



全国普通高等专科教育药学类规划教材
QUANGUO PUTONG GAODENG ZHUANKE JIAOYU YAOXUELEI GUIHUA JIAOCAI

天然药物。 化学实验 (第二版)

NATURAL PHARMACEUTICAL
CHEMISTRY EXPERIMENT

主编 杨月

NATURAL PHARMACEUTICAL
CHEMISTRY EXPERIMENT



中国医药科技出版社

全国普通高等专科教育药学类规划教材

天然药物化学实验

(第二版)

(供药学专业用)

主 编 杨月 (桂林医学院)

副主编 李淑惠 (长春医学高等专科学校)

编 者 纪耀华 (长春医学高等专科学校)

刘丽 (哈尔滨医科大学)

罗朝晖 (桂林医学院)

谢郁峰 (广东药学院)

中国医药科技出版社

内 容 提 要

本书是全国高等专科教育药学类规划教材《天然药物化学》（第二版）的配套实验教材。

本书共分十一章，包含了基础知识和 23 个实验项目。

本书适用于全国高等医药院校药学专业、中药专业及全日制、函授、自考高专的相关专业学生使用。也可供从事天然药物研究开发、生产的有关人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

天然药物化学实验 / 杨月主编. —2 版. —北京：中国医药科技出版社，2006. 2

全国普通高等专科教育药学类规划教材

ISBN 7 - 5067 - 3374 - 9

I . 天… II . 杨… III . 药物化学-化学实验-高等学校-教材

IV . R914 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 007109 号

美术编辑 陈君杞

责任校对 张学军

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 100088

电话 010 - 62244206

网址 www.mpsky.com.cn

规格 787 × 1092mm 1/16

印张 13

字数 269 千字

印数 28 001—33 000

版次 2006 年 6 月第 2 版

印次 2006 年 6 月第 7 次印刷

印刷 世界知识印刷厂

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 7 - 5067 - 3374 - 9/G. 0480

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

序 言

1993年，原国家医药管理局科技教育司鉴于我国药学高等专科教育一直没有进行全国性的教材建设，根据国家教委（1991）25号文的要求负责组织、规划高等药学专科教材的编审出版工作。在国家教委的指导下，在对全国高等药学专科教育情况调查的基础上，普通高等专科教育药学类教材建设委员会于1993年底正式成立，并立即制订了“八五”教材编审出版规划。1995年，经100多位专家组、编写组教师和中国医药科技出版社的团结协作、共同努力，建国以来第一套普通高等专科教育药学类规划教材终于面世了。其后，又根据高等药学专科教育的主要任务是为医药行业生产、流通、服务、管理第一线培养应用型技术人才的需要，立即组织编审、出版了相关的配套教材（实验指导、习题集），以加强对学生的实验教学，培养学生的实际操作能力。

该套规划教材是国家教委“八五”教材建设的一个组成部分。从当时高等药学专科教育的现实情况考虑，统筹规划、全面组织教材建设活动，为优化教材编审队伍，确保教材质量，规范教材规格，起到了至关重要的作用。也正因为如此，这套规划教材受到了药学专科教育的大多数院校的推崇及广大师生的喜爱，其使用情况一直作为全国高等药学专科教育教学质量评估的基本依据之一，可见这套教材的影响之大。

由于我国的高等教育近年进行了一系列改革，我国药学高等专科教育变化也较大，加之教学大纲的不断调整，这套教材已不能满足现在的教学需要，亟需进行修订。但是，因为原主管部门已不再管理我国药学高等专科教育，加之一些高等药学专科学校已经合并到其他院校，原普通高等专科教育药学类教材建设委员会已不能履行修订计划。因此，全国高等医药院校药学类教材编辑委员会接管了这项工作，组成了新的普通高等专科教育药学类教材建设委员会，组织了这套规划教材的修订，希望修订后的这套规划教材能够适应当前高等药学专科教育发展的需求。在修订过程中，考虑到高等专科教育中全日制教育、函授教育、自学考试等多种办学形式，力求使这套教材能具有通用性，以适应不同办学形式的教学要求。学术是有继承性的，虽然第一版的一些作者已经退休或因为其他原因离开了药学高等专科教育岗位，不能继续参加这套教材的修订工作，但是他们对这套教材做出了非常重大的贡献，在此，我们谨对他们表示衷心的感谢。

