



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

全国高等医药院校药学类实验双语教材

QUANGUO GAODENG YIYAO YUANXIAO YAOXUELEI

SHIYAN SHUANGYU JIAOCAI

# 天然药物化学 实验与指导

(第二版)

[主编 梁敬钰]

EXPERIMENT AND  
GUIDE FOR  
NATURAL PRODUCT  
CHEMISTRY  
(SECOND EDITION)



中国医药科技出版社

“十三五”国家重点图书出版规划项目

全国普通高等院校医药类药学专业教材

主编 王 强 副主编 王 强 王 强 王 强 王 强

# 天然药物化学 实验与指导

（第二版）

王 强 主编

EXPERIMENT AND  
GUIDE FOR  
NATURAL PRODUCT  
CHEMISTRY  
(Second Edition)

中国医药出版社

普通高等教育“十一五”国家级规划教材  
全国高等医药院校药学类实验双语教材

# 天然药物化学实验与指导

(第二版)

**Experiment and Guide for Natural Product Chemistry**  
**(Second Edition)**

**主 编** 梁敬钰

**副主编** 冯 锋

**编 委** (以姓氏笔画为序)

才 谦 (辽宁中医药大学)

冯 锋 (中国药科大学)

陈 莉 (中国药科大学)

陈佩东 (南京中医药大学)

杨官娥 (山西医科大学)

柳润辉 (上海第二军医大学)

殷志琦 (中国药科大学)

赵雪梅 (泰山医学院)


黄雪峰 (中国药科大学)

梁敬钰 (中国药科大学)

蒋建勤 (中国药科大学)

蔡亚玲 (华中科技大学)

魏秀丽 (南京工业大学)

 中国医药科技出版社

## 内 容 提 要

本书是全国高等医药院校药理学类实验双语教材之一。全书内容由实验室安全守则、天然药化实验中常用方法、设计性实验的设计思路和实施方法、天然药化实验实例、附录几部分组成。其中，天然药化实验中常用方法和天然药化实验实例这两个核心部分用中英双语编写。

本书主要适用于高等医药院校药理学类和中药学类本科学生学习使用，也可用作成人教育和自学的参考教材。

### 图书在版编目 (CIP) 数据

天然药物化学实验与指导/梁敬钰主编. —2 版. —北京: 中国医药科技出版社, 2010. 9

全国高等医药院校药理学类实验双语教材. 普通高等教育“十一五”国家级规划教材

ISBN 978 - 7 - 5067 - 4708 - 0

I. ①天… II. ①梁… III. ①生药学 - 药物化学 - 化学实验 - 双语教学 - 医学院校 - 教材 IV. ①R284 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 126265 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](http://www.cmstp.com)

规格 787 × 1092mm<sup>1</sup>/<sub>16</sub>

印张 13<sup>1</sup>/<sub>4</sub>

字数 298 千字

初版 2003 年 8 月第 1 版

版次 2010 年 9 月第 2 版

印次 2010 年 9 月第 2 版第 1 次印刷

印刷 三河市华新科达印务有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978 - 7 - 5067 - 4708 - 0

定价 26.00 元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

# 全国高等医药院校药学类规划教材常务编委会

名誉主任委员 吴阶平 蒋正华 卢嘉锡

名誉副主任委员 邵明立 林蕙青

主任委员 吴晓明 (中国药科大学)

副主任委员 吴春福 (沈阳药科大学)

姚文兵 (中国药科大学)

吴少祯 (中国医药科技出版社)

刘俊义 (北京大学药学院)

朱依谆 (复旦大学药学院)

张志荣 (四川大学华西药学院)

朱家勇 (广东药学院)

委员 (按姓氏笔画排列)

王应泉 (中国医药科技出版社)

叶德泳 (复旦大学药学院)

刘红宁 (江西中医学院)

毕开顺 (沈阳药科大学)

吴勇 (四川大学华西药学院)

