

# 天然药物提取分离技术高职实训教学标准

## 一、课程基本信息

课程名称：天然药物提取分离技术实训

适用专业：高职药学、中药学、药品生产技术等专业

总学时：36 学时（6 个实验项目，每个项目 6 学时）

课程性质：专业核心技能实训课

前导课程：天然药物化学、分析化学、中药鉴定技术

后续课程：药物制剂技术、药品质量控制技术

## 二、课程目标

### （一）知识目标

掌握黄酮类、香豆素类、挥发油类、生物碱类、蒽醌类等天然药物主要成分的理化性质

理解各类成分提取分离的基本原理和方法

熟悉天然药物化学成分鉴定的常用技术和方法

### （二）能力目标

能独立完成天然药物有效成分的提取、分离、精制操作

能运用薄层色谱、紫外光谱等方法进行成分鉴别

能规范使用旋转蒸发器、层析柱等仪器设备

具备实验方案设计和问题解决能力

### （三）素质目标

培养严谨的科学态度和良好的实验习惯

增强安全生产意识和环保理念

提升团队协作能力和沟通表达能力

### 三、实训项目内容与要求

#### 项目一：槐米中芸香苷的提取、精制、水解和检识（6学时）

##### 【实训目标】

掌握碱溶酸沉法提取黄酮苷类化合物的原理和操作

学会芸香苷的重结晶精制技术

掌握芸香苷水解制备槲皮素的方法

能运用化学检识和薄层色谱法鉴定芸香苷和槲皮素

##### 【实训内容】

#### 第 1-2 学时：芸香苷的提取

槐米粉碎过筛（40目）

配制 0.4%硼砂水溶液，加热至沸

加入石灰乳调节 pH 8-9，保温浸提 30 分钟

趁热过滤，滤液用盐酸调节 pH 3-4，静置沉淀

抽滤收集粗品芸香苷

#### 第 3-4 学时：芸香苷的精制与水解

粗品芸香苷热水重结晶精制

取精制芸香苷加稀硫酸水解（沸水浴 30 分钟）

冷却后析出槲皮素黄色结晶

抽滤、洗涤、干燥得槲皮素精品

#### 第 5-6 学时：检识与鉴定

化学检识：盐酸-镁粉反应、三氯化铝反应、锆盐-枸橼酸反应

薄层色谱鉴定：硅胶 G 板，展开剂为正丁醇-醋酸-水（4:1:5 上层）

紫外光谱扫描测定最大吸收波长

计算提取率和纯度

**【考核要点】**

提取操作规范性（pH 控制、温度控制）

结晶形态观察与记录

检识反应现象描述准确性

实验报告完整性

## 项目二：秦皮中七叶苷和七叶内酯的提取分离与鉴定（6 学时）

**【实训目标】**

掌握香豆素类成分的提取分离方法

理解极性差异在分离中的应用

学会香豆素类成分的荧光检识技术

能区分七叶苷和七叶内酯的结构差异

**【实训内容】**

第 1-2 学时：总香豆素的提取

秦皮粗粉用乙醇回流提取 2 次（每次 1 小时）

合并提取液，减压浓缩至浸膏

浸膏加水混悬，依次用石油醚、乙酸乙酯萃取

回收溶剂得总香豆素部位

### 第 3-4 学时：柱层析分离

硅胶柱制备（湿法装柱）

样品上样，梯度洗脱（氯仿→氯仿-甲醇 9:1→8:2）

分段收集流分，薄层监测

合并相同流分，浓缩结晶

### 第 5-6 学时：鉴定与检识

性状观察：七叶苷（白色针晶）、七叶内酯（黄色棱晶）

荧光检识：紫外灯下观察蓝色荧光（七叶苷）和黄绿色荧光（七叶内酯）

异羟肟酸铁反应检识内酯结构

薄层色谱鉴定：展开剂为氯仿-甲醇-甲酸（8:2:0.1）

熔点测定对比文献值

#### 【考核要点】

柱层析操作熟练度（装柱均匀度、流速控制）

流分收集判断准确性

荧光现象观察记录

分离效果评价

### 项目三：八角茴香油的提取、分离和鉴别（6 学时）

#### 【实训目标】

掌握水蒸气蒸馏法提取挥发油的原理和操作

学会挥发油的分离纯化技术

掌握挥发油主要成分的检识方法

了解气相色谱在挥发油分析中的应用

#### 【实训内容】

第 1-2 学时：水蒸气蒸馏提取

八角茴香粉碎（适度粉碎，不过细）

安装水蒸气蒸馏装置

通入水蒸气蒸馏 3-4 小时

收集馏出液，用无水硫酸钠干燥

计算提油率

#### 第 3-4 学时：挥发油的分离

冷冻处理析出脑类成分（茴香脑）

减压分馏分离不同沸点组分

化学分离法：用亚硫酸氢钠除去醛类杂质

柱层析进一步纯化主要成分

## 第 5-6 学时：鉴别与分析

物理常数测定：相对密度、折光率、旋光度

化学检识：溴水反应（不饱和键）、2,4-二硝基苯肼反应（醛酮）

薄层色谱：展开剂为石油醚-乙酸乙酯（95:5）

气相色谱分析（演示）：鉴定反式茴香脑含量

气味特征描述与记录

### 【考核要点】

蒸馏装置安装规范性

提油率计算准确性

物理常数测定操作

安全操作意识（易燃溶剂使用）

## 项目四：茶叶中咖啡因的提取分离与鉴定（6 学时）

### 【实训目标】

掌握升华法提取生物碱的原理和操作

学会溶剂萃取法纯化咖啡因

掌握生物碱的沉淀反应检识

了解咖啡因的药用价值和检测方法

### 【实训内容】

第 1-2 学时：咖啡因的提取

茶叶末用乙醇索氏提取 2 小时

回收乙醇得浸膏

浸膏加碳酸钙拌匀，炒干

