

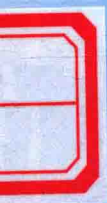


普通高等教育“十三五”规划教材

PUTONG GAODENG JIAOYU “13·5” GUIHUA JIAOCAI

# 天然药物化学实验指导

孙春龙 主编



冶金工业出版社  
www.cnmp.com.cn



Metallurgical Industry Press

冶金工业出版社



体验更多精彩阅读  
尽在冶金工业出版社微信平台

ISBN 978-7-5024-8247-3



9 787502 482473 >

定价16.00元  
销售分类建议: 药理学



普通高等教育“十三五”规划教材

# 天然药物化学实验指导

孙春龙 主编

北京

冶金工业出版社

2019

## 内 容 提 要

本书包括 17 项实验,重点介绍了浸渍法、渗漉法、煎煮法、回流法、连续回流提取法、沉淀法、结晶法、薄层色谱、纸色谱、柱色谱等的基本实验操作方法,以及这些方法在天然药物化学成分如黄酮类、醌类、香豆素类、生物碱类、甾体类等化合物的提取、分离、检识和鉴定中的应用。

本书所介绍的实验方案设计合理,实验内容丰富,具有很强的教学应用性。

本书为高等学校中药学、药学、制药工程等专业的实验教材,也可供天然药物化学领域的研究人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

天然药物化学实验指导/孙春龙主编. —北京:冶金工业出版社, 2019. 9

普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-5024-8247-3

I. ①天… II. ①孙… III. ①生药学—药物化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①R284-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2019) 第 176423 号

出版人 谭学余

地 址 北京市东城区嵩祝院北巷 39 号 邮编 100009 电话 (010)64027926

网 址 www.cnmip.com.cn 电子信箱 yjcb@cnmip.com.cn

责任编辑 宋 良 美术编辑 吕欣童 版式设计 孙跃红

责任校对 郑 娟 责任印制 李玉山

ISBN 978-7-5024-8247-3

冶金工业出版社出版发行;各地新华书店经销;三河市双峰印刷装订有限公司印刷

2019 年 9 月第 1 版, 2019 年 9 月第 1 次印刷

148mm×210mm; 4.75 印张; 138 千字; 141 页

16.00 元

冶金工业出版社 投稿电话 (010)64027932 投稿信箱 tougao@cnmip.com.cn

冶金工业出版社营销中心 电话 (010)64044283 传真 (010)64027893

冶金工业出版社天猫旗舰店 yjgycbs.tmall.com

(本书如有印装质量问题,本社营销中心负责退换)

# 前 言

天然药物化学是一门实践性非常强的学科，其中实验教学在天然药物化学课程的教学中占据着重要的地位，是天然药物化学课程的重要组成部分。实验教学的主要目的是通过天然药物中有效成分的提取、分离和鉴定等基本操作技能的训练，培养学生分析问题和解决问题的能力，从而训练严格的科研工作态度。同时，通过实验可进一步巩固课堂所学的理论知识，使理论与实践密切结合。

为了与天然药物化学教学相配合，提高和增强学生的创新能力、动手能力和自学能力，既能满足大多院校的实验条件和药学、中药学等各专业的学习需要，又能保持教材的系统性和使用方便性，我们收集、整理、参考、吸纳和引用了目前常用科研数据库的相关资料，在总结多年教学经验的基础上，编写了本书。

在本书中，重点要求学生掌握浸渍法、渗漉法、煎煮法、回流法、连续回流提取法、沉淀法、结晶法、薄层色谱、纸色谱、柱色谱等的基本操作方法，熟悉以上方法在天然药物化学成分如黄酮类、醌类、香豆素类、生物碱类、甾体类等化合物的提取、分离、检识和鉴定中的应用。由于天然药物中所含化学成分复杂，其中大多有效成分含量较低，实验中着重训练常量、半微量成分的提取、分离及检识方法，使学生具有初步设计提取天然药物中

