林碱的		2、容量法	
分离	240	实验七 唐古特山莨菪根中莨菪碱的	
(1) 苯冷浸法		提取、分离及鉴定	248
(2) 氧化铝柱层析法		一、唐古特山莨菪根中主要成分	
5、季铵生物碱—环环藤酚碱的分		的结构及性质	249
离与精制	440	二、实验原理	249
(三) 鉴定	240	三、实验方法	249
1、总生物碱的鉴定	240	(一) 总碱的提取	249
(1) 沉淀反应		(二) 莨菪碱的分离	250
(2) 薄层鉴定		(三) 鉴定	250
(3) 多级缓冲纸层析		1、定性鉴定	
2、衍生物的制备	241		
(1) 粉防己碱盐酸盐的制备			

2、衍生物的制备	
3、薄层鉴定	
实验八 苦参生物碱的提取、分离、 鉴定及含量测定	251
一、苦参中主要成分的结构与性质	252
二、实验原理	253
三、实验方法	253
(一)、苦参总生物碱的提取	253
1、溶剂法	
2、离子交换法	
(二)、生物碱的分离	254
1、氧化苦参碱的分离	
2、苦参碱的分离	
3、其他生物碱的分离	
(三)、鉴定	255
1、薄层层析	
2、纸层析	
(四) 含量测定	255
1、苦参总碱的测定	
(1) 酸碱滴定法	
(2) 络合滴定法	
(3) 安培滴定法	
2、苦参碱、氧化苦参碱的 测定(比色法)	
实验九 一叶萩碱的提取、分离、鉴 定及含量测定	257
一叶萩中主要成分的结构与性质	257
二、实验原理	258
三、实验方法	258
(一) 一叶萩碱的提取、分离	258
(二) 鉴定	259
1、一叶萩碱纯度的检查	
2、羧酸一叶萩碱的制备	
(三) 一叶萩中一叶萩碱的含量 测定	259
1、紫外分光光度法	

2、比色法	
实验十 萝芙木中降压灵的提取、鉴 定及利血平、利血胺、坎尼 生的含量测定	260
一、萝芙木中主要成分的结构与性质	261
二、实验原理	264
三、实验方法	264
(一) 降压灵的提取	264
(二) 降压灵中利血平的薄层鉴 定	264
(三) 萝芙木中利血平、利血胺 和坎尼生的含量测定	265
实验十一 芦丁的提取、精制、鉴定 及含量测定	266
一、槐米中主要成分的结构与性质	266
二、实验原理	267
三、实验方法	268
(一) 芦丁的提取	268
1、酸碱提取法	
2、甲醇提取法	
(二) 芦丁的精制	268
(三) 芦丁的鉴定	268
1、物理常数	
2、水解	
3、纸层析	
4、薄层层析	
5、糖的鉴定	
(1) 纸层析	
(2) 糖脎的制备及鉴定	
6、槲皮素衍生物的制备	
(1) 五乙酰槲皮素	
(2) 槲皮素五甲醚	
7、槲皮素的降解	
8、芦丁和槲皮素的化学检识	

9、芦丁的紫外吸收光谱测定	
(四) 含量测定	272
1、芦丁提取物的含量测定	
2、槐米中芦丁的含量测定	
实验十二 黄芩总黄酮的提取和部分黄酮的分离鉴定及含量测定	273
一、黄芩中主要成分的结构与性质	273
二、实验原理	276
三、实验方法	276
(一)、提取、分离与精制	276
1、黄芩总黄酮的提取	
2、黄芩总黄酮的精制	
3、黄芩甙和黄芩素的分离	
4、黄芩甙的精制	
5、黄芩素的分离精制	
(二) 鉴定	277
1、溶解度试验	
2、呈色反应	
3、黄芩甙的水解及精制	
(三) 黄芩中黄酮类成分的含量测定	279
1、紫外分光光度法	
2、比色法	
实验十三 葛根中黄酮类化合物的提取、分离及含量测定	280
一、葛根中主要成分的结构与性质	281
二、实验原理	281
三、实验方法	281
(一) 葛根总黄酮的提取	281
(二) 葛根总黄酮的分离	282
(三) 鉴定	282
1、纸层析	
2、薄层层析	
(四) 含量测定	282
1、葛根中总黄酮的含量测定	

2、葛根中葛根素的含量测定	
实验十四 虎杖中蒽醌类成分及白黎芦醇甙的提取、分离、鉴定及含量测定	283
一、虎杖中主要成分的结构与性质	283
二、实验原理	284
三、实验方法	285
(一) 提取	285
(二) 分离	285
(三) 鉴定	286
(四) 含量测定	286
1、虎杖中游离蒽醌的测定	
2、虎杖中结合蒽醌的测定	
实验十五 秦皮中七叶甙、七叶内酯的提取、分离、鉴定及含量测定	287
一、秦皮中主要成分的结构与性质	287
二、实验原理	288
三、实验方法	288
(一) 提取	288
(二) 分离	288
(三) 鉴定	288
1、化学检识	
2、薄层鉴定	
(四) 含量测定	289
实验十六 补骨脂中呋喃香豆素的提取及鉴定	289
一、补骨脂中主要成分结构与性质	289
二、实验原理	290
三、实验方法	291
(一) 提取、精制	291
(二) 薄层分离	291
(三) 鉴定	291
1、熔点测定	
2、显色反应	
3、溶解性试验	