这套规划教材修订出版后，竭诚欢迎使用本教材的广大读者提出宝贵意见，以便我们进行教材评优工作，不足之处我们将在以后修订时改正。

全国普通高等专科教育
药学类规划教材建设委员会
2003年12月

普通高等专科教育药学类规划教材编委会

(第二版)

名誉主任委员 郑筱萸
主任委员 姚文兵 (中国药科大学)
副主任委员 (按姓氏笔画排名)
尹 舶 (湖北中医药大学)
王 瑋 (河南大学药学院)
罗向红 (沈阳药科大学)
郭 妪 (广东药学院)
委员 (按姓氏笔画排名)
丁 红 (山西医科大学)
于信民 (菏泽医学高等专科学校)
马祥志 (湖南长沙医学院)
王润铃 (天津医科大学)
王庸晋 (长治医学院)
刘 斌 (天津医学高等专科学校)
刘志华 (怀化医学高等专科学校)
孙 涛 (宁夏医学院)
吴琪俊 (右江民族医学院)
宋智敏 (哈尔滨医科大学大庆校区)
张德志 (广东药学院)
李淑惠 (长春医学高等专科学校)
肖孟泽 (井冈山医学高等专科学校)
陈 旭 (桂林医学院)
林 宁 (湖北中医药大学)
罗载刚 (黔南医学高等专科学校)
赵冰清 (湖南师范大学药学院)
徐世义 (沈阳药科大学)
徐晓媛 (中国药科大学)
高允生 (泰山医学院)
黄林帮 (赣南医学院)
谭桂山 (中南大学药学院)

前　　言

本书是全国普通高等专科教育药学类规划教材《天然药物化学》（第二版）的配套实验教材。适用于全国高等医药院校药学专业、中药专业及全日制、函授、自学高考的相关专业学生使用，也可供从事天然药物研究开发、生产的有关工作人员参考。

全书在《天然药物化学实验》（第一版）基础上吸取优点和长处，根据当前工作的实际需要及要求，增加了一些新内容，如波谱方面知识、柱色谱分离、高效液相色谱等方面的知识介绍和应用；每个实验列出了实验用原料、仪器、试剂等；天然成分预试及一些其他新的提取分离方法。实验方法及操作技术力求适用性强，尽量与理论知识紧密结合。这些实验内容及相关数据均为编者重复试验和论证而得。

全书共分十一章及附录。实验内容大致按《天然药物化学》理论教材顺序编排，每类化学成分的类型均安排有实验的内容，每一个实验分概述、实验两大部分，附有实验指导、思考题和参考文献，便于学生在实验前后进行预习和复习，并在老师的指导下、完成实验教学任务。

本实验教材共安排了23个实验项目，主要是为了各院校根据本校具体情况自行取舍选用。

本书由杨月（主编）、李淑惠（副主编）、纪耀华、刘丽、谢郁峰、罗朝晖等老师共同编写完成。原实验教材（一版）主编李嘉蓉老师给予热心指导和帮助。在编写过程中得到了中国医药科技出版社以及有关院校的领导和老师的指导和帮助，一并表示衷心的感谢。

我们尽管做出了最大努力进行教材编写，但难免有不足之处，敬请广大师生和读者予以批评和指正。

编　　者

2005年8月

目 录

第一章 实验教学有关要求、仪器设备及文献介绍	(1)
第一节 天然药物化学实验须知	(1)
一、天然药物化学实验教学的主要目的及要求	(1)
二、实验室有关规则及注意事项	(1)
三、学生的实验报告格式与实验考核	(2)
第二节 常用仪器设备装置简介及示意图	(3)
一、升华法装置	(3)
二、水蒸气蒸馏法装置	(3)
三、渗漉法装置	(4)
四、回流法装置	(4)
五、提取液过滤装置	(5)
六、滤液浓缩装置	(5)
七、挥发油提取与分馏装置	(6)
八、逆流萃取法装置	(6)
九、样品真空干燥法装置	(7)
十、色谱分离法装置、软板制备及展开装置	(7)
第三节 《天然药物化学》主要参考文献介绍	(8)
一、天然药物化学方面的专著及工具书	(8)
二、天然药物化学方面的期刊及杂志	(13)
第二章 天然药物化学成分的提取分离技术	(19)
第一节 提取方法	(19)
一、溶剂提取法	(19)
(一) 溶剂的选择	(20)
(二) 提取终点的判断	(21)
(三) 提取方法的应用与选择	(21)
二、蒸馏法	(23)
(一) 共水蒸馏法	(24)
(二) 水蒸气蒸馏法	(24)
三、升华法	(24)
第二节 天然药物化学成分的分离、精制技术	(25)