主要类型成分的能力。

在本书编写过程中，得到了滨州学院生物制药教研室杜文、王宏国、刘雪红、付娟等教师的大力帮助，在此一并表示衷心的感谢！

由于作者水平所限，书中不当之处，敬请读者予以指正。

作 者

2019年7月

# 目 录

## 第一篇 实验注意事项与操作技术

天然药物化学实验注意事项.....	3
常用的提取分离实验操作技术.....	5
一、浸渍法操作.....	5
二、渗漉法操作.....	5
三、煎煮法操作.....	7
四、回流提取法操作.....	7
五、连续提取法操作.....	7
六、蒸馏法操作.....	8
七、减压蒸馏法操作.....	9
八、水蒸气蒸馏法 .....	11
九、萃取法操作 .....	13
十、重结晶 .....	14
参考文献 .....	17

## 第二篇 实验项目

实验一 薄层色谱 (TLC) .....	21
实验二 薄层色谱法检识中药制剂化学成分 .....	24
实验三 试管及纸片法在天然药物化学成分系统预试中的应用 ...	28

实验四	补骨脂香豆素的提取、精制与鉴定 .....	34
实验五	大黄中蒽醌类化合物的预试 .....	37
实验六	虎杖蒽醌类成分及白黎芦醇苷的提制和鉴定 .....	41
实验七	槐米中黄酮苷元的提制和鉴定 .....	48
实验八	黄芩中黄酮类化合物的提取、分离和鉴定 .....	55
实验九	穿心莲内酯类成分的提制和鉴定 .....	60
实验十	齐墩果酸的提取、分离及鉴定 .....	64
实验十一	穿山龙中薯蓣皂苷元的提取、分离和鉴定 .....	68
实验十二	茶叶中咖啡因的提取、分离及鉴定 .....	72
实验十三	苦参生物碱的提取、分离及检识 .....	75
实验十四	粉防己生物碱的提取、分离及鉴定 .....	80
实验十五	黄柏中小檗碱的提取、分离和鉴定 .....	90
实验十六	从黄连中提取、分离黄连素 .....	95
实验十七	综合与设计实验 .....	98

### 第三篇 附 录

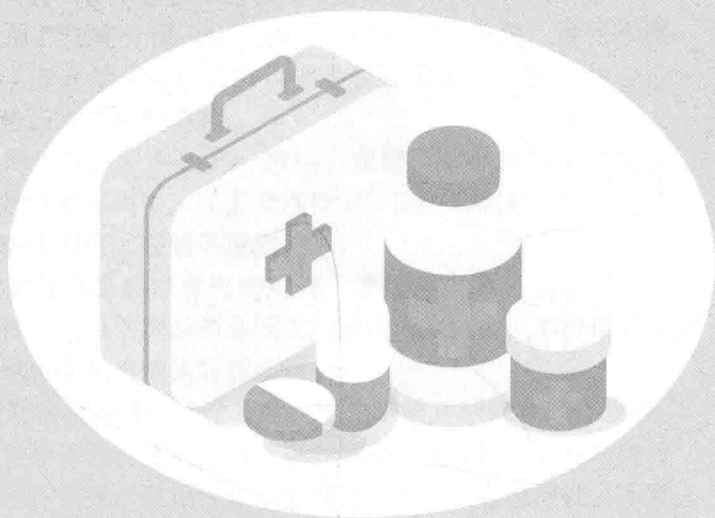
附录一	熔点的测定 .....	103
附录二	天然药物化学常用试剂及配制方法 .....	107
附录三	常用溶剂物理常数和精制方法 .....	114

附录四 常用溶剂性质表·····	116
附录五 分离各类成分的溶剂系统和显色剂·····	119
附录六 共沸混合溶剂·····	121
附录七 常用缓冲溶液的配制·····	122
附录八 天然药物化学实验常用仪器及其操作·····	127
附录九 天然药物化学实验其他装置图·····	134
参考文献·····	141

