

中南民族大学药学院化学生物学与药学实验教学中心

## 《生药学实验讲义》

刘新桥 万定荣 任永申等 编写

适用专业：    药学专业    

    药物制剂    

2012年3月

# 目 录

实验一	显微测量和部分药材的性状及显微鉴定 .....	3
实验二	薄层板的铺布和部分生药的性状、显微及理化鉴定 .....	12
实验三	部分生药的性状、显微及薄层色谱鉴定 .....	15
实验四	部分生药的性状、显微及理化鉴定 .....	19
实验五	单子叶植物类生药性状与显微鉴定 .....	21
实验六	动矿物类药材的性状鉴别与中成药粉末显微鉴定 .....	22

# 实验一 显微测量和部分药材的性状及显微鉴定

## 一、实验目的

1. 掌握显微制片、显微观察方法
2. 掌握显微测量、药材组织简图和粉末图绘制
3. 部分药材的性状与显微鉴定

## 二、实验内容

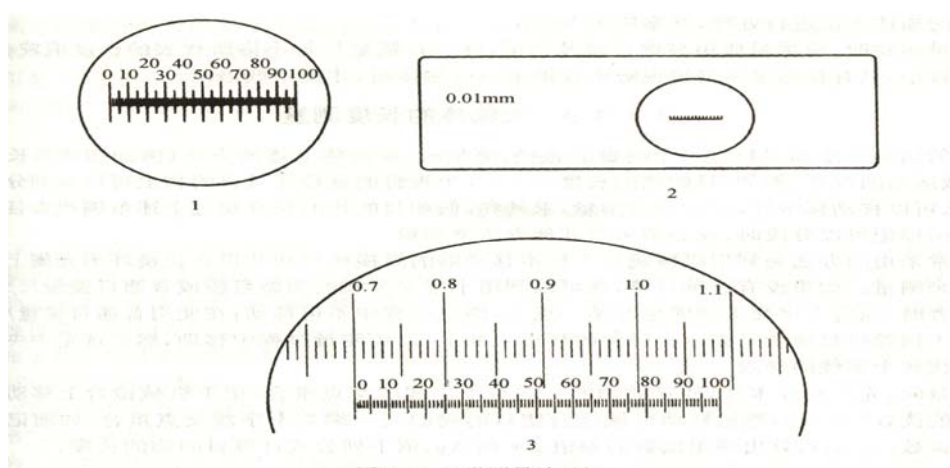
### 1. 显微测量：

使用标定的显微量尺，在显微镜下测量显微目的物的大小（一般以 $\mu\text{m}$ 为计量单位），称为显微测量。显微量尺是显微测量标尺的简称，是用来测量显微镜下所观察物体的大小和数目的测量工具。显微量尺由载台量尺和目镜量尺两部分组成，以 $\mu\text{m}$ （微米）为长度单位。

1.1. 载台量尺 (Stage micrometer), 又称载台测微尺, 是一种刻有标尺的特制载玻片。标尺全长 1mm, 刻度精确, 共刻有 10 个大格, 每一大格又分成 10 格小格, 所以共有 100 个小格, 每一小格的长度是 0.01mm, 即  $10\mu\text{m}$ 。有的标尺全长 2mm, 分为 200 个小格。标尺的外围有一黑环, 便于找到标尺的位置。标尺上用树胶封固一圆形盖玻片加以保护。

载台量尺是显微测量的标准, 用于校正目镜量尺, 并不直接用于测量物体。

1.2. 目镜量尺, 又称目镜测微尺, 是一种放置在目镜筒内的标尺, 为直径 18~20mm 的圆形玻璃片, 其上刻有各种形式的标尺, 有直线式和网格式等。测量长度的标尺为直线式, 在圆形玻璃的中央, 划有精确的平行刻度线, 全长 1cm 或 5mm, 等分成 100 个小格或 50 个小格 (每 1 个小格长  $10\mu\text{m}$ )。测量面积或计算数目的为网格式测微尺。



使用时，将目镜从镜筒中取出，旋出接目透镜，将目镜量尺放在目镜的光阑上，使有刻度的一面向下，再将接目透镜复位旋上，插回镜筒中，即可进行测量。

目镜量尺是用于直接测量物体的，单每小格的长度未知，因此必须用镜台量尺来校正，确定目镜量尺在不同条件下，每一小格的实际长度。

### 1.3.目镜量尺的校正

把目镜量尺装入目镜筒内后，将载台量尺安放在载物台上，象通常观察标本一样，把有标尺的部位移到视野中央，调整焦距，看清楚标尺上的刻度线；转动目镜，使载台量尺和目镜量尺相互平行；适当移动载台量尺，使两量尺一端的刻度线相互重迭在一起，再找出两量尺在另一端的重迭刻度线，分别记下两个量尺在两条重迭线之间的小格数，按下列公式计算：

$$\text{目镜量尺每 1 小格的实际长度} = \frac{\text{载台量尺的格数} \times 10\mu\text{m}}{\text{目镜量尺的格数}}$$

例 1：目镜 10×，物镜 10×，测得载台量尺 100 小格与目镜量尺 99 小格完全重迭。则：

$$\text{目镜量尺每 1 小格的实际长度} = \frac{100 \times 10}{99} \approx 10.1\mu\text{m} (10)$$

例 2：目镜 10×，物镜 40×，测得镜台量尺 25 小格与目镜量尺 100 小格完全重迭。则：目镜量尺每 1 小格长度 =  $\frac{25 \times 10}{100} \approx 2.5\mu\text{m}$

测得的数据，只要不更换显微镜或镜头，就能长期使用，一般记录在卡片上，以便查用。

### 1.4.微细物体的测量

取下载台量尺，换上欲测标本片，观察，用目镜量尺测量物体所占的小格数，乘以目镜量尺每一小格的已测好的实际长度，即得。

例如：在 10×40 镜下测得山药针晶束长 40 小格，每一小格长度为 2.5μm，针晶束长度是：2.5×40=100μm

由于观察得误差，如果计算结果有小数，可四舍五入。

### 1.5.使用显微量尺得注意事项

- (1) 显微量尺的校正和使用操作是，必须先低倍镜，再高倍镜。
- (2) 两个量尺重迭线之间的小格数应尽量多一些，因数目越少，误差越大。
- (3) 更换显微镜或镜头后，必须重新校正和换算目镜量尺每小格长度。
- (4) 物体测量通常使用高倍镜，测量长形物体如毛茸、纤维等，也可用低倍镜。

## 2. 显微切片与制片：

### 2.1. 徒手切片制片法

(1) 取材 根类，一般取主根中部，长 2~3cm，直径 1~1.5cm，较粗的根或根茎可用分割法，用刀割取所需部分；叶类以及鳞茎和完整的鳞叶，一般取主脉中部带有少量两侧叶肉部分；花类，一般取各部分分别制片；果实种子类，较小型的取完整者，大型果实也可用分割法取所需部位。