一、粗提物的浓缩	(25)
(一) 蒸馏与浓缩	(25)
(二) 注意事项	(25)
二、两相溶剂萃取法	(25)
(一) 简单萃取法	(26)
(二) 逆流连续萃取法	(27)
(三) 逆流分溶法与液滴逆流分配法	(27)
三、固相析出法	(27)
(一) 结晶与重结晶法	(27)
(二) 盐析法	(31)
(三) 沉淀法	(31)
四、色谱法	(31)
(一) 吸附色谱法	(32)
(二) 分配色谱法	(36)
(三) 聚酰胺吸附色谱法	(39)
(四) 离子交换色谱法	(40)
(五) 大孔吸附树脂法	(42)
(六) 凝胶色谱法	(43)
(七) 高效液相色谱法 (HPLC)	(45)
(八) 气相色谱法	(51)
第三节 天然化合物的鉴定与结构测定	(57)
一、单体成分鉴定的一般程序	(57)
(一) 化合物纯度的判断方法	(57)
(二) 天然药物中主要类型化学成分的检识	(59)
二、单体成分的结构测定	(63)
(一) 有机化合物元素分析及分子式的确定	(63)
(二) 化合物功能基及分子骨架的推定	(63)
(三) 有机化合物分子量的测定	(63)
(四) 化合物结构式的确立	(63)
三、天然药物化学成分结构测定—波谱法简介	(64)
(一) 紫外吸收光谱	(64)
(二) 红外吸收光谱	(64)
(三) 核磁共振波谱	(66)
四、质谱	(68)
第三章 薄层板的制备与天然药物化学成分的预试验	(72)
实验一 硅胶、氧化铝薄层板的制备与应用	(72)
实验二 天然药物化学成分的系统预试验	(76)

第四章 黄酮类化合物	(81)
实验三 槐米中芦丁的提取、分离与鉴定	(81)
实验四 黄芩中黄芩苷的提取、分离与鉴定	(87)
第五章 醌类化合物	(91)
实验五 大黄中游离蒽醌类成分的提取、分离与鉴定	(91)
实验六 虎杖中大黄素、大黄酚、大黄素甲醚的提取、分离与鉴定	(98)
第六章 苯丙素类	(102)
实验七 补骨脂中补骨脂素、异补骨脂素的提取、分离与鉴定	(102)
实验八 厚朴中厚朴酚等成分的提取、分离与鉴定	(106)
第七章 菲类和挥发油	(109)
实验九 穿心莲中穿心莲内酯等成分的提取、分离、鉴定及穿心莲内酯与亚硫酸氢钠加成物的制备	(109)
实验十 黄花蒿中青蒿素成分的提取、分离与鉴定	(115)
实验十一 八角茴香中挥发油成分的提取、分离与鉴定	(118)
实验十二 陈皮中挥发性成分的提取、分离与鉴定	(121)
实验十三 牡丹皮中丹皮酚的提取、分离与鉴定	(123)
第八章 三萜及其苷类	(126)
实验十四 女贞子中齐墩果酸的提取、分离与鉴定	(126)
第九章 钻体及其苷类	(130)
实验十五 穿山龙中薯蓣皂苷元的提取、分离与鉴定	(130)
第十章 生物碱	(133)
实验十六 黄藤中巴马汀的提取分离、氯化与鉴定	(133)
实验十七 黄藤中巴马汀柱色谱分离、纯化与鉴定	(139)
实验十八 黄柏中小檗碱的提取、分离与鉴定	(141)
实验十九 汉防己中汉防己类生物碱的提取、分离与鉴定	(144)
实验二十 狗奶子根中小檗碱和小檗胺的提取、分离与鉴定	(150)
实验二十一 黄连中盐酸小檗碱的提取、分离与鉴定	(154)
第十一章 其他实验	(157)
实验二十二 中成药制剂薄层色谱鉴别的应用	(157)
实验二十三 甘草酸的提取、分离与鉴定(实验考核、供参考)	(164)
附录	(165)
附录一 常用酸、碱溶液相对密度及百分组成表	(165)
附录二 常用酸、碱的分子量及浓度	(169)
附录三 常用有机溶剂中、英文对照及性质	(169)
附录四 国产色谱滤纸的性能与规格	(170)
附录五 常用的大孔吸附树脂性能	(171)
附录六 柱色谱、薄层色谱常用吸附剂的性质与规格	(171)
附录七 一些国产离子交换树脂的规格	(173)