# 第一篇

## 实验注意事项与操作技术

SHIYAN ZHUYI SHIXIANG YU CAOZUO JISHU





## 天然药物化学实验注意事项

天然药物化学试验的特点是实验周期长,所用溶剂和试剂品种多,而且用量较大。许多有机溶剂具有易燃、有毒、腐蚀性、刺激性和爆炸性等特点,在实验操作过程中又经常需要加热或减压等操作,学生将接触各种热源和电器。如果操作不慎,易引起中毒、触电、烧伤、烫伤、火灾、爆炸等事故。所以要求每个实验操作者,必须加强爱护国家财产和保障生命安全的责任心,严格遵守操作规程,树立严密的科学实验态度,提高警惕,消除隐患,预防事故的发生。

为了确保实验的安全进行,特作如下要求:

(1) 实验前必须充分预习实验内容,明确实验原理、操作步骤及注意事项。实验开始前,应检查仪器是否完整无损,装置是否正确,经检查合格后方可开始实验。

(2) 实验时要保持室内整齐、清洁、安静,不准做与实验无关的事情,不得擅自离开岗位。在实验过程中,应密切观察实验进程是否正常,仪器有无漏气、破裂等现象。

(3) 倒取和存放易燃性有机溶剂时,要远离火源。不得随意将易燃性、易爆性的有机溶剂及药品倒入水槽或污水缸内,不得在烤箱内烘烤装有易燃性有机溶剂的容器或物品。

(4) 使用精密仪器及电气设备时,应先了解其原理及操作规程,检查好电路,按操作规程进行实验。遇到不明的问题,应及时向教师请教,切忌自作主张,乱用仪器。电器仪器不应放在潮湿处,不要用湿手接触电器。仪器用完后,应立即清理,关好电源。

(5) 回流或蒸馏易燃性有机溶剂时,应检查冷凝水是否畅通,仪器装置是否漏气。不得用明火直接加热,应根据其沸点选用水浴、油浴或沙浴。蒸馏溶剂时,要加入沸石,避免发生爆沸。添加溶剂时要移开水浴,待溶剂冷却后再加,并应重新加入沸石。

(6) 实验室中常用的苯、卤代苯、苯酚、苯胺、甲醇、二硫化

碳、氰化物、汞和铅盐等化合物均为有毒或剧毒药品，人体中毒的途径一般为消化道、呼吸道或皮肤吸收。所以，取用剧毒药物时，要注意切勿洒在容器外，不要接触皮肤或口腔。室内要通风良好，会产生毒气的操作应在通风橱内进行。毒物及废液不得随意乱倒。实验室内严禁进食。

(7) 实验结束时，应将水、电、门窗关妥后，方能离开实验室。

(8) 实验时，一旦不慎起火，应沉着冷静，积极灭火。首先立即切断实验室内所有电源及火源，搬走易燃易爆物品，同时针对起火点情况，选用适当灭火器材进行灭火。

(9) 急救常识。

1) 外伤：及时取出伤口中的碎玻璃屑或固体物质，用蒸馏水冲洗后涂上红药水，用消毒纱布包扎。大伤口则先按压主血管止血，急送医院治疗。

2) 烧伤：轻伤可在创面涂以硼酸凡士林，重伤则须请医生诊治。

3) 试剂灼伤：

①酸灼伤：立即用大量水冲洗，然后用3%碳酸氢钠溶液蘸洗。

②碱灼伤：立即用大量水冲洗，然后用1%醋酸溶液蘸洗。

# 常用的提取分离实验操作技术

## 一、浸渍法操作

### 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。药材再加入适量溶剂浸泡 2~3 次，使有效成分大部分浸出。然后将药渣充分压榨、滤过，合并滤液，经浓缩后可得提取物。

### 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，浸渍时间短，却能浸出较多的有效成分。由于温度较高，浸出液冷却后放置贮存常析出沉淀，为保证质量，需滤去沉淀后再浓缩。

## 二、渗漉法操作

### 1. 渗漉装置

常用的渗漉装置为渗漉筒，一般为圆柱形或圆锥形，筒的长度为筒直径的 2~4 倍。渗漉提取膨胀性不大的药材时，用圆柱形渗漉筒；圆锥形渗漉筒则用于膨胀性大的药材的渗漉提取。