所取样品均需有代表性，应无畸形、虫蛀、霉变或其他污染等。

(2) 软化 选好样品后，新鲜或软硬适中者可直接切片，干燥材料应经软化处理后再进行切片，常用的软化方法有以下几种：

①冷水或温水浸泡：适用于一般样品。

②低浓度乙醇(30%~50%)浸泡：适用于含黏液质和菊糖等水溶性物质的样品。

③水煮法：适用于木材等坚硬的样品。方法是將干燥样品投入冷水中煮沸至沉入水底，即示细胞内空气已被除尽，取出样品，放入甘油—乙醇(1:1)的软化液中软化，至软硬适中。

④水蒸气软化法：适用于作显微化学用的样品。

方法：是把样品放干燥器隔板上，再放入含 5%苯酚的水适量，旋紧干燥器，一般经 12-24 小时，即可吸湿软化，或在干燥器中放温水不超过隔板，隔板上铺湿纱布一层，放上干燥样品，加盖密封，45℃恒温，至样品软硬适中。

(3) 徒手切片 按常规法：右手持徒手切片，则以左手姆指和食指夹持软化好的样品材料，用中指托着，使材料略高出食指和拇指，左手肘关节靠桌沿，以免切片时晃动，右手执切片刀片，与材料的切面保持平行(刀片或材料用蒸馏水或选择的润湿剂润滑，更便于切)，刀口向内，从左至右移动，一次切下，所得薄片约在 10~20 μm 之内。材料和刀刃经常润湿反复切削，将切削的薄片用毛笔沾水(或经选择的润湿剂，如稀甘油等)轻轻顺刀口方向拂下，放入盛有润湿剂的培养皿中，再选择薄而完整的切片标本，用稀甘油等封藏观察，必要时还应作水合氯醛液透化加热，稀甘油封片观察。

对较小的材料或叶片，可用小通草、胡萝卜及质厚的叶片等作夹持材料，即将小通草等夹持材料纵剖一条缝，把材料放下夹上，注意材料要放正，使切削时与刀片成一平行面。切削时连同小通草等夹持材料一起切下，放入盛有润湿剂的培养皿中，选择时除去夹持材料，按一般制片法及特殊处理制片即得。

(4) 制片 选取透明完整的切片(厚约 10~20 μm), 根据不同鉴别目的选用适宜的试剂装片。一般蒸馏水等直接装片法, 在《药用植物学》已做介绍。下面重点介绍水合氯醛加热透化装片法:

取合格切片置洁净的载玻片上, 加 2~3 滴水合氯醛试液, 解剖针混匀, 于酒精灯的小火焰上微热至沸, 移下, 略冷, 补加一滴试剂, 再加热至当沸, 如此反复至切片透明止。一般需要 2-3 次(切记: 加热时不要烧干)即透化完全。加稀甘油至适量混匀, 将切片摆在玻片中央略偏一方的位置, 小心加上盖玻片(不要出现气泡), 用吸水纸吸去多余的试液至试液充满整个盖玻片且不游动为止, 擦净玻片边缘及反面的污物, 即可镜检。徒手切片经水合氯醛透化(冷浸)后, 脱水染色, 也能制成永久片。

## 2.2 粉末制片法

(1) 粉末的制备 选取鉴定准确, 具有代表性的药材, 用小木锉锉下少许粉末或经粉碎过 50~80 目筛。

(2) 粉末制片法 粉末的临时制片一般应用时做三种不同的装片, 即水装片、稀甘油或甘油醋酸装片、水合氯醛试液装片(有时还需水合氯醛冷装片)。用牙签挑取少许药材粉末, 放置玻片中央稍偏一侧的位置, 根据需要加适当试剂 1~2 滴, 用解剖针轻轻搅匀, 小心加盖片即可。水合氯醛加热透化的标本片, 一般应加热 2~3 次, 注意点与徒手切片制片法相同。在制片过程中, 应摸索粉末和试剂的适宜用量, 又快又好的做出合格的粉末临时标本片。粉末药材也可用甘油明胶做成半永久片, 经脱水染色透明后做成永久标本片。

## 2.3 表面制片法

本法适用于叶片、萼片、花瓣、雄蕊和雌蕊等。另外浆果、草质茎和某些地下茎的表皮也可制成表面装片。

(1) 整体封藏法 适用于很薄的叶片、萼片和花瓣等样品, 可剪取所需部位 2 小片, 约 4mm<sup>2</sup>, 一反一正放载玻片上。加水合氯醛试液加热透化完全, 盖上盖玻片即可。也可放试管中加水合氯醛试液加热至样品透明, 再取样装片。孢子、花粉粒、雄蕊或雌蕊等, 可直接装片。

(2) 表面撕离法 较厚的叶片、萼片、花瓣及浆果、茎等, 可用镊子将软化好材料的表皮轻轻撕下, 将面朝上, 放载玻片上, 加水合氯醛透化至透明, 盖上盖玻片即可。

### 3. 显微观察方法:

在显微镜下镜检时视野的寻找应先用低倍镜,再用适当的高倍镜观察。即按“先低倍后高倍”的原则进行。为了避免在显微观察时,对标本片内某些少见或偶见的特征遗漏而影响观察结果。我们可采用“之”字移动法,使标本片沿着一定的线路移动,这样可以检查到玻片下的各个部位。

此法是在对焦后,旋动移动器,从盖玻片的左上角开始,逐渐使视野由左向右移动,到达右端后,使视野向近侧移动  $2/3 \sim 3/4$  个视野,然后使视野由右向左移动,到达左端后,再如前法移动,直到整个标本片全部观察完毕。镜检时视野移动线路如图 1-3。

### 4. 植物药组织显微简图表示方法:

#### 4.1. 药材组织简图绘制法

采用一定的图案符号(图 1-2),来表示药材切面中各种组织即某些特殊构造的层次和分布范围,这种组织图,称之组织简图。绘制方法如下:

(1) 制作标本片 制作反差较大的标本片,如各种二重、三重染色的石蜡切片,经间苯三酚-浓盐酸、氯化锌碘液或其他试剂染色后的手切片,要求组织结构清晰,界限分明。

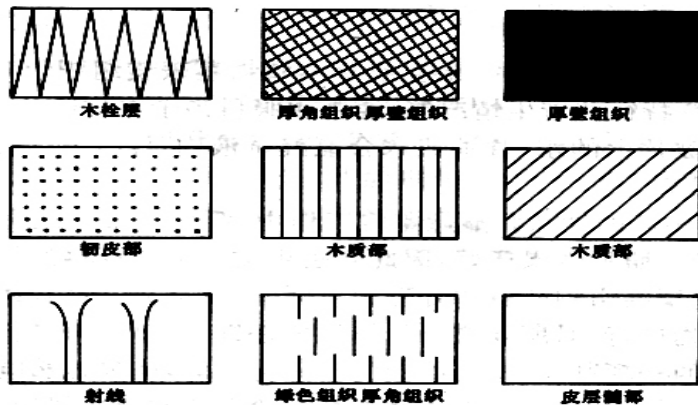
(2) 观察 描绘前,需要仔细观察标本片,熟悉切片中各种组织的构造层次,重要鉴别特征的位置、各种组织所占的比例等。