附录八 国产纤维粉的制备方法	(174)
附录九 高效液相色谱常用的色谱柱	(175)
附录十 离子交换树脂的预处理与再生	(175)
附录十一 薄层色谱 (TLC) 常用的显色剂	(176)
附录十二 中国药典 (2005 年版) 筛号与筛孔内径、筛目对照	(178)
附录十三 中国药典 (2005 年版) 规定的粉末规格	(178)
附录十四 常用缓冲溶液的配制	(178)
附录十五 常用有机溶剂共沸混合物、共沸浓度和共沸点	(180)
附录十六 试剂规格表	(182)
附录十七 常用干燥剂的选择和使用	(182)
附录十八 常用有机溶剂的理化常数和精制方法	(183)
附录十九 常用鉴定试剂的配制和应用	(188)

第一章 实验教学有关要求、 仪器设备及文献介绍

第一节 天然药物化学实验须知

一、天然药物化学实验教学的主要目的及要求

(一) 实验的主要内容及教学目的

主要学习和掌握天然药物有效成分的提取、分离和鉴定的基本操作技能，应用理论知识指导实验。按照实验的教学目的、根据实验原理和方法、应用理论知识解决在实验过程中碰到的问题，达到培养学生具有分析问题和解决问题的能力，在老师的指导下完成实验教学的学习任务。

(二) 实验要求

1. 遵守实验室制度，保证实验安全，认真操作。要正确使用并维护各种仪器设备，了解各种仪器设备的工作原理及操作技术。在实验的全过程中养成严谨的科学态度和良好工作作风。
2. 实验前做好预习，明确实验内容，了解实验的基本原理和方法。在实验过程中养成及时记录的习惯，将观察到的现象和结果以及有关的重量、体积、温度或其他数据，应立即如实地记录。实验完毕后，认真总结分析实验结果，根据实验要求，写好报告。提取，纯化所得单体，产物包好，贴上标签，交给老师。

二、实验室有关规则及注意事项

(一) 实验室有关规则

1. 遵守实验室制度，保证实验安全，严格按操作规程操作。严防爆炸、着火、中毒、触电、漏水等事故的发生，若发生事故应立即采取措施并报告指导老师。进实验室要穿白大衣，不允许穿拖鞋。
2. 实验时要保持实验室安静，不许大声喧哗，不许吸烟和打手机，不迟到、不得随便离开。实验台面应保持整洁，使用过的仪器及时清洗干净后，存放实验柜内，废弃的固体和滤纸等丢入废物缸内，严禁丢入水槽、下水道和窗外，以免堵塞和影响环境卫生。
3. 所用的仪器和药品使用完后，要立即归还原处，仪器被破损应填写破损报告单，注明原因。注意节约用水、用电。节约试剂，严格控制药品用量。
4. 保持实验室内整洁，学生采取轮流值日制度，每次实验完毕，负责整理共用仪器，并将实验台、地面打扫干净。倒清废物缸，检查水、电、关闭门窗。