李元建 (中南大学药学院)

李高 (华中科技大学同济药学院)

杨世民 (西安交通大学医学院)

陈思东 (广东药学院)

姜远英 (第二军医大学药学院)

娄红祥 (山东大学药学院)

曾苏 (浙江大学药学院)

程牛亮 (山西医科大学)

秘书 夏焕章 (沈阳药科大学)

徐晓媛 (中国药科大学)

浩云涛 (中国医药科技出版社)

高鹏来 (中国医药科技出版社)

# 出版说明

全国高等医药院校药学类规划教材是目前国内体系最完整、专业覆盖最全面、作者队伍最权威的药学类教材。随着我国药学教育事业的快速发展,药学及相关专业办学规模和水平的不断扩大和提高,课程设置的不断更新,对药学类教材的质量提出了更高的要求。

全国高等医药院校药学类规划教材编写委员会在调查和总结上轮药学类规划教材质量和使用情况的基础上,经过审议和规划,组织中国药科大学、沈阳药科大学、广东药学院、北京大学药学院、复旦大学药学院、四川大学华西药学院、北京中医药大学、西安交通大学医学院、华中科技大学同济药学院、山东大学药学院、山西医科大学药学院、第二军医大学药学院、山东中医药大学、上海中医药大学和江西中医学院等数十所院校的教师共同进行药学类第三轮规划教材的编写修订工作。

药学类第三轮规划教材的编写修订,坚持紧扣药学类专业本科教育培养目标,参考执业药师资格准入标准,强调药学特色鲜明,体现现代医药科技水平,进一步提高教材水平和质量。同时,针对学生自学、复习、考试等需要,紧扣主干教材内容,新编了相应的学习指导与习题集等配套教材。

本套教材由中国医药科技出版社出版,供全国高等医药院校药学类及相关专业使用。其中包括理论课教材 82 种,实验课教材 38 种,配套教材 10 种,其中有 45 种入选普通高等教育“十一五”国家级规划教材。

全国高等医药院校药学类规划教材

编写委员会

2009 年 8 月 1 日

# 序

实验教学是高等药学院校最基本的教学形式之一，对培养学生科学的思维与方法、创新意识与能力，全面推进素质教育有着重要的作用。飞速发展的科学技术，已成为主导社会进步的重要因素。高等药学院校必须不断更新教学内容，以学科发展的前沿知识充实实验课程内容。

近年来，中国药科大学坚持以研究促教改，通过承担教育部“世行贷款——21世纪初高等教育教学改革项目”及立项校内教改课题等多种方式，调动了广大教师投身教学改革的积极性，将转变教师的教育思想观念与教学内容、教学方法的改革紧密结合起来，取得了实效。此次推出的国家“十一五”规划教材——药学专业双语实验教学系列，是广大教师长期钻研实验课程教学体系，改革教学内容，实现教育创新的重要成果。他们站在21世纪教育、科技和社会发展趋势的高度，对药学专业实验课程的教学内容进行了“精选”、“整合”和“创新”，强调对学生的动手能力、创新思维、科学素养等综合素质的全面培养。这套教材具有以下的特点：

1. 教材将各学科的实验内容进行了广泛的“精选”，既体现了高等药学教育“面向世界、面向未来、面向现代化”，也考虑到我国药学教育的现状与实际；既体现了各门实验课程自身的独立性、系统性和科学性，又充分考虑到各门实验课程之间的联系与衔接，有助于学生在教学大纲规定的实验教学学时内掌握基本操作技术，提高动手能力，养成严谨、求实、创新的科学态度。

2. 教材中新增的综合性、设计性实验有利于学生全面了解和综合掌握本门实验课程的教学内容。这一举措既满足了学生个性发展的需要，更注重培养学生分析问题、解决问题的能力 and 创新意识。