(3) 勾画轮廓图 ①用幻灯机或投影仪,将标本片投像于绘图纸上,调整合适的放大倍数,用 3H (2H) 铅笔轻轻勾画出各个部位的轮廓,不清晰的部位在显微镜下,用显微测量加以校正。②小型材料,可以直接用描绘器进行勾画。③徒手勾画法。

(4) 修正铅笔图 用 HB 型铅笔修正上述轮廓图,将各部位即重要特征,分别用规定的简图符号细心地描绘成铅笔图。

(5) 图注及图名 简图绘完后,用整齐的引线将各部位依次向右方或上、下方(叶类中药)引出,写上图注,图下方写上图的名称并注明放大倍数。

(6) 注意事项 ①绘简图符号时,应注意线条的平直和圆顺,点应均匀圆正,色调一致。②简图是平面图,不应绘出立体感,所有部位均用符号表示,不应把某个部位绘成详图。③简图一般要求整体性和全面性,但有的药材也可只绘局部或主要部位。



#### 4.2 药材组织详图绘制法

组织详图是把组织中各种细胞，由外向内一次绘出的组织图。绘制方法如下：

(1)、(2) 项同组织简图绘制法。

(3) 勾画轮廓图

利用描绘器观察绘图，或显微照相后依次放大的照片绘图。先用 3H 铅笔绘出草图。直径较小的组织可全部绘出，直径大的组织可由外向内分成数段，选取最有鉴别意义的组织特征描绘。描绘时，各段及各部位细胞的放大倍数应一致，各种细胞及内含物等应依次准确绘出，切忌随意填充。

(4) 详图中各类细胞的表示法及各种类型铅笔的使用：

① 各类细胞的表示法一般有三种：

a. 单线条法：适用于薄壁细胞。b. 双线条法：适用于略增厚壁的细胞。c. 三线条法：适用于成群的厚壁细胞及导管；如单个散在时，采用双线条法。

B、HB 铅笔：适于绘粗线条。如绘厚壁细胞、导管的外缘线。

H、2H 铅笔：适于绘中线条。如绘薄壁细胞，各种结晶体、淀粉粒等。

3H 铅笔：适于绘细线条。如绘厚壁细胞、导管的内缘线、层纹、纹孔等。

(5) 修正铅笔图

将勾画的轮廓图用不同型号（硬度）的铅笔和（4）项中规定的画法修整成铅笔图。

(6) 图注和图名

按简图法写上图注、图名和放大倍数。

(7) 注意事项

组织详图是细胞的平面图，但细胞内含物以及厚壁细胞应注意绘出立体感。



### 4.3 药材粉末图绘制法

粉末图是描绘粉末药材中具有鉴别意义的组织碎片、细胞或细胞内含物形态的特征图。绘制方法如下：

(1) 制作合适的粉末标本片，仔细观察。

(2) 用描绘器作图或镜检时直接作图。

(3) 选择有鉴别意义的特征，如实描绘。常见的粉末特征：导管、各种厚壁细胞、内含物、分泌组织、毛茸等。注意观察和描绘不同的角度和断面：如表面观、断面观、极面观、赤道面观等。

注意绘出立体感：如各种厚壁细胞、内含物、毛茸、导管等。

(4) 图版的排列、大小和放大倍数 图版排列的原则为各类特征相对集中，又要与其他特征适当交叉、美观、充实、大方；图版大小一般按各出版社要求的大小或其倍数计算；同一张粉末图中，要求使用同一个放大倍数。

(5) 修正铅笔图 按详图绘制法中 4、5 项进行。

(6) 图注和图名 铅笔图绘完后，将各类粉末特征标上数码，在图下写明，图的名称、放大倍数，其下面注明特征数码的图注。

(7) 注意事项 ①图版排列时，应注意突出重点特征，使占主要版面，次要特征占次要版面或填补空隙，既不能过于密集繁杂，又不能过于稀疏松散，切忌不可纵、横排队式。②图片的大小要适中，根据图纸的大小和图的多少确定。

### 4.4. 药材解离组织图的绘制法

(1) 根据材料的性质，选择合适的解离方法、制片，用描绘器进行描绘。

(2) 解离组织是观察研究药材某一组织中有鉴别意义的单个完整的细胞形态，故描绘时，单个细胞应绘全形图，过长的细胞，如纤维、管胞、筛胞等，可分上下两段描绘。描绘时，应体现立体感，各种细胞的鉴别点要绘出来，如细胞的纹孔、导管穿孔板、纤维末端的分枝等。

(3) 图版排列，一般各类细胞在图中分类集中纵向排列。同一图版中，可以使用不同的放大倍数，在图注中，分别注明放大倍数。其他与粉末图相同。

## 5. 药材性状鉴定：

观察冬虫夏草、海金沙、茯苓、猪苓、麻黄、绵马贯众、大黄、何首乌、虎杖、牛膝、川牛膝、太子参、川乌、草乌、附子、白芍、赤芍、黄连、淫羊藿等药材的性状特征，主要药材性状要点如下：

大黄 表面黄棕色至红棕色，具类白色网纹，根茎顶部横切面可见排成 1~3 环的“星点”（异型维管束）并有部分散在，中下部横切面“星点”多排成一环或渐散在，而根的横切面不具“星点”，有放射状纹理。气香，味苦涩，嚼之黏牙。

川牛膝 根较粗，直径 0.5~3cm，表面灰褐色。断面筋脉小点断续排成 3~8 环，质硬韧。

怀牛膝 根细长圆柱形，直径 0.5~1cm，表面灰黄或淡棕色，久贮色加深。质硬韧，受潮复柔软。端面角质样，黄白色筋脉小点（维管束）断续排列成 2~4 环。

何首乌 不规则块状，表面红棕色灰红褐色，质坚体重，横切面黄棕色，粉性，可见云锦状花纹（异常维管束），中央木心明显。

川乌 为不规则圆锥形，稍弯曲，顶端常有残茎，中部多向一侧膨大，长 2~7.5cm，直径 1.2~2.5cm。表面棕褐色或灰棕色，皱缩，有瘤状侧根及子根痕。质坚实，断面类白色或浅灰黄色，形成层环多角形。气微，味辛辣、麻舌。

附子 根据炮制方法不同，有盐附子、黑顺片、白附子之分。☐

①盐附子 侧根呈圆锤形，长 4~7cm，直径 3~5cm。顶端宽大，中央有凹陷的根芽痕，周围有瘤状突起的支根或支根痕。质重而坚硬。横切面灰褐色，有充满盐霜的小空隙及多角形环纹，环纹内侧导管束排列不整齐。气微、味咸而麻，刺舌。以个大、质坚实、灰黑色、表面光滑者为佳。

②黑顺片 为纵切片，上宽下窄，长 1.7~5cm，宽 0.9~3cm，厚 0.2~0.5cm。外皮黑褐色，切面暗黄色，油润光泽，半透明，有纵向导管束。质硬而脆，断面角质样。气微、味淡。以片大、均匀、棕黄色、有光泽者为佳。

③白附片 无外皮，黄白色，半透明，厚约 0.3cm。以片均、黄白色、半透明者为佳。

白芍 根呈圆柱形，长 5~18cm，直径 1~3cm，表面浅棕色或类白色，光滑，隐约可见横长皮孔及纵皱纹，有细根痕或残留棕褐色的外皮。质坚实，不易折断，断面类白色或微红色，角质样，形成层环明显，木部有放射线纹理。气微、味微苦而酸。