2 第一章 实验教学有关要求、仪器设备及文献介绍

(二) 实验及实验室安全注意事项

1. 实验前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确。回流、蒸馏时，冷凝水是否通畅，干燥管是否阻塞，在常压下进行蒸馏或回流，仪器装置必须与大气相通，不能密闭。
2. 回流或蒸馏易燃溶剂（特别是低沸点易燃溶剂），不能使用明火加热，要根据溶剂的沸点选用水浴、油浴或电热套。反应液内要放几颗沸石，防止过热冲瓶或暴沸。若在加热后发现未放入沸石，则应放冷后放入，在加热过程中也不得加入活性炭脱色，否则会发生暴沸。
3. 蒸馏、回流易燃、易挥发、有毒液体时，仪器装置切勿漏气，冷凝管流出液应用弯接管导至接受瓶中，余气用橡皮管通往室外或水槽里。
4. 减压系统应装有安全瓶。加压柱色谱实验的层析柱及储液瓶机械性能要高，连接要牢，注意控制压力，以防炸裂。
5. 使用易燃溶剂时应在远离火源和通风的地方进行，启封易挥发溶剂瓶盖时，脸要避开瓶口并慢慢启开，以防气体冲到脸上。
6. 有毒、有腐蚀性的药品应妥善保管，操作后立即洗手，勿沾及五官及创口。
7. 使用电器设备及各种分析仪器时，要事先了解电路及操作规程。使用时，注意仪器和电线不要放在潮湿处，手湿不要接触电源。
8. 欲接玻璃管插入塞中，可在塞孔涂些水或甘油等润滑剂，用布包住玻璃管使其旋转而入，防止折断。
9. 实验室一旦发生火灾事故时，应保持镇静，并采取各种相应措施。首先，要立即断绝火源，切断电源并移开附近的易燃物质。三角瓶内溶剂着火可用石棉网或湿布盖熄。小火可用湿布或黄沙盖熄，火较大时应根据具体情况采用相应的灭火器材。

三、学生的实验报告格式与实验考核

(一) 实验报告的一般要求

1. 题目
2. 实验的目的要求
3. 实验的基本原理（主要的提取分离及鉴定原理）
4. 实验操作方法（内容） 如提取、分离和检识（包括使用的试剂、实验现象，色谱鉴定条件等）。
5. 实验结果 如产品颜色、晶形、重量、熔点、得率和有关实验数据。
6. 分析讨论 包括实验过程中主要注意事项、关键步骤、实验成败的原因、结论、收获及体会。
7. 思考题 可以根据老师的要求，回答各实验中的某些思考题。实验报告要求字迹端正，图表清楚，叙述有条理，尽量做到既有所观察的实验现象又有说明和解释；既有实验数据又有分析和结论；既有成败的经验教训又有自己的实践体会，甚至有改进的建议。

实验报告要求仅供参考。

(二) 实验考核

1. 考核的目的 基本要求如下：

- (1) 通过实验考核进一步培养学生理论联系实际、分析问题及解决问题的能力。
- (2) 通过实验考核进一步考察学生基本理论、基本技能掌握的熟练程度及综合运用知识的能力。
- (3) 考核和评价学生的文献查阅能力的综合应用知识的能力。
- (4) 考核和评价学生的工作态度及完成实验的质量，为学生毕业实习打下良好基础。

2. 考核要求 学生根据老师布置的题目，通过查阅文献、综合文献资料写出实验的原理、主要成分的理化性质、实验操作方法等提交指导老师审批，经同意后学生按实验设计方案，在规定的时间内完成实验，提交实验报告和产品。

3. 考核成绩的评定

- (1) 学生经查阅文献、通过综合文献资料写出实验的原理，拟定出切实可行的实验操作步骤（20分）。
- (2) 考察学生在实验中学生的操作规范性和基本技能掌握的熟练程度，合理选用实验器材等（40分）。
- (3) 学生在实验全过程中的工作态度，完成实验的时间、质量和程度等（20分）。
- (4) 实验结束，学生提交实验报告和产品情况（20分）。

4. 考核的内容（供参考）

- (1) 可选择在实验教学中需要继续的某一实验内容作为考核内容。
- (2) 教师设计某一成分提取、分离工艺流程让学生作分析做课题。
- (3) 教师设计若干考核题，让学生抽签选做，可笔试或者口试、综合评定成绩。

（杨月）

第二节 常用仪器设备装置简介及示意图

根据天然药物化学实验的内容、方法和要求，本章节按照不同的实验要求，介绍几种常用的实验装置，使学生能更直观地认识一些常用的仪器设备，通过仪器设备简图示意了解它的原理，便于更好地使用和掌握。目的使学生在实验的过程中能够了解和尽快熟悉一些常用实验仪器设备。根据实验的需要可供学习和参考。