3. 教材中适当安排一些反映药学科发展前沿的实验，有利于学生在掌握实验基本技术的同时，对药学科的新进展、新技术有所了解，激发他们学习药学知识与相关学科的兴趣。

4. 教材以实践教学为突破口，采用双语体系编写，为实验课程改革构建数字化、信息化和外语教学的平台，有利于提高学生的科技英语水平。通过我校多年的药学科系列实验课程双语教学实践，证明学生完全能够接受此套教材的教学。

国家十一五规划教材——药学专业双语实验教学系列教材的陆续出版，必将对推动我国高等药学教育的健康发展，产生积极而深远的影响。由于采用双语体系编写药学教学实验丛书尚属首次，缺乏经验，在内容选择及编写方法上的不妥之处，在所难免。欢迎从事药学教育的同行们批评赐教。

吴晓明

(中国药科大学校长、博士、教授、博士生导师)



# Preface

Experimental teaching is one of the most fundamental teaching means in pharmaceutical colleges, playing an important role in training scientific thoughts and methods, creative consciousness and ability of the students as well as in promoting quality-oriented education in all-round way. Fast-advancing science and technology has come to be an important factor in dominating social progress. Teaching materials must be updated continually in pharmaceutical colleges, especially enriching the materials of experimental courses with the most advanced knowledge in the subject.

In recent years, China Pharmaceutical University have been stressing the promotion of teaching reform on the basis of research, succeeding in stimulating teachers' enthusiasm for teaching reform by various means such as undertaking the project of teaching reform in higher education at the beginning of 21st century sponsored financially by World Bank and entrusted by the Ministry of Education as well as approving and ratifying internal programs on teaching reform. Meanwhile, it yields fruits to integrate the transforming of teachers' educational ideology into the reform of teaching materials and methods. This series of textbook of national "the Eleventh Five-Year Plan" bilingual pharmaceutical experimental teaching series, is an important achievement made through studying teaching system of experimental courses for long, reforming teaching materials and carrying out educational innovation of all the teachers concerned.

Meeting the new demands for education, science and technology and social growth, they select, integrate and innovate the teaching materials of pharmaceutical experimental courses, stressing the overall cultivation of comprehensive qualities, including experimental ability, creative thought and scientific attainments. This set of textbook possesses the following features:

1. These textbooks make an extensive "selection" of the experimental materials of each subject, reflecting the goal of facing the world, facing the future and facing the modernization in higher pharmaceutical education, and taking into account the status quota and reality of our pharmaceutical education; meanwhile embodying the individuality, systematicness and scientificness of each experimental courses, which helps the students to grasp basic techniques of operation within the class hours of experimental teaching pre-

scribed by teaching syllabus and to improve their experimental ability and finally to cultivate a scientific approach of precision, practicality and creation.

2. The comprehensive designing experiments newly supplemented in the textbooks help the students to learn totally and grasp comprehensively the teaching materials of the experimental courses, which not only meets the students' needs for individual development but also trains their ability to analyze and solve problems and cultivates their creative consciousness.

3. Some experiments representing the latest development in pharmacy are properly included in the textbooks, which helps the students to learn about new advance and technology in pharmacy and to further arouse their interests in studying pharmacy and relevant subjects while grasping some basic techniques of experiment.

4. The textbooks take experimental teaching as starting point and are compiled in a system of bilingualism and aim to set up a platform of digitalization, information and foreign language teaching for the purpose of reforming experimental courses, which serves to enhance the students' level of technological English. It has been proved that the students have no difficulty being adapted to the teaching of this set of textbook through many years of bilingual teaching practice carried out in a series of pharmaceutical experimental courses of our university.

The successive publishing of the series of textbooks used for bilingual pharmaceutical experimental teaching—the national “the Eleventh Five-Year Plan” textbooks, will surely produce good and far-reaching influence in promoting the sound development of higher pharmaceutical education of our country. Since it is the first time that we have compiled this series of textbook of pharmaceutical teaching experiment in a bilingual system, we lack experience and thus some defects in choice of materials and way of compilation are inevitable. Experts engaged in pharmaceutical education are welcome to give any criticisms and advice.