实验十七 黄夹甙的提取、精制、鉴定及含量测定 .....291

- 一、黄花夹竹桃果仁中主要成分的结构与性质 .....291
- 二、实验原理 .....293
- 三、实验方法 .....293
  - (一) 黄夹甙的提取和精制 .....293
  - (二) 鉴定 .....294
    - 1、化学检识
    - 2、层析鉴定
  - (三) 含量测定 .....294
    - 1、黄花夹竹桃果仁中总强心甙的测定
    - 2、黄夹甙的含量测定

实验十八 夹竹桃强心甙的提取分离及鉴定 .....295

- 一、夹竹桃中主要成分的结构与性质295
- 二、实验原理 .....296
- 三、实验方法 .....296
  - (一) 强心甙的提取 .....296
  - (二) 夹竹桃甲素和欧夹竹桃甙丙的分离 .....296
  - (三) 鉴定 .....296

实验十九 狄戈辛、西地兰的制备和毛花洋地黄甙C的含量测定 299

- 一、毛花洋地黄叶中主要成分的结构与性质 .....300
- 二、实验原理 .....301
- 三、实验方法 .....301
  - (一) 狄戈辛的制备 .....301
  - (二) 西地兰去乙酰甙C的制备 302
  - (三) 毛花洋地黄叶中甙C的含量测定 .....303

实验二十 薯蓣皂甙元的提取、分离、鉴定及含量测定 .....303

- 一、穿山龙中主要成分的结构与性质 .....304
- 二、实验原理.....304
- 三、实验方法 .....305
  - (一) 薯蓣皂甙元的提取 .....305
  - (二) 薯蓣皂甙元的鉴定 .....305
  - (三) 穿山龙中薯蓣皂甙元的含量测定 .....306

实验二十一 柴胡皂甙的提取、分离、鉴定及含量测定 .....306

- 一、柴胡主要成分的结构与性质... 306
- 二、实验原理 .....310
- 三、实验方法 .....310
  - (一) 提取 .....310
  - (二) 分离 .....311
  - (三) 鉴定 .....311
    - 1、化学检识
    - 2、薄层鉴定
  - (四) 含量测定 .....312

实验二十二 鹿蹄草酚甙的提取、鉴定 .....312

- 一、鹿蹄草中主要成分结构与性质 312
- 二、实验原理 .....314
- 三、实验方法 .....314
  - (一) 高熊果甙与异高熊果甙及水晶兰甙的提取 .....314
  - (二) 分离 .....314
  - (三) 鉴定 .....315

- 1、甙的化学检识
- 2、甙的水解与甙元的分离
- 3、衍生物的制备
- 4、层析鉴定

实验二十三 丹参酮ⅠA磺酸盐的制备、鉴定及含量测定 .....317

- 一、丹参中主要成分结构与性质...317
- 二、实验原理 .....318

三、实验方法	319
(一) 总丹参酮的提取	319
(二) 总丹参酮的柱层分离	319
(三) 丹参 I <sub>A</sub> 的磺化	319
(四) 鉴定	320
1、化学检识	
2、薄层层析鉴定	
(五) 含量测定	320
1、丹参中隐丹参酮和丹参酮 I 的含量测定	
2、生药中总丹参酮的含量测定	
实验二十四 挥发油的定性与定量分析	320
一、实验原理	320
二、实验方法	321
(一) 定性分析	321
1、薄层予试	
2、挥发油的薄层鉴定	
3、挥发油的物理常数测定	
(1) 挥发油的比重测定	
(2) 挥发油折光率测定	
(3) 挥发油的比旋度测定	
(4) 挥发油的沸点测定	
(二) 挥发油定量分析	322
1、测定比重在 1.0 以下的挥发油	
2、测定比重在 1.0 以上的挥发油	
实验二十五 丁香挥发油的提取鉴定及丁香酚的含量测定	322

一、丁香挥发油中主要成分的结构与性质	323
二、实验原理	324
三、实验方法	324
(一) 丁香挥发油的提取	324
(二) 丁香挥发油的鉴定	324
1、颜色反应	
2、气相层析	

3、薄层层析	
(三) 丁香酚的分离及鉴定	325
1、丁香酚的分离	
2、丁香酚的鉴定	
3、丁香酚和异丁香酚的薄层鉴定	
(四) 丁香酚的含量测定	325
1、紫外分光光度法	
2、红外光谱法	
3、比色法	
4、容量法	
5、重量法	

#### 实验二十六 苍术挥发油的含量测定 327

一、苍术挥发油中主要成分的结构与性质	327
二、实验原理	328
三、实验方法	328

#### 实验二十七 莪术中莪术醇的提取、鉴定及含量测定 328

一、莪术挥发油中主要成分结构与性质	328
二、实验原理	329
三、实验方法	330
(一) 莪术挥发油的提取	330
(二) 莪术醇的分离	330
(三) 鉴定	330
(四) 含量测定	331