赤芍 呈圆柱形，稍弯曲，长 5~40cm，直径 0.5~3cm。表面棕褐色，粗糙，有纵沟及皱纹，并有须根痕及横向皮孔，有的外皮易脱落。质硬而脆，易折断，断面粉白色或粉红色，皮部窄，木部放射状纹理明显，有的有裂隙。气微香，味微苦、酸涩。

味连 多分枝，积聚成簇，常弯曲，形如鸡爪，单枝长 3~6cm，直径 0.3~0.8cm。

表面灰黄色或黄棕色，粗糙，具不规则结节状隆起、须根及须根痕残基，有的节间表面光滑如茎秆，习称“过桥”。上部可见残存的膜质鳞叶。质硬，断面不整齐，木部金黄色，髓部、皮部红棕色。味极苦。

雅连 多单枝，微弯曲，“过桥”较长。

云连 多单枝，细小，弯曲呈钩状，“过桥”短。

贯众：绵马贯众叶柄基部横切面有 5~13 个分体中柱。

麻黄 草麻黄：节上膜质鳞叶多 2 裂，裂片锐三角形、先端反卷（上部 3/4-1/3 分裂）。

中麻黄：鳞片先端多 3 裂，上部约 1/3 裂开。木贼麻黄：裂片短三角形，先端不反卷，上部约 1/4 分裂。

## 6. 药材显微鉴定：

海金沙 镜下应为孢子，观察是否有掺砂

茯苓 粉末——可见菌丝（细长、分枝）

大黄粉末：① 先以水/甘油醋酸试液装片观察淀粉粒 ② 再以水合氯醛装片观察：簇晶（大）；网纹、具缘纹、螺纹导管。

麻黄（横切面，粉末）

（1）横切面：

草麻黄：① 棱脊 16-24 个 ② 中柱鞘纤维束半月形 ③ 维管束 8-10 个

中麻黄：① 棱脊 18~28 个 ② 维管束 12~15 个

木贼麻黄：① 棱脊 13~14 个 ② 维管束 8~10 个

根据横切面特征，判断基源。

（2）草麻黄粉末：

① 保卫细胞侧面观电话筒状或哑铃形。

② 表皮细胞、纤维均有砂晶、方晶（嵌晶纤维）

③ 导管分子端壁有“麻黄式穿孔板”

## 实验二 薄层板的铺布和部分生药的性状、显微及理化鉴定

### 一、实验目的

1. 掌握薄层板的铺布
2. 学习生药的定性鉴别（理化鉴别）
3. 掌握部分生药的性状、显微鉴定

### 二、实验用品

薄层板（10×20cm）；硅胶 G，3%CMC-Na；薄层涂布器；研钵；水浴锅；试管；漏斗；滤纸

### 三、实验内容

#### （一）辨认下列药材（性状鉴定）

粉防己、厚朴、五味子（南、北）、八角茴香、杜仲、沙苑子、肉桂、延胡索、板兰根、山楂、苦杏仁、桃仁、乌梅、番泻叶、鸡血藤、葛根（葛根—野葛；粉葛—甘葛藤）、甘草、黄芪、金钱草、广金钱草、远志、黄柏（川黄柏—黄皮树；关黄柏—黄檗 bo）、酸枣仁、沉香、丁香。主要药材性状要点如下：

**防己** 本品呈不规则圆柱形、半圆柱形或块状，多弯曲，长 5~10cm，直径 1~5cm。表面淡灰黄色，弯曲处有深陷的横沟而成结肠状。体重，质坚实，断面平坦，灰白色，富粉性，有放射状纹理。气微，味苦。

**厚朴** 干皮呈卷筒状或双卷筒状，厚约 2~8mm，习称“筒朴”（连根部的一端展开如喇叭口，习称“靴筒朴”），外表面灰棕色至灰褐色；内表面紫棕色，有细密纵纹，指甲划之显油痕。质坚硬不易折断，折断面外侧呈颗粒状，内侧纤维性，有时可见多数发亮的小结晶（厚朴酚结晶）。气香，味辛辣、微苦。

**五味子** 北五味子：果实呈不规则球形或扁球形，直径 5~8mm。表面紫红色或暗红色，显油润有网状皱纹，有的现“白霜”。果肉柔软。种子 1~2 粒，肾形，种皮薄而脆。果肉味酸；种子破碎后有香气。南五味子：果实较小，直径约 5mm；果肉较干瘪，油性小。中果皮细胞有簇晶与方晶。

**肉桂** 呈浅槽状（企边桂）或卷筒状（油桂筒），长 30~50cm，宽或筒径 3~10cm，厚 2~8mm。外表面灰棕色，稍粗糙，有横向微突起的皮孔及细皱纹；内表面棕红色，平滑，有细纵纹，划之显油痕。质硬脆，断面颗粒性，外层棕色，内层红棕色而油润，两层之间有 1 条淡黄色线纹（石细胞带）。气香浓烈、特异、味甜、辛辣。

延胡索、不规则扁球形，直径 0.5~1.5cm。表面灰黄色或黄棕色，有不规则网状皱纹，顶端有略凹陷茎痕，底部有圆锥形小突起（根痕）。质坚硬，碎断面角质样，有蜡样光泽。气微，味苦。

板兰根、呈圆柱形，稍扭曲，长 8~20cm，直径 0.5~1cm。表面灰黄白色至淡棕黄色，有纵皱纹、横长皮孔与支根痕。根头部稍膨大，有暗绿色或暗棕色轮状排列的叶柄残基和密集的疣状突起。体实，质略软，断面皮部黄白色，木部黄色，粉性。味微甜，后苦、涩。

杜仲 树皮外表面淡灰棕色，内表面紫褐色。质脆，折断面有细密具弹性的银白色橡胶丝相连。气微、味稍苦，嚼之有胶状残留物。

山楂、北山楂呈类球形，通常横切成圆形厚片，直径 1~2.5cm。外皮深红色，具皱纹及灰白色小斑点。果肉深黄色至浅棕色。中部横切片具淡黄色果核 5 粒，但多脱落；有的片上见细短的果梗或宿萼残迹。气微清香，味酸、微甜。南山楂与北山楂主要区别：果实较小，直径 0.8-1.4cm；表面灰棕色，具细密皱纹，无灰白色小斑点；果肉薄，味酸涩。

苦杏仁、种子扁心形，一端尖，另端钝圆而厚，左右不对称，长 0.8~1.9cm，宽 0.8~1.5cm，厚 5~8mm。表面黄棕至红棕色，有不规则纵皱纹，自钝圆端合点处散出数条深棕色脉纹，近尖端边缘有短线形种脐，种脐与合点间有深色线形种脊。除去种皮可见黄白色子叶 2 片，肥厚，富油质。气微，味苦。与水共研产生苯甲醛香气。