**Wu Xiaoming**

Ph. D, prof. , and supervisor of doctoral candidates  
President of China Pharmaceutical University

# 前 言

天然药物化学是运用现代科学理论与技术对天然药物的药效物质基础进行化学研究的一门课程。我国天然药物资源十分丰富，达 12800 种以上。天然药物化学是以寻找和发现天然物中药效活性成分和重要的前导化合物为目的的科学研究，在以天然物为来源的新药研发中，占有重要的地位。

《天然药物化学实验与指导》是天然药物化学的实验课教材，由实验室安全守则、天然药化实验中常用方法、设计性实验的设计思路和实施方法、天然药化实验实例、附录几部分组成。其中，天然药化实验中常用方法和天然药化实验实例这两个核心部分用中英双语编写，以满足天然药物化学实验的双语教学要求，有助于提高学生的专业英语水平。

《天然药物化学实验与指导》主要适用于高等医药院校药学类和中药学类本科学生学习使用，也可用作成人教育和自学的参考教材。

《天然药物化学实验与指导》第二版由梁敬钰担任主编，冯锋担任副主编。与第一版相比，第二版的“第二部分 天然药化实验实例”的内容有较大增加。本教材具体编写分工如下：“第一部分 天然药化实验中常用方法”的一、二由魏秀丽编写，三由陈莉编写；“第二部分 天然药化实验实例”中，实验一和实验二由冯锋编写，实验三和实验五由蒋建勤编写，实验四和实验十二由赵雪梅编写，实验九由才谦编写，实验六和实验十八由陈佩东编写，实验七和实验十五由黄雪峰编写，实验八和实验十一由杨官娥编写，实验十六由殷志琦编写，实验十和实验十七由柳润辉编写，实验十三由蔡亚玲编写，其余部分（包括实验十四）由梁敬钰编写。

由中国药科大学天然药物化学教研室编写的“天然药物化学实验”讲义应用多年，是全教研室许多教师的心血结晶，对本教材的编写具有极为宝贵的参考价值。本书编写中，始终得到出版社和各位同行专家的热情鼓励和支持，在此一并表示衷心的感谢。

在编写的过程中，我们做了很大努力，但由于编者学术水平和编写能力有限，不当和错误之处在所难免，敬请广大师生和读者予以指正。

编 者

2010 年 3 月

# 目 录

## Contents

### 第一部分 天然药化实验中常用方法

一、提取.....	(1)
二、分离、纯化方法.....	(2)
三、天然化合物的理化数据、波谱数据的测定与结构鉴定.....	(4)
四、设计性实验的设计思路和实施方法.....	(11)
I. Extraction.....	(12)
II. Several methods in separation and purification.....	(13)
III. Physical and chemical information, spectra data, and structure determination of natural compounds.....	(16)
IV. Design ideas and implementation methods of designing experiments.....	(25)

### 第二部分 天然药化实验实例

实验一 基础实验.....	(27)
Experiment I Basis Experiment.....	(30)
实验二 芦丁和槲皮素的提取、分离和结构鉴定.....	(35)
Experiment II Extraction, Isolation & Identification of Rutin and Quercetin.....	(40)
实验三 葛根中异黄酮类化合物的提取、分离与鉴定.....	(45)
Experiment III Extraction, Isolation and Identification of Isoflavonoids in Pueraria Lobatea Radix.....	(48)
实验四 黄芩苷的提取、分离和鉴定.....	(51)
Experiment IV Extraction, Isolation & Identification of Baicalin.....	(56)
实验五 苦参碱和氧化苦参碱的提取、分离与鉴定.....	(61)
Experiment V Extraction, Isolation and Identification of Matrine and Oxymatrine.....	(64)
实验六 掌叶防己碱的提取、分离及氢化.....	(67)
Experiment VI Extraction, Isolation & Hydrogenation of Palmatine.....	(71)
实验七 粉防己碱的提取、分离和鉴定.....	(75)
Experiment VII Extraction, Isolation and Identification of Tetrandrine .....	(80)
实验八 大黄中游离蒽醌的提取、分离和鉴定.....	(85)
Experiment VIII Extraction, Isolation & Identification of Free Anthraquinone in	