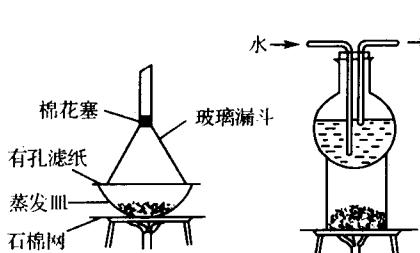
一、升华法装置

该装置（图1-1）主要用于具有升华性成分的提取或者分离，装置简单，根据实验条件可自行设计和安装。

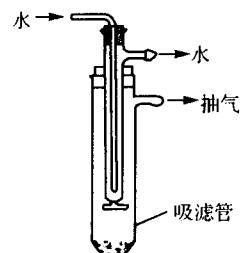
二、水蒸气蒸馏法装置

该装置（图1-2）主要用于挥发性成分（挥发油）的提取，在实验室可根据实验要求自行设计和安装。

第一章 实验教学有关要求、仪器设备及文献介绍



a常压升华法示意图



b减压升华法示意图

图 1-1 升华法装置

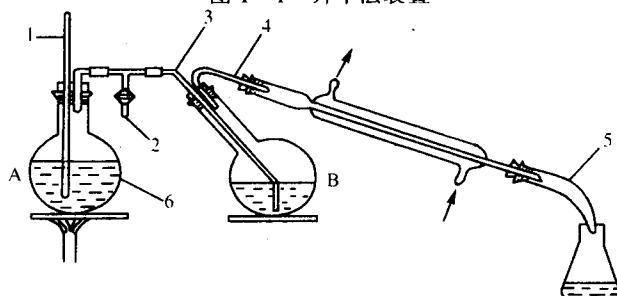


图 1-2 水蒸气蒸馏法装置示意图

1. 安全管
2. 螺旋夹
3. 水蒸气导入管
4. 馏出液导出管
5. 接液管
6. 水蒸气发生器

三、渗漉法装置

该装置（图 1-3）可用于多种化合物提取，根据原料用量多少，在实验里可根据实验条件自行设计和安装。

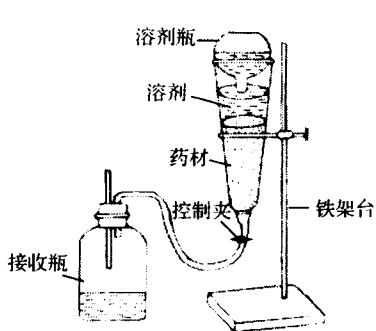


图 1-3 渗漉法装置示意图

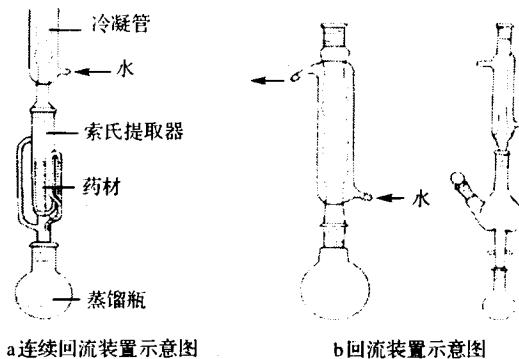


图 1-4 回流法装置

四、回流法装置

在该装置（图 1-4）中，将提取药材和溶剂加入圆底烧瓶内，将其置于水浴锅中，接上冷凝管和通水胶管，然后向冷凝管通水，加热水浴锅。此装置适用于多种能耐热成分的提取，在实验里可根据实验条件自行设计和安装。