#### 实验二十八 兴安杜鹃挥发油的提取、分离、鉴定及含量测定 332

一、兴安杜鹃叶中主要成分结构与性质	332
二、实验原理	332
三、实验方法	333
(一) 挥发油的提取	333
(二) 杜鹃酮中性油的分离	333
(三) 杜鹃酮的鉴定	333

1、物理常数  
2、化学检识  
3、薄层检识  
(四) 含量测定 .....333

实验二十九 徐长卿中挥发油的提取、  
鉴定及丹皮酚的含量测定 ...334

一、徐长卿中主要成分结构与性质 334  
二、实验原理 .....334  
三、实验方法 .....334  
    (一) 提取、精制 .....334  
    (二) 鉴定 .....335  
        1、化学检识  
        2、薄层层析  
    (三) 含量测定 .....335  
        1、紫外分光光度法  
        2、容量法  
        3、库伦滴定法

实验三十 落新妇中佛手配质的提取  
及鉴定 .....336

一、落新妇中主要成分的结构与  
性质 .....336  
二、实验原理 .....336  
三、实验方法 .....336  
    (一) 提取、精制 .....336  
    (二) 鉴定 .....337  
        1、物理常数  
        2、衍生物的制备  
        3、薄层层析

实验三十一 山道年的提取、鉴定及  
含量测定 .....337

一、山道年中主要成分的结构与性质 337  
二、实验原理 .....338  
三、实验方法 .....339  
    (一) 山道年的提取、精制 .....339  
    (二) 山道年的鉴定 .....339

1、物理常数  
2、化学检识  
3、纸层析  
4、薄层层析  
(三) 含量测定 .....340

实验三十二 穿心莲内酯的提取、分  
离、鉴定及亚硫酸氢钠  
加成物的制备 .....340

一、穿心莲中主要成分的结构与  
性质 .....340  
二、实验原理 .....344  
三、实验方法 .....344  
    (一) 内酯类成分的提取 .....344  
    (二) 分离、精制 .....344  
    (三) 穿心莲内酯亚硫酸氢钠加  
成物的制备 .....345  
    (四) 鉴定 .....346

实验三十三 鞣质的提取鉴定及除鞣  
质方法 .....347

一、实验原理 .....347  
二、实验方法 .....347  
    (一) 鞣质的提取 .....347  
    (二) 鉴定 .....348  
        1、化学检识  
        2、纸层析  
    (三) 除鞣方法 .....349  
        1、热处理法  
        2、石灰法  
        3、醇调PH法  
        4、明胶法  
        5、聚酰胺法

实验三十四 穿心莲中萜类成分的提  
取分离、鉴定及穿心莲  
内酯类的含量测定 .....350



一、实验原理	350	一、川乌中生物碱的提取分离	361
二、实验方法	350	二、常山中生物碱的提取分离	362
(一) 总提取物的制备	350	三、白头翁中白头翁皂甙的提取	363
(二) 分离	350	四、远志中远志皂甙的提取	363
(三) 鉴定	351	五、五味子中五味子酯甲的提取	363
1、显色反应		六、黄花蒿中青蒿素的提取	364
2、薄层层析		七、野菊花中野菊花内酯的提取	364
(四) 含量测定	352	八、芫花根皮中芫花酯甲的提取	364
实验二十五 中草药化学成分的系统		九、丹参中丹参酮类化合物的提取	
予试	353	与分离	364
一、实验原理	353	十、苦楝根皮中苦楝素的提取	365
二、实验方法	353	十一、鸦胆子中鸦胆子苦素的提取	365
(一) 予试液的制备	354	十二、甘草中甘草酸的提取	366
(二) 各类成分的检查	354	十三、青木香中马兜铃总酸的	
其它常用中药有效成分提取分离		提取	366
方法简介	361	十四、使君子中使君子氨酸的提取	366
		十五、大风子中大风子甙的提取	367

#### 第四章 中药有效成分的研究方法 ..... 363

一、临床疗效的调查	368	六、中药化学成分的鉴定	381
二、文献资料查阅与分析	369	七、科学论文的撰写	380
1、文献的类型		1、对科学论文的要求	
2、查阅方法		2、科学论文的结构	
三、生物活性指标的建立	376	八、文献综述的撰写	383
四、中药化学成分予试验	376	1、文献综述的特点	
五、中药化学成分的分离	380	2、文献综述的写作步骤	
		3、文献综述的内容	

#### 附 录 ..... 385

一、常用层析显色剂的配制及使用	385	(三) 挥发性缓冲溶液的配制	418
二、常用缓冲溶液的配制	415	(四) 磷酸氢二钠-柠檬酸缓冲	
(一) 指示剂PH变色域测定缓冲		溶液	419
液的配制	415	(五) 醋酸缓冲溶液	419
(二) 普通缓冲溶液的配制	417	(六) 柠檬酸-柠檬酸钠缓冲溶	