Rhei Radix et Rhizoma .....	(92)
实验九 前胡中香豆素的提取分离和鉴定 .....	(100)
Experiment IX Extraction and Identification of Coumarins from Peucedani Radix .....	(104)
实验十 何首乌中二苯乙烯苷的提取分离和鉴定 .....	(108)
Experiment X Extraction, Isolation & Identification of Stilbene Glucoside from Polygoni Multiflori Radix .....	(113)
实验十一 陈皮挥发油的提取与鉴定 .....	(117)
Experiment XI Extraction and Identification of Essential Oil in Citri Reticulatae Pericarpium .....	(122)
实验十二 青蒿素的提取、分离和鉴定及蒿甲醚的制备 .....	(127)
Experiment II Extraction, Isolation & Identification of Artemisinin and Preparation of Artemether .....	(131)
实验十三 穿心莲内酯的提取、分离和鉴定及硫酸氢钠加成物的制备 .....	(135)
Experiment XIII Isolation & Identification of Andrographolide and Preparation of the Adduct of Andrographolide with Sodium Hydrogen Sulfite .....	(140)
实验十四 紫杉烷二萜成分的提取、分离和鉴定 .....	(145)
Experiment XIV Extraction, Isolation & Identification of Taxane Diterpenoids .....	(148)
实验十五 白头翁皂苷的提取、分离和鉴定 .....	(151)
Experiment XV Extraction, Isolation & Identification of Saponins from Pulsatillae Radix .....	(153)
实验十六 齐墩果酸的提取分离与鉴定 .....	(155)
Experiment XVI Extraction, Isolation & Identification of Oleanolic Acid .....	(158)
实验十七 薯蓣皂苷元的提取、分离和鉴定 .....	(161)
Experiment XVII Extraction, Isolation & Identification of Diosgenin from <i>Dioscorea</i> <i>Nipponica</i> .....	(167)
实验十八 天然产物化学成分系统预实验 .....	(173)
Experiment XVIII Systemic Pretesting on Chemical Components of Nature Products .....	(180)

### 第三部分 附 录

1. 常用有机溶剂及有关数据表 .....	(189)
2. 常用层析材料及有关数据表 .....	(193)
3. NMR 谱测定常用氘代溶剂及其溶剂杂质峰 ( $^1\text{H}$ 的 $^{13}\text{C}$ ) 和水峰 (谱图和数据) .....	(196)
4. 天然药物化学常用工具书和期刊介绍 .....	(197)

# 第一部分 天然药化实验中常用方法

## 一、提取

### 1. 提取

提取分离就是尽量使需要的成分和不需要的成分分开，去粗取精。植物体内的成分是由多种复杂的化学成分所组成。其中，生物碱、萜类、甾体、黄酮体、蒽醌、香豆素、有机酸、氨基酸、单糖、低聚糖、多糖、蛋白质、酶及鞣质等，一般被认为具有药用价值；而纤维素、叶绿素、蜡、油脂、树脂和树胶等，被认为是具有经济价值的成分，在研究植物生理活性成分时作为杂质除去。这里介绍一些提取分离所需成分、去除杂质的常用方法。

(1) 水提取 水提取可分为水煎、水浸和水渗漉三种，也可用酸水或碱水提取。碱性、酸性或苷类化合物，如小檗碱、甘草酸、芸香苷等，较易溶于水，可选用水为提取溶剂。但是用水提取时，提取液中杂质较多（如无机盐、蛋白质、糖和淀粉等），不利于进一步分离。因此，有些化合物虽能溶于水，但为了使杂质尽量少带出来，也常常用有机溶剂提取。