五、提取液过滤装置

该装置（图 1-5）主要用于提取溶液的过滤，最常用的有常压过滤法、减压过滤法、热滤法。根据提取物中的成分性质、提取溶液的量选择大小。

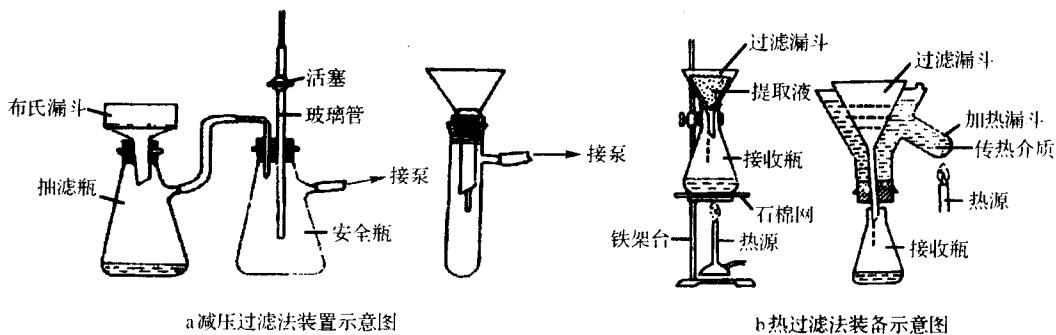
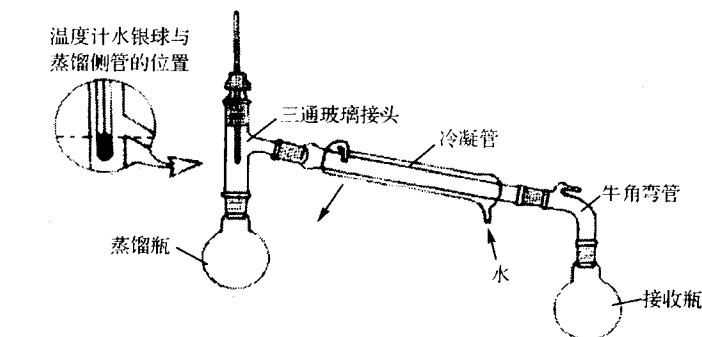


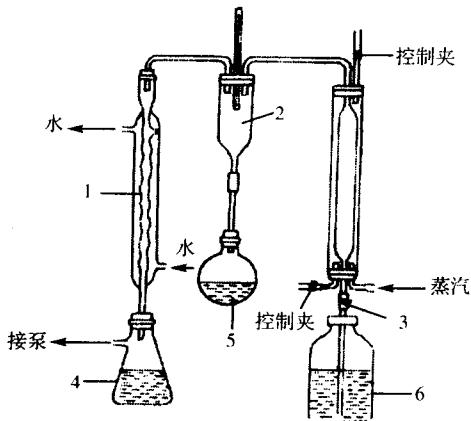
图 1-5 提取液过滤装置

六、滤液浓缩装置

滤液浓缩有常压蒸馏（图 1-6a）、薄膜蒸馏（图 1-6b）、减压蒸馏（图 1-6c）等多种方法，根据实验要求选用。



a 常压蒸馏法装置示意图



b 薄膜蒸馏法装置示意图

1. 冷凝管 2. 气液分离管 3. 活塞 4. 回收溶剂 5. 浓缩液 6. 提取液

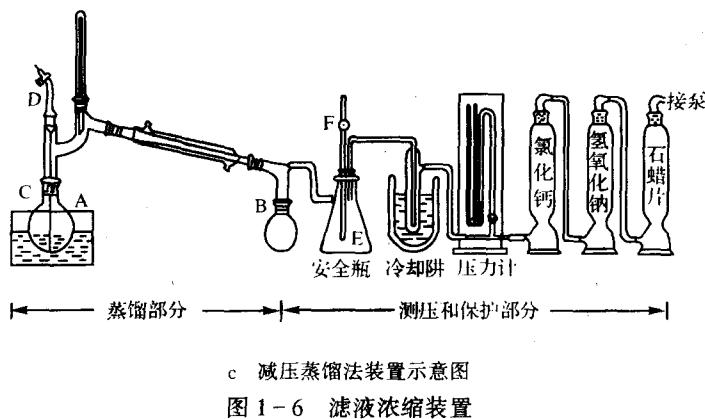


图 1-6 滤液浓缩装置

七、挥发油提取与分馏装置

挥发油提取器装置（图 1-7a）的选用要根据挥发油的密度选择，如挥发油的密度小于水应选择（1）装置，如挥发油的密度大于水应选择（2）装置。它们可用于挥发油的提取，也可以用于挥发油的定量。