### 2. 操作方法

将药材粗粉放在有盖容器内，再加入药材粗粉量 60%~70% 的浸出溶剂均匀湿润后，密闭，放置 15min 至数小时，使药材充分膨胀后备用。另取脱脂棉一团，用浸出液润湿后，铺垫在渗漉筒的底部，然后将已湿润膨胀的药材粗粉分次装入渗漉筒中。每次装药后，均须摊匀压平，松紧程度视药材质地及浸出溶剂而定，若为含

水量较多的溶剂，宜压松些；含醇量高的溶剂，则可压紧些。药粉装完后，用滤纸或纱布将药材面覆盖，并加一些玻璃珠或碎瓷片等重物，以防加入溶剂时药粉被冲浮起来。然后向渗漉筒中缓缓加入溶剂，并注意应先打开渗漉筒下方浸液出口之活塞，以排除筒内空气，待溶液自下口流出时，关闭活塞。流出的溶剂应再倒回筒内，并继续添加溶剂至高出药粉表面数厘米，加盖放置 24~48h，使溶剂充分渗透扩散。开始渗漉时，漉液流出速度如以总量 1000g 药粉计算，每分钟流出 1~3mL 或 3~5mL 为宜。渗漉过程中需随时补充新溶剂，使药材中有效成分充分浸出。渗漉溶剂的用量一般为 1：(4~8)（药材粉末：渗漉溶剂）。

### 3. 注意事项

(1) 供渗漉用的药材粉末不能太细，以免堵塞药粉颗粒间孔隙，妨碍溶剂通过。一般在大量渗漉时，将药材切成薄片或 0.5cm 左右的小段；小量渗漉时，粉碎成粗粉。若粉碎时残留的细粉较多时，应待粗粉充分湿润后将其拌入一起装筒，这样可避免堵塞渗漉筒。

(2) 药粉装筒前，一定要先放入有盖容器中，用溶剂湿润，且经放置一定时间，使药粉充分湿润膨胀，以免在渗漉筒中膨胀后造成堵塞，或膨胀不均匀造成浸出不完全。

(3) 装筒时，药粉的松紧及使用压力是否均匀，对浸出效果影响很大。药粉装得过紧，会使出口堵塞，溶剂不易通过，无法进行渗漉；药粉装得过松，溶剂很快流过药粉，造成浸出不完全，消耗的溶剂量增多。因此，装筒时要分次一层一层地装，每装一层，要用木槌均匀压平，不能过松过紧。

(4) 渗漉筒中药粉量装得不宜过多，一般为渗漉筒容积的 2/3，留有一定的空间以存放溶剂，可连续渗漉和便于操作。

(5) 药粉填装好后，应先打开渗漉筒下口活塞，再添加溶剂，否则会因加溶剂造成气泡，冲动粉柱而影响浸出。渗漉过程中，溶剂面必须保持高出药面，否则渗漉筒内药粉会干涸开裂，再加入溶剂时，则会从裂隙间流过而影响浸出。若采用连续渗漉装置，则可避免此现象的发生。

### 三、煎煮法操作

取药材饮片或粗粉置于适当容器（勿用铁器）中，加水浸没药材，充分浸泡后，加热煎煮；待药液沸腾后，继续保持微沸一定时间，然后进行滤过，得到水煎液。药渣再加适量水，重复操作数次至水煎液味淡薄为止。合并各次水煎液，浓缩即得提取物。一般需煎煮2~3次，煎煮的时间可根据药材的量及质地而定。对少量质松、轻薄的药材，第一次可煮沸20~30min；而药材量多或质地坚硬时，第一次约煎煮1~2h；第二、三次煎煮时间可酌减。