(2) 有机溶剂提取 有机溶剂提取常采用回流提取法、索氏提取法、浸渍法和渗漉法。可采用几种极性不同的溶剂，由低极性到高极性分步提取，使各成分以其在不同极性溶剂中溶解度的差异而得到分离。也可采用单一溶剂提取。因乙醇溶解性能好，对植物细胞的穿透能力强，单一提取的常用溶剂为不同浓度的乙醇，浓度根据被提取物质的性质而定。

(3) 水蒸气蒸馏 挥发油和某些挥发性成分能用水蒸气蒸馏得到。如麻黄碱就可以用水蒸气蒸馏法从麻黄中直接蒸馏出来。

几种常见提取方法的装置见图 1-1 和 1-2。



图 1-1 索氏提取装置

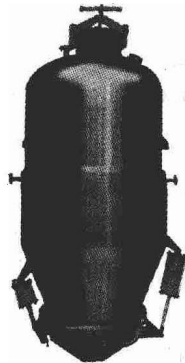


图 1-2 渗漉桶

## 2. 过滤

过滤是从液体中分离固体的简单方法，常用于去除溶液中的不溶物和提取后去除药渣。通常，过滤的操作是通过滤纸和漏斗来实现的，有时也会采用柱过滤。几种常见的装置见图 1-3 和 1-4。



图 1-3 布氏抽滤装置

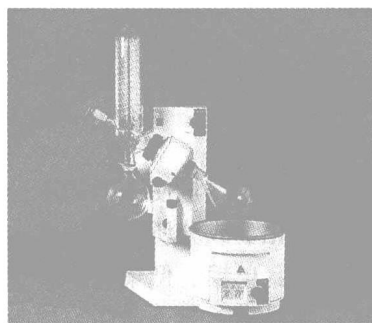


图 1-4 旋转蒸发仪

## 3. 浓缩

提取液的浓缩通常用旋转蒸发仪和冷冻干燥法。对于绝大多数化学实验室来说，旋转蒸发仪并不陌生。其浓缩过程是将样品溶液在减压条件下降低沸点，而样品的旋转可以使得溶剂蒸发时具有最大的表面积，溶剂的蒸气被冷凝收集于另外的容器中，最后得到的浸膏是圆底烧瓶的内壁上的一层薄膜状物。而含有表面活性物质的溶液，在旋转蒸发时容易形成泡沫而冲出容器，有时可以加入少量表面活性的有机溶剂（如正丁醇）以减少泡沫的形成。冷冻干燥在高真空度下进行，涉及冷冻的固体水的升华。样品溶液首先用液态二氧化碳或氟利昂冷冻，然后置真空中，使升华去水。当冷冻干燥中的样品不再失重时，即已干燥。

## 二、分离、纯化方法

### 1. 萃取/索氏提取/柱过滤等

通常所指的萃取，即液-液分配萃取，是利用混合物中的各成分在两种互不相溶的溶剂中分配系数的不同而达到分离的目的。当提取溶剂选用的是水或乙醇-水溶液时，提取后浓缩成浓水液，选择合适的有机溶剂与其萃取。若所需成分是脂溶性，可用有机溶剂如石油醚、三氯甲烷或乙醚；若所需成分是亲水性物质，用弱亲脂性溶剂如乙酸乙酯、正丁醇等。

### 2. 脱盐、去叶绿素

(1) 脱盐 脱盐是分离水溶性成分的一个重要步骤，使其易于分离。脱盐通常是简单的用水和与水不混溶的有机溶剂混合以除去无机盐的步骤。如果有效成分是脂溶性的，可以用反相柱（如 C18 柱）或其他各种有机聚合物（如 XAD-2，-4 和 -7）。用含水溶剂洗脱，盐最先被水洗脱，接着，其他有效成分被不同浓度的有机溶液洗脱。这种脱盐方法不能用于强极性或非离子化合物如极性氨基酸或糖。另一种常用的脱盐方法是排阻柱如葡聚糖凝胶 LH-10 和聚丙烯酰胺凝胶 P-2。无机离子与化合物及其与柱子间的难以预知的