桃仁、呈扁平长卵圆形，厚仅 2~4mm，边缘更薄，味微苦。②山桃仁呈类卵圆形，较小而肥厚（长约 9mm，宽约 7mm，厚约 5mm）。

乌梅 表面乌黑色（至棕黑色），极皱缩；果肉味极酸，其果核表面有众多小凹点

甘草 根长圆柱形，长 30~100cm，直径 0.6~3.5cm。表面红棕色、暗棕色或灰褐色。质坚实，断面纤维性，有粉性。横切面有形成层环与放射状纹理（菊花心），有裂隙，微具特异香气，味甜。

黄芪：根圆柱形，有的分枝，上端较粗，长 20~90cm，直径 0.8~3.5cm。表面淡棕黄色至灰褐色，有纵皱纹。质硬或较柔韧，折断面纤维性，有的显粉性；皮部约占半径的 1/3，乳白色至淡黄白色，有放射状裂隙（“皮松”），木部黄色，较紧结，“菊花心”明显（“皮松肉紧”），气微香，味甜，嚼之有豆腥气味。

黄柏（川黄柏—黄皮树；关黄柏—黄檗）、

关黄柏 树皮呈板片状，厚 2~4mm。外表面绿黄色 或淡 棕 黄色；内表面黄绿色或黄棕色，折断面鲜黄色或黄绿色，纤维性，可成片状剥离。气微，味苦，嚼之有粘性。

川黄柏 树皮呈板片状或浅槽状，厚 3~7mm。外表面黄褐色或黄棕色；内表面暗黄色或淡棕色，具细密纵棱纹。折断面深黄色，纤维性。

酸枣仁 表面紫红色或紫褐色，较平坦的一面的中间有 1 条隆起的纵线纹

沉香 国产沉香 不规则块状或长条，有的为小碎块。表面凹凸不平，有凿削痕，偶见孔洞，可见棕黑色树脂斑块与黄白色不含树脂的部分相同而成的斑纹。孔洞及凹窝表面多呈朽木状。质坚硬、断面刺状。气芳香，味微苦。燃烧时有浓烟、强烈香气及黑色油状物渗出。大多不沉于水。 进口沉香 圆柱形或不 规则 块 片， 多 长 10~15cm，宽 2~6cm；两端或表面有刀雕痕，淡黄棕色或灰黑色（即色较深），密布断续棕黑色细纵纹，有时可见黑褐色树脂斑痕。能沉或半沉于水；气味较国产者浓烈。

丁香 略呈研棒状，长 1~2cm。花冠圆球形，花瓣 4，覆瓦状抱合，棕褐色至黄褐色。花瓣内为雄蕊和花柱，搓碎后有众多黄色细粒状花药。萼筒圆柱状。略扁，有的稍弯曲，长 0.7~1.4cm，直径 0.3~0.6cm，红棕色或棕褐色，上部有 4 枚三角状萼片，十字状张开。质坚实，富油性。气芳香浓烈，味辛辣，有麻舌感。

## （二）重点药材的显微观察

### 1. 横切面观察（甘草，绘简图）

甘草： 木栓层；韧、木部纤维束成层排列；韧皮射线常弯曲，有裂隙；薄壁细胞含淀粉粒、方晶。

### 2. 粉末（绘图）

（1）甘草：纤维与晶鞘纤维（方晶）；具缘纹孔导管；棕色块

（2）厚朴：石细胞（分枝状）；纤维（有的一边锯齿状）；木栓细胞

## （三）理化鉴定

延胡索：粉末 0.5g + 稀醋酸液 3ml → 滤液 + 碘化汞钾试液 → 淡黄色 ↓

## （四）涂布薄层板

硅胶 G + 2.5—3 倍量的水（3‰CMC-Na 溶液）每 4g 硅胶 G 可铺一块板（10 × 20cm）每个涂布器可放 8 块板（可 6-7 人一组）铺好后，晾干，100℃干燥 1 小时，置干燥器中备用。

## 实验三 部分生药的性状、显微及薄层色谱鉴定

### 一、实验目的

1. 掌握药材的薄层色谱鉴定方法
2. 掌握部分生药的性状、显微鉴定

### 二、实验内容

#### (一) 辨认下列药材 (性状鉴定)

人参 (生晒参)、西洋参、三七、当归、独活、川芎、前胡、防风、柴胡、马钱子、龙胆、黄芩、薄荷、丹参、地黄、玄参、枸杞子、洋金花、地骨皮、五加皮、香加皮、栀子、金银花、瓜蒌仁 (皮)。主要药材性状要点如下:

**人参** 商品主要有野山参 (野生品) 和园参 (栽培品)。园参的规格主要有生晒参、红参、白参及参须。

**野山参** 主根粗短, 多具 2 个分支, 有的呈“人”形, 上端有细密而深陷的环纹。芦头 (根茎) 细长, 几与主根等长, 密具芦碗 (茎痕), 其下有 1~3 个下垂的不定根 (苳)。支根有许多细长的须根, 可见疣状突起。

**生晒参** 主根纺锤形或圆柱形, 长 3~15cm, 直径 1~2cm。表面灰黄色, 上部或全体具疏浅断续的粗横纹及明显的纵皱纹。下部支根 2~3 条, 全须生晒参着生多数细长的须根。须根上着生不明显的细小的疣状土气。(根茎) 芦头长 1~4cm 直径 0.3~1.5cm, 多拘挛及弯曲, 具不定根 (苳) 和稀疏的凹窝状茎痕 (芦碗)。横切面形成层环明显, 散有棕色小点。味苦而回甜。

**红参** 全体红棕色, 半透明, 偶有不透明的安棕色斑点。具纵沟、皱纹及细根痕, 上部可见环纹, 下部有的具 2~3 条支根。根茎上有茎痕。质硬而脆, 断面平坦, 角质样。

**白参** 表面淡黄白色, 全体可见加工时的点状针刺痕。味较甜。

**西洋参** 生药常为除去芦头、支根的主根。表面淡黄褐色, 顶端的细横纹较密而呈环状。

**三七** 类圆锥形或圆柱形, 长 1~6cm, 直径 1~4cm。表面灰黄色 (铜皮) 或灰褐色 (铁皮), 有蜡样光泽, 有断续纵皱纹、支根痕及少数横长皮孔。顶端有根茎痕, 周围有瘤状突起。体重, 质坚实 (铁骨); 断面灰绿色、黄绿色或灰白色, 击碎后皮部与木部分离, 木部微显放射状纹理。气微, 味苦回甜。

当归 略呈圆柱形，下部有支根 2~5 条或更多，长 10~25cm。表面黄棕色或棕褐色，有纵皱及横长皮孔。根头（归头）略膨大，直径 1.5~4cm，具细密横环纹，顶端残留叶鞘和茎基。主根（归身）粗短，长 1~3cm，直径 1.5~3cm，下部支根（归尾）多扭曲。质较柔韧，折断面黄白色或淡黄色，皮部厚，有裂隙及多数棕色油点（油室、油管）。形成层成黄棕色环。木质部色较淡，射线细密。有浓郁特异香气；味甘、辛，微苦。