升华装置制备，加热升华（178℃以上）

收集升华物得粗咖啡因

### 第 3-4 学时：精制与纯化

粗品用少量热水溶解

活性炭脱色，趁热过滤

滤液冷却结晶或再次升华

真空干燥得精品咖啡因

### 第 5-6 学时：鉴定与检识

性状观察：白色针状或丝状结晶

熔点测定（234-237℃）

生物碱沉淀反应：碘化铋钾、碘化汞钾、硅钨酸试剂

紫脲酸铵反应（特征反应）

薄层色谱：展开剂为氯仿-甲醇-氨水（90:10:1）

紫外光谱测定（ $\lambda_{\max}=273\text{nm}$ ）

#### 【考核要点】

升华温度控制

结晶操作技巧

沉淀反应现象判断

产品纯度评价

## 项目五：大黄中游离蒽醌的提取分离与鉴定（6 学时）

#### 【实训目标】

掌握蒽醌类成分的提取分离方法

理解 pH 梯度萃取法的应用

学会蒽醌类成分的显色反应

能区分游离蒽醌和结合蒽醌

#### 【实训内容】

第 1-2 学时：总蒽醌的提取

大黄粉末用乙醇回流提取

回收乙醇，残渣加稀硫酸水解（使结合蒽醌游离）

用氯仿萃取游离蒽醌

回收氯仿得总游离蒽醌

### 第 3-4 学时：pH 梯度萃取分离

总蒽醌溶于乙醚

依次用 5%  $\text{NaHCO}_3$ 、5%  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 、1%  $\text{NaOH}$ 、5%  $\text{NaOH}$  萃取

各碱液层分别酸化，乙醚萃取

回收乙醚得不同酸性组分（大黄酸、大黄素、芦荟大黄素等）

重结晶纯化

### 第 5-6 学时：鉴定与检识

Bornträger 反应（碱性条件下显红色）

醋酸镁反应（橙红至紫红色，判断羟基位置）

薄层色谱：展开剂为石油醚-甲酸乙酯-甲酸（75:20:5）

各组分  $R_f$  值比较与定性

紫外-可见光谱扫描

#### 【考核要点】

pH 梯度萃取操作准确性

分层判断与分离技巧

显色反应结果分析

分离流程图绘制

### 项目六：黄连中盐酸小檗碱的提取、分离和鉴定（6 学时）

#### 【实训目标】

掌握季铵型生物碱的提取分离方法

学会盐析法和溶剂法纯化小檗碱

掌握小檗碱的特征检识反应

了解小檗碱的药理作用和临床应用

## 【实训内容】

第 1-2 学时：盐酸小檗碱的提取

黄连粗粉用 0.5%硫酸冷浸提取 24 小时

滤液加食盐饱和（盐析作用）

静置析出硫酸小檗碱粗品

抽滤收集沉淀

第 3-4 学时：转化与精制

粗品溶于热水，加盐酸转化为盐酸小檗碱

活性炭脱色，趁热过滤

滤液冷却结晶或加浓盐酸析晶

乙醇洗涤，真空干燥得精品

## 第 5-6 学时：鉴定与检识

性状观察：黄色针状或片状结晶

丙酮加成反应（生成黄色沉淀）

漂白粉反应（显樱红色）

薄层色谱：展开剂为苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨水（12:6:3:3:1）

紫外光谱测定（ $\lambda_{\max}=226, 263, 345\text{nm}$ ）

含量测定（分光光度法或高效液相色谱法演示）

### 【考核要点】

盐析操作规范性

结晶条件控制

特征反应现象描述

产品质量评价

## 四、教学实施建议

### （一）教学方法

任务驱动法：以生产任务单形式布置实验任务

示范教学法：教师关键操作示范，学生模仿练习

小组合作法：2-3 人一组，分工协作完成实验

问题导向法：设置问题情境，引导学生思考解决

## （二）教学资源

仪器设备：旋转蒸发仪、索氏提取器、层析柱、紫外分析仪、薄层色谱缸、熔点测定仪等

试剂材料：各药材原料、有机溶剂、显色试剂、层析材料等

数字化资源：虚拟仿真软件、操作视频、在线测试平台

## （三）安全措施

严格执行实验室安全操作规程

易燃溶剂远离明火，通风橱内操作

强酸强碱佩戴防护用具

废液分类收集，统一处理

## 五、考核评价标准

### （一）过程性考核（60%）

### 考核项目 分值

### 评价标准

实验预习 10% 预习报告完整，原理清晰，方案合理

操作规范 25% 仪器使用正确，操作步骤规范，安全意识强

实验记录 15% 记录及时、真实、完整，数据准确

团队合作 10% 分工明确，协作良好，沟通有效

## (二) 结果性考核 (40%)

### 考核项目 分值

### 评价标准

产品得率 15% 提取率达到预期范围

产品质量 15% 纯度符合标准，性状正常

实验报告 10% 数据分析深入，结论正确，格式规范

## (三) 综合评价等级

优秀 (90-100 分)：操作熟练，结果优良，报告出色

良好 (80-89 分)：操作规范，结果合格，报告完整

中等 (70-79 分)：操作基本正确，结果一般，报告较完整

及格 (60-69 分)：操作无明显错误，结果勉强合格

不及格 (<60 分)：操作失误多，未完成实验或结果不合格