相互作用常改变洗脱的顺序。

在大多数情况下，提取和分馏水溶性化合物必须用缓冲溶液。也就是说，水溶性成分分离的关键是找到合适的 pH 和离子浓度使化合物在给定基质上可分离。然而，缓冲盐和化合物分离很困难，这是因为缓冲盐多为仅有弱离子键作用、减压或冷冻干燥时有挥发性的弱酸和弱碱混合物。但实际上这些缓冲盐并不是很容易处理。

(2) 去叶绿素 叶绿素是植物中普遍存在的绿色色素，叶中含量最高，能溶于一般有机溶剂，较难溶于水。水溶液中的叶绿素可用石油醚或三氯甲烷萃取除去。乙醇或乙醇水溶液的提取浓缩液可加水或挥去乙醇至浓度为 15% ~ 20%，冷藏，使叶绿素沉淀出来。另外，叶绿素溶于碱水，不溶于酸水。利用此特点，也可通过酸碱处理除去，但需要所需成分溶于酸水或不溶于碱水，且稳定。

### 3. 离心薄层色谱法

经典的制备薄层色谱法有几个缺点，主要缺点是目标化合物在板上刮下时带下杂质和随后洗脱中带下吸附剂，会对测定产生影响。当有毒的物质从板上刮下来时，各种问题就出现了。其他缺点包括分离时间长，存在杂质及在用溶剂提取目标化合物时发现板上本身的杂质。

为了克服这些问题，采用了离心色谱法。原则上讲，离心色谱法的技术是通过经典的 TLC 采用一个离心力的作用加速流动相的流动——一个强加流动的方法。

离心色谱仪（见图 1-5）与以往色谱仪最大的区别在于它的转轴是倾斜的而不是水平的。仪器的核心是直径 24cm 载有合适吸附剂的用于制备的玻璃圆盘，在吸附剂中加入黏合剂防止板开裂。多数 2mm 的硅胶板可以按下述方法制备：将薄层层析硅胶 GF254 (60g) 放入 250ml 锥形瓶中，加入 180ml 0.8% 的 CMC - Na，剧烈振摇 30s，将适量调好的吸附剂倒在玻璃板上，铺板。室温干燥后置烘箱 (60 ~ 70℃) 活化 1h，冷却后，用固定在金属盘上的刮刀使吸附剂表面平滑，玻璃板中央有一小部分面积空出以便于流动相倒入。另外，还可用加硝酸银的硅胶和氧化铝做吸附剂来层析。

制备好的板（固定相厚度 1, 2 或 4mm）固定在电机的转轴上，流动相从圆盘中心没有固定相处，经泵以 1 ~ 10ml/min 流速导入，在重力作用下经过薄层板，首先洗去吸附剂上的脏东西。接着，上样或烘干后上样，再用流动相洗脱。

旋转部分被放在以石英玻璃覆盖的腔内，这样对那些日光下无色，紫外光下有吸收的化合物也可应用。在腔内以稳定的流速通入氮气，可以防止流动相蒸发，同时可防止化合物氧化。

流动相洗脱时，化合物在薄层板上呈同心的圆形条带，最后又装在腔内的引管道初，用 TLC 检测洗脱流分。通常，50 ~ 500mg (TLC  $R_f$  0.2 ~ 0.5) 混合物可用 2mm 的板分离。开始洗脱时要用非极性的溶剂，接下来再慢慢增加极性。