白花前胡 根近圆柱形、圆锥形或纺锤形，下部有分枝，长 3~15cm，直径 1~2cm。根头部常有茎痕及纤维状叶鞘残基，表面灰棕色至黑褐色，上部有密集环纹，下部有纵沟、纵皱及横向皮孔。质较柔软，干者质硬，断面不整，淡黄白色，皮部散有棕黄色油点，形成层环纹棕色、射线放射状。气芳香，味微苦、辛。

紫花前胡：根头部较粗短，极少有纤维状叶鞘残基。折断面皮部易于木部分离。气味同白花前胡。

独活、主根短粗，呈圆柱形，下部分出数条弯曲的支根，质较硬，断面黄灰白色，香气浓郁，味苦辛，微麻舌。

川芎 呈不规则结节状拳形团块，直径 2~7cm。表面深黄棕色，粗糙皱缩。有多数较密集而平行隆起的环状轮节，其顶端有凹陷的类圆形茎痕，下侧及轮节上有多数小瘤状根痕。质坚实，纵切片边缘不整齐而形似蝴蝶（习称“蝴蝶片”），切面类黄色，有波状环纹或不规则多角形纹理（形成层），散有黄棕色油点（油室）。香气浓郁特异；味苦辛，微回甜，稍有麻舌感。

防风 根呈长圆锥形或长圆柱形，下部渐细，有的略弯曲，长 15~30cm，直径 0.5~2cm。表面灰棕色，粗糙，有纵皱及多数横长皮孔及点状突起的细根痕。根头部有明显密集环纹（习称蚯蚓头），有的残存棕褐色毛状叶基。体轻，质松，易折断，断面不平整，皮部浅棕色，有裂隙，散生黄棕色油点，木部浅黄色。气特异，味微甘。

柴胡 北柴胡呈圆柱形或长圆锥形，长 6~15cm，直径 3~8mm，根头膨大。顶端残留 3~15 个茎基及短纤维状叶基，下部分枝。表面淡棕色或黑褐色，具纵皱纹、支根痕及皮孔。质硬而韧，不易折断，断面呈片状纤维性，皮部淡棕色，木部淡黄白色。气微芳香，味微苦。

南柴胡 根较细，顶端有多数纤维状叶残基及茎残基 1 个（偶 2~3 个）下部多不分枝或稍分枝。表面红棕色或黄棕色，近根头部多具紧密环纹。质稍软，易折断，断面略平坦，不显纤维性。具败油气。



马钱子 扁圆钮扣状，常一面微隆起，另一面微凹，直径 1.5~3cm，厚 3~6mm。表面密被匍伏灰绿色或灰棕色绢状茸毛，自中央向四周射出，底面中心有圆点状突起的种脐，边缘稍隆起并有微突起的珠孔，有的种脐与珠孔间隐约可见一隆起线（非种脊）。质坚硬，沿边缘剖开，可见淡黄白色肥厚的胚乳，近珠孔处有小的心形子叶 2 枚。味极苦，有大毒。

龙胆 根茎呈不规则块状，上端有多个茎痕或残留茎基，周围和下面丛生多数细长的根。根圆柱形，稍扭曲，长 8~20cm，直径 2~5mm；表面灰黄色或黄棕色，上部常有细密横皱纹，下部有纵皱纹。根质脆，易吸潮变软，断面略平坦，黄棕色。气微，味极苦。

黄芩 根呈圆锥形，扭曲，长 8~25cm，直径 1~3cm，表面棕黄色或深黄色，有稀疏疣状细根痕，上部有扭曲的纵皱纹或不规则网纹，下部有顺纹和细皱。质硬脆，易折断，断面黄色，中心红棕色；老根中心暗棕色或棕黑色，呈枯朽状或中空。气微，味苦。

薄荷 茎方形，表面紫棕色或淡绿色，节明显；质硬脆，断面白色、中空。叶对生，卷曲皱缩，展开后呈长圆形或卵形。茎上部腋生轮伞花序，残留的花冠呈淡紫色。叶搓揉时有特异清凉香气，味辛、凉。

丹参、根茎粗短，有时残留茎基。根数条，长圆柱形，略弯曲，有的分枝。长 10~20cm，直径 3~10mm。表面棕红色至暗棕红色，粗糙，具纵皱纹。老根外皮疏松，多显紫棕色，常呈鳞片状剥落。质硬脆，断面疏松，有裂隙或略平整，皮部棕红色，木部灰黄色或紫褐色，导管束黄白色呈放射状排列。气微，味微苦、涩。

地黄 鲜地黄 纺锤形或圆柱形，表面浅红黄色，具弯曲的横纹。肉质，易断，断面皮部淡黄白色，有桔红色油点（分泌细胞）。味微甜、微苦 生地黄 不规则团块或长圆柱形，中间膨大。表面棕灰色或灰黑色，极皱缩（具不规则纵、横皱纹）。体重、质较软。折断面棕黑色或乌黑色，有光泽，具粘性。味微甜。熟地黄 与生地黄区别为：表面为断面均呈乌黑色，有光泽，有粘性。味甜。有时切成不规则块片或碎块。

玄参 与生地黄略似，但表面色略浅（灰黄或灰褐），有明显纵沟。质坚硬，气特异似焦糖，味甘微苦。

枸杞子 类纺锤形或椭圆形，长 6~20mm，直径 3~10mm。表面红色至暗红色，具不规则皱纹。果皮柔韧，果肉肉质，内含多数种子。气微，味甜。

洋金花 多皱缩成条状，完整者长 9~15cm。通常花萼已除去。花冠喇叭状，淡黄色或黄棕色，先端 5 浅裂，裂片有短尖，短尖下有纵脉纹 3 条，两裂片间有微凹。雄蕊 5，花丝贴生于花冠筒内，长为花冠 3/4；雌蕊 1。烘干者质柔韧，气特异；晒干品质脆易碎，气微；味微苦。

地骨皮 呈筒状，槽状或不规则卷片。外表面灰黄色至棕黄色，粗糙，有不规则裂纹，易成鳞片状剥落。内表面黄白色，有细纵纹。体轻质脆，易折断，断面不平坦，外层黄棕色，内层灰白色。气微，味微甜而后苦。

栀子 呈椭圆形或长卵圆形，表面红黄色或棕红色，具翅状纵棱 5-8 条，顶端有宿萼。味苦。

金银花 花蕾呈棒状，上粗下细，略弯曲，长 2~3cm，上部直径约 3mm，下部直径约 1.5mm。表面黄白色或绿白色，久贮色渐深，密被短柔毛和长腺毛，花萼绿色，先端 5 裂，裂片有毛。开放者花冠呈筒状，先端二唇形。雄蕊 5 个，黄色；雌蕊 1 个，子房无毛。气清香，味淡微苦

## (二) 生药的理化鉴定

黄连的薄层色谱鉴别（绘薄层图）

(1) 供试液：黄连样品 0.2g+甲醇 6ml→滤液（供试液）

(2) 对照药材溶液：黄连对照药材→同上法操作，作为对照药材溶液

(3) 薄层板：硅胶 G-CMC 板

(4) 点样量：各 2~5 μl（用微量吸管 / 毛细管）

(5) 展开剂：苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-水 (6 : 3 : 1.5 : 1.5 : 0.3) 约 20ml 可供一块板用 (6) 展开方法：氨蒸汽饱和，展开至前沿约 10~15cm，取出，晾干。