分馏装置（图 1-7b）主要用于挥发油的分离，通过分馏可将挥发油进一步纯化，在此分馏过程中需严格控制温度。以下装置根据需要可购置配套供实验用。

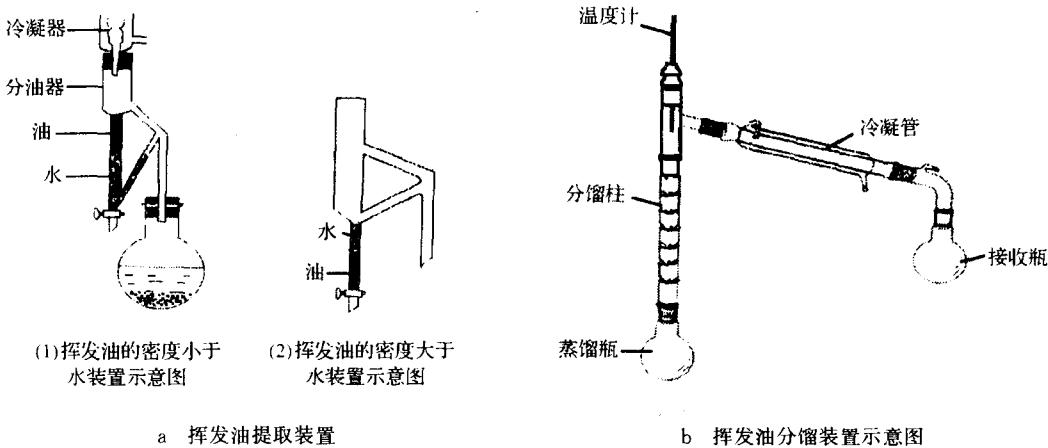


图 1-7 挥发油提取与分馏装置

八、逆流萃取法装置

萃取法分为简单萃取法和逆流萃取法，简单萃取法可在分液漏斗中进行，逆流连续萃取装置和液滴逆流分配法装置分别见图 1-8a 和图 1-8b，根据原理可自行设计，也可购置。主要根据各组分在两相互不相溶的溶剂中它们的分配系数的差异来分离混合物。

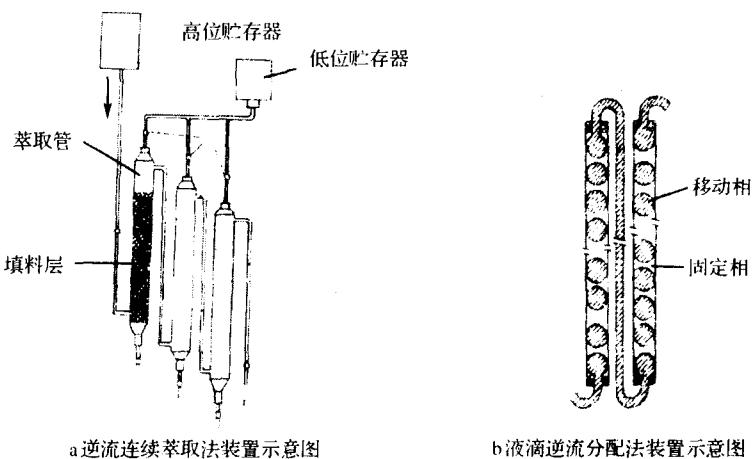


图 1-8 逆流萃取法装置

九、样品真空干燥法装置

真空干燥法装置（图 1-9）主要用于产品的干燥，根据产品的性质在真空条件下选择适宜的干燥剂对产品进行干燥。

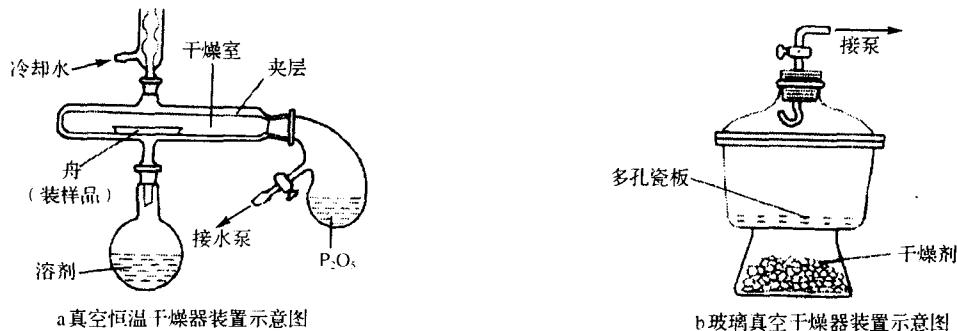
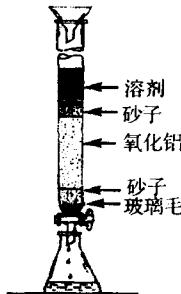


图 1-9 样品真空干燥法装置

十、色谱分离法装置、软板制备及展开装置

柱色谱（图 1-10a）主要用于混合物的分离，薄层色谱（图 1-10b）和纸层色谱（图 1-10c）用于微量成分的分离及成分的鉴定。软板制备及展开示意图见图 1-10d。



a 柱色谱法装置示意图