### 4. 液相柱色谱

液相柱色谱是分离和纯化有机化合物的一种重要方法。它包括常压柱色谱、低压柱色谱、中压柱色谱和高压柱色谱。色谱材料包括硅胶、氧化铝、纤维素、聚酰胺、葡聚糖凝

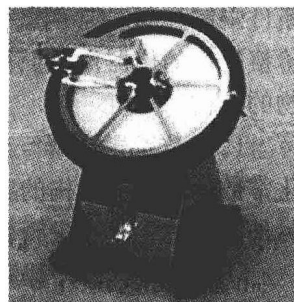


图 1-5 离心色谱仪



胶、活性炭、硅藻土等。液相柱色谱的洗脱剂通常为有机溶剂的混合物或水和极性有机溶剂的混合物。硅胶液相柱色谱是经常使用的正相柱色谱，以有机溶剂的混合物为洗脱剂。而 C18 键合硅胶液相柱色谱是经常使用的反相柱色谱，以水和甲醇（或乙腈）的混合溶剂为洗脱剂。

### 5. 重结晶

一个固体天然化合物达到一定的纯度，在一定的条件下，就会呈结晶状，这样就可以使结晶和母液分开，以达到进一步分离纯化的目的。有时结晶也是混合物，需要反复结晶，才能得到纯粹单一的结晶。

混合溶剂法重结晶，将粗晶溶于少量第一溶剂（使结晶易溶解的溶剂）中，然后加入恰好使溶液变成轻微混浊状所需要的足量溶剂。静置，冷至室温，结晶析出。同上操作收集晶体，必要时同法将产物进行第二次重结晶。详见实验一。

## 三、天然化合物的理化数据、波谱数据的测定与结构鉴定

### 1. 待测样品的纯度和干燥

(1) 纯度 要系统地测定一个复杂化合物的结构，一般要求其纯度达到 95% ~ 100%。结构研究是天然药物化学的重要研究内容之一，在结构研究前必须首先测定化合物的纯度，若纯度不合格，将给结构测定工作带来很大困难，甚至会导致结构测定的失败。例如，用 X 射线单晶衍射研究化合物结构时，对化合物的纯度要求非常高，一般需要大于 99.9%。

纯度鉴定的方法很多，如检查晶形、有无明确的熔点、熔距是否足够小等。但是最常用的还是各种色谱方法，如 TLC 或 PC 等。通常，只有当样品在三种不同的展开系统中呈现单一斑点时方可确认其为单一化合物。个别情况下，甚至必须采用正相和反相两种色谱方法加以确认。另外，气相色谱（GC）也是判断物质纯度的一种重要方法，但只适用于在高真空和一定加热条件下能够气化而不被分解的物质。HPLC 则不然，不受 GC 那样的条件限制。与 GC 一样，也有用量少、时间快、灵敏度高及准确的特点，但两者均需配置价格昂贵的仪器设备。很多情况下，纯化样品的目的就是为进行波谱测定，以确定化合物的结构。

(2) 样品的干燥 经提取、分离、纯化得到的化合物，需要进行干燥，然后再进行理化常数的测定和结构的鉴定，以进行深入的研究。一方面，样品在干燥状态下更加稳定；另外，计算得率及进行化合物结构的确定均要求样品是干燥的。

①惰性气体下干燥 样品被干燥时，在样品表面和气相间形成动态平衡。通过带走样品表面的溶剂蒸气，平衡向溶剂蒸发的方向移动而达到干燥。这可以在加热或不加热的条件下向样品通惰性气体如氮气来实现，最后在容器底部得到一层干燥的固体薄膜，但这种方法不容易操作。

②旋转蒸发 旋转蒸发器在大多数化学实验室都很常见，其操作简单，在减压下使样品的沸点降低，旋转样品达到最大的表面积，溶剂蒸发。蒸气进入冷凝管，用另一个容器收集，最后在圆底烧瓶内表面得到一薄层物质。

③真空干燥 通常我们用这种方法进行干燥，其原理是在真空装置中通过降低溶剂的沸点进行干燥，如果溶剂是水，一般在干燥器中加入干燥剂如五氧化二磷来吸水。如有必