(7) 显色方式：紫外光灯下，观察荧光斑点。（示范用喷瓶喷雾显色）

## (三) 粉末显微鉴别（绘图）

1. 肉桂：纤维；石细胞（三面厚，一面薄）；小针晶；木栓细胞；淀粉粒

2. 黄芩：韧皮纤维（梭形，木化），石细胞（孔沟有时分叉）；木纤维（有的纹孔“人”、“十”字形）；网纹导管

## 实验四 部分生药的性状、显微及理化鉴定

### 一、实验目的

1. 掌握部分生药的性状、显微鉴定
2. 掌握部分生药的理化鉴定

### 二、实验内容

#### (一) 辨认下列药材 (性状鉴定)

茵陈、红花、西红花、青蒿、菊花、野菊花、苍耳子、天花粉、桔梗、党参、南沙参、北沙参、巴戟天、川木香、木香、白术、苍术、钩藤

**茵陈** 多卷曲成团，灰白色或灰绿色，全株密被茸毛，绵软如绒。叶多为二至三回羽状深裂，裂片线形，叶柔软，皱缩卷曲。茎细小。气微香，味微苦。

**红花** 不带子房，长约 1.5cm，黄红色或红色。花冠筒细长，先端 5 裂，裂片狭条形。雄蕊 5 枚，花药聚合成筒状，露出冠筒外，柱头长圆柱形，顶端微分叉。质轻，柔软。气微香，味微苦。

**西红花** 柱头线形，暗红色，微有光泽，长约 3cm。上部 3 分叉，下端残留黄色花柱。

**青蒿** 中部叶 2-3 回羽状深裂 (上部叶多 1 回羽状细裂)

**天花粉** 不规则圆柱形，纺锤形或瓣块状。表面黄白色或淡棕黄色，有纵皱纹或略凹陷的横长皮孔。有的有黄棕色外皮残留。质坚实，断面白色或淡黄色，富粉性，横切面有黄色小孔 (导管) 略呈放射状排列。无臭，味微苦。

**桔梗** 呈圆柱形或略呈长纺锤形，下部渐细，略扭曲。表面类白色或淡黄白色 (未去外皮者黄棕色至灰棕色)，具纵向扭曲皱沟纹，并有横长皮孔样斑痕。顶端有较短的根茎 (芦头)，其上有数个半月形茎痕。质硬脆，折断面有放射状裂隙，形成层环棕色。气微，味微甜而后苦。

**党参** 呈长圆柱形，根头部有多数疣状突起 (茎痕及芽)，其下有致密的横环纹，全体有纵皱纹，质略硬带韧性。有特殊香气，味甜。

**巴戟天** 药材呈扁圆柱形，表面具纵纹与横裂纹，有的皮部横向断裂露出木部，形似连珠。质韧，木部坚硬。补肾壮阳要药，又能强筋骨，祛风湿。

**木香** 略呈圆柱形或纵剖成半圆柱形。表面黄棕色，外侧栓皮多已除去，有明显纵沟及侧根痕。质坚硬不易折断。断面稍平坦，灰黄色至棕褐色，有一棕色

环纹（形成层）及放射状纹理，散有深褐色油点（油室）；老根中心常呈朽木状。具浓郁特异香气，味微苦。（形似枯骨状）

川木香 根刮去外皮露出丝瓜瓢状纤维网；体轻。

白术 不规则肥厚团块，有瘤状突起、纵皱纹和沟纹。质坚硬不易折断，断面有棕黄色点状油室散在。气香，味甜、微辛。

苍术 茅苍术不规则连珠状或结节状圆柱形，偶有分枝，直径0.5~2.0cm。表面灰棕色，有纵纹或横曲线，残留茎痕、须根痕和细小须根。质坚实，易折断，断面平坦，黄白色或灰白色，有多数红棕色油点（即油室，习称“朱砂点”）；暴露稍久即析出白色丝状结晶（习称“起霜”）。香气浓郁特异，味微甘、辛、苦。北苍术疙瘩块状（有不规则块状分枝）或结节状圆柱形，直径1-4cm。表面黑棕色。质较疏松，折断面纤维性，散有黄棕色油点，无白色丝状结晶析出。香气较弱，味辛、苦不甜。

## （二）药材的显微鉴定

### 1. 茅苍术粉末

石细胞（形状）；导管（类型）；针晶；油室碎片；菊糖（水合氯醛装片，不加热透化）

### 2. 红花粉末

花粉粒；分泌细胞（长管状）；花柱碎片（表皮细胞呈单细胞毛状）；花冠裂片表皮细胞（外壁突起呈绒毛状）。

### 3. 桔梗粉末

水合氯醛装片（不加热）菊糖团块（多呈扇形）；乳汁管（连成网状）；梯纹、网纹、具缘纹孔导管。

## （三）生药的理化鉴别

野菊花黄酮类成分的定性鉴别

野菊花粉末 1g + 乙醇 10ml → 超声处理 10min → 滤过液：

（1）滤液 1 滴点于滤纸上 → 喷  $AlCl_3$  试液 → 干后紫外光灯下观察荧光（黄绿色）

（2）滤液 2ml + Mg 粉少许 + HCl 4 滴 → 水浴加热 → 棕红色

## 实验五 单子叶植物类生药性状与显微鉴定

### 一、实验目的

1. 掌握部分生药的性状鉴定
2. 掌握部分生药的显微鉴定

### 二、实验内容

#### (一) 辨认下列药材 (性状鉴定)

砂仁、香附、天南星、半夏、白附子、石菖蒲、水菖蒲、九节菖蒲、川贝、浙贝、平贝、麦冬、湖北麦冬、山药、莪术、天麻、泽泻、槟榔、

天南星 呈扁球形或半球状，一个较大，顶端凹窝较大。个别可见凸起的小侧芽

半夏 类球形，有的稍偏斜，直径 1-1.5cm (更大者非半夏)。表面乳白色或淡黄色，顶端有凹陷的茎痕，其周围密布麻点状须根痕；下端钝圆，较光滑。质坚实，断面白色，富粉性。气微，嚼之发粘，麻舌而刺喉。

麦冬类 麦冬 呈纺锤形，两端略尖，长 1.5~3cm，直径 3~6mm。表面黄白色，具细纵纹，质韧柔 (干后硬脆)，断面类白色，半透明状，中央有细小木心 (中柱)、气微，味微甘。嚼之发粘 (有粘性)。湖北麦冬 体较麦冬略粗长；韧皮部束 8~14 个

山药 多除去外皮。药材圆柱形，表面黄白色或光滑洁白 (“光山药”)。断面类白色或带浅棕红色，味微酸。中柱鞘部位无石细胞环 (粉末无石细胞)。

天麻 扁长椭圆状，稍弯曲。长 3~15cm，直径 2~6cm。顶端有红棕色干枯芽苞 (冬麻)，习称“鹦哥嘴”，或为残留茎基 (春麻)。末端有自母麻脱落后圆脐形疤痕。外皮剥落或部分残留，表面黄白色至淡黄棕色，略透明，有多轮由凸点状痕组成的环节，具纵皱纹，有时可见棕黑色菌索斑。质坚实，不易折断；断面平坦，角质样，黄白色或淡棕色。气微，味甜，微辛。质坚实沉重，有鹦哥嘴，纵纹细，断面明亮，无空心者为质佳“冬麻”。质轻泡、有残留茎基，纵皱粗，断面晦暗，空心者为质次“春麻”。