### 四、回流提取法操作

将药材粗粉装入圆底烧瓶内，添加溶剂使其浸过药面1~2cm。烧瓶内药材及溶剂的总量一般不超过烧瓶容积的1/2~2/3。烧瓶上方接通冷凝管，置水浴中加热回流一定时间后，滤出提取液，再添加新溶剂回流提取。一般需提取3次，然后合并提取液。

### 五、连续提取法操作

#### 1. 连续提取装置

在实验室中常用脂肪抽出器（索氏提取器），共分三部分：上部是冷凝管，中部是带有虹吸管的提取筒，下部为圆底烧瓶。三部分通过磨口严密连接。

#### 2. 连续提取法操作

先将研细的药材粉末装入滤纸筒中，轻轻压实，上盖以滤纸或少量脱脂棉，然后放入提取筒中；再将提取筒下端和盛有适量提取溶剂的烧瓶连接，上端接上冷凝管。安装完毕后，水浴加热。当溶剂沸腾时，蒸汽通过提取筒旁的玻璃管上升到达冷凝管中，被冷凝成为液体后，滴入提取筒中。当筒中液体的液面超过虹吸管的最高处时，由于虹吸作用，提取液自动全部流入烧瓶中。烧瓶内的溶液再受热气化上升，而被溶出的中药成分因不能气化而留在烧瓶中。如此循环提取，直至药材中的可溶性成分大部分提出后为止，一般需经历数小时才能完成。需大量提取时，可根据此原理设计类似的大量连续提取装置。

若试样量少,可用简易半微量提取器:把被提取中药粗粉放入折叠滤纸中。此装置操作方便,提取效果也较好。

### 3. 注意事项

(1) 滤纸筒可用定性滤纸捆扎而成。滤纸筒高度以超过索氏提取器的虹吸管1~2cm为宜。滤纸筒内径应小于索氏提取器的提取筒内径。

(2) 药材粉末的装入量不宜过多,放入提取筒内后,药面应低于虹吸管。并应注意不要把药粉流出滤纸筒外,以防堵塞虹吸管。

(3) 加热前,应在烧瓶内加入止暴剂,注意事项同蒸馏法。

## 六、蒸馏法操作

### 1. 蒸馏装置及安装

最常用的常压蒸馏装置,由蒸馏瓶、温度计、冷凝管、接液管和锥形瓶组成。

根据待蒸馏液体的量选择大小合适的蒸馏瓶,把配有温度计的塞子塞入瓶口,调整温度计的水银球上限和蒸馏瓶支管的下限在同一水平线上。蒸馏瓶与冷凝管相连的支管口应伸出塞子2~3cm。安装时,冷凝管上端的出水口应向上,保证套管中充满水;冷凝管下端通过塞子和接液管相连。接液管和锥形瓶间不可用塞子塞住,而应与外界大气相通。

在安装仪器前,首先选择合适规格的仪器,配妥各连接处的塞子。安装的顺序一般是先从热源处开始,然后由下而上、从左到右依次安装。蒸馏瓶用铁夹垂直夹好,铁夹的位置应在蒸馏瓶支管以上的瓶颈处;安装冷凝管时,铁夹应夹在冷凝管的重心部位,调整它的位置使与蒸馏瓶的支管在同一直线上,然后松开冷凝管铁夹,使冷凝管沿此直线移动和蒸馏瓶相连。这样才不致折断蒸馏瓶支管。再装上接液管和锥形瓶。各铁夹不应夹得太紧或太松,以夹住后稍用力尚能转动为宜。整套装置要求准确端正,无论从正面或侧面观察,全套仪器中各部件的中心线都应在一条直线上。所有的铁夹和铁座架都应尽可能整齐地放在仪器的背部。