贝母类：(1) 浙贝母外侧 2 鳞叶肥厚，略呈肾形，大小相近，相对抱合。(2) 平贝 扁球形，略似算盘珠，外层 2 瓣大小相近或 1 瓣稍大抱合，顶端略平或微凹入，开口。

砂仁类：① 阳春砂 密生短钝软刺；直径较大： 1~1.5cm；气芳香浓烈。② 绿壳砂密生刺片状突起；直径较小： 0.8~1cm；气味稍弱。③海南砂明显三棱，有分

枝状软刺，直径稍小：0.8~1.2cm；气味稍弱。

莪术类 ① 广西莪术 外表光滑，环节不显 ② 温莪术 外表粗糙，上部环节凸起 ③ 蓬莪术 断面黄绿色 / 蓝褐色 菖蒲类 石菖蒲：节间短（0.2~0.8cm）水菖蒲：节间长（0.2~1.5cm）九节菖蒲（混伪品）

## （二）药横切面显微鉴定

1. 麦冬类 麦冬（川、杭）：长 1.3~3cm；韧皮部束 15~24 山麦冬：湖北麦冬 长 1.2~4cm，韧皮部束 7~14（15）短葶山麦冬 较长（1.5~4.5cm），韧皮部束 8~17

横切面共性特征：表皮→根被→皮层（有针晶束）→内皮层外侧 1-2 列石细胞→内皮层细胞壁厚木化，有通道细胞→中柱（维管束）

2 菖蒲类 石菖蒲：表皮→皮层（叶迹 V，纤维束，晶鞘纤维束；维管束鞘纤维成环）→内皮层→中柱鞘纤维，周木型或外韧型维管束。薄层组织散有油细胞；薄层细胞内有方晶、淀粉粒

## （三）粉末显微鉴定

1. 半夏粉末：淀粉粒形态（复粒 2~8 分粒）；针晶多；螺旋纹、环纹导管。

2. 浙贝母粉末：淀粉粒单粒形状——圆形、卵状、椭圆形、灯泡形，脐点位于较小端；少见复粒与半复粒淀粉。气孔的副卫细胞内含小方晶；

# 实验六 动矿物类药材的性状鉴别与中成药粉末显微鉴定

## 一、实验目的

1. 掌握部分生药的性状鉴定
2. 掌握中成药的显微鉴定

## 二、实验内容

### （一）动、矿物类生药的性状鉴定

全蝎、鹿茸、僵蚕、水蛭、龟甲、鳖甲、芒硝、石膏、朱砂

全蝎 头胸与前腹部呈扁长椭圆形，其下似尾状者为后腹部（共 6 节）。头胸部绿褐色，前面有 1 对短小的螯肢及 1 对较长大的钳状脚须，形似蟹螯。腹面有足 4 对。背面绿褐色；后腹部棕黄色，末节有锐钩状毒刺。

鹿茸 花鹿茸 呈圆柱状分枝。具一个分枝者习称“二杠”，主枝习称“大挺”，长17~20cm，外皮红棕或棕色，多光滑，表面密生红黄或棕黄色细茸毛。皮茸紧贴。锯口黄白色，外圈无骨质，中部密被细孔。具二个分枝者习称“三岔”，大挺长23~33cm，皮红黄色，茸毛较稀而粗。梅花鹿茸片 为花鹿茸切制成的薄片，商品一般分“血片”、“蛋黄片”和“骨片”。呈不规则圆形或椭圆形薄片，边缘皮茸紧贴，外皮残存茸毛，内部蜂窝状小孔自然排列。“血片”呈红黄色或红棕色；“蛋黄片”呈黄白色；“骨片”呈灰棕色，略显骨质化。

水蛭 均呈扁长形，有多数环节。

石膏 纤维状集合体，呈长方块、板块状或不规则形。全体类白色，常附有青灰色或灰黄色片状杂质，有的半透明。体重，硬度1.5-2，手捻能碎，比重2.5。纵断面具纤维状纹理，显绢丝样光泽。气微，味淡。

朱砂 呈大小不一的块片状、颗粒状或粉末状。鲜红色或暗红色，有光泽，半透明。条痕红色，质重而脆，硬度2~2.5。无臭，无味。

## （二）中成药（含生药原粉）的显微鉴定

1. 研碎后水合氯醛制片（淀粉粒等除外）
2. 每一生药取1~2个代表性的粉末特征，作为判别是否投料的依据

二妙丸（组方：苍术，黄柏，）苍术——草酸钙针晶（细小）；黄柏——晶纤维；石细胞

## （三）复习全部实验观察过的药材及饮片

要求能准确辨认，说明每品种的1-3个性状鉴别要点

## （四）辨药考试





中南民族大学药学院化学生物学与药学实验教学中心

## 《人体解剖生理实验讲义》

袁琳 李玉桑 胡鑫 李小军 编写

适用专业：      药学专业        
      药物制剂      

2012年3月

# 目 录

绪言 .....	26
实验一 基本组织的观察 .....	28
实验二 运动系统（骨标本）的观察 .....	32
实验三 小鼠的胸/腹腔解剖与观察 .....	33
实验四 人体血型鉴定与交叉配血 .....	34
实验五 心脏的期前收缩和代偿间歇 .....	35
实验六 骨骼肌的单收缩、复合收缩和强直收缩 .....	37
实验七 心血管活动的神经体液性调节 .....	41
实验八 人体标本的参观实习 .....	44

# 绪 言

## 一、人体解剖生理学实验课的目的

人体解剖生理学是一门实验学科，其研究的基本方法即是实验。实验课的基本目的在于：（1）通过实验培养学生具有科学的思维方法和科学的工作态度；（2）在实验过程中使学生初步掌握人体解剖生理学实验的基本操作技术；（3）了解获得人体解剖生理学知识的科学方法；（4）验证和巩固人体解剖生理学的基本理论。

## 二、人体解剖生理学实验的特点及基本方法

人体解剖生理学实验的特点在于主要以人体标本与模型、组织切片及活的动物为实验材料，因此要求做到：（1）尊重并爱护人体标本，不得随意打闹说笑，未经允许不得随意拍照；（2）尊重并爱护实验动物，尽量减少动物在实验中的痛苦，并充分利用每只动物以获得尽可能多的观察结果和实验数据；（3）严格按实验步骤和要求进行操作，以免造成不必要的创伤和出血使动物的正常生理状态遭到破坏，从而影响到实验结果的可靠性。

解剖学的基本实验方法以形态观察为主，将细胞、组织、器官至整体的结构与功能相联系。

生理学的基本实验方法：分为急性实验方法和慢性实验方法两大类。

（一）急性实验方法：实验过程不能持久，实验后动物不能存活，实验观察能在短时间内完成的实验方法。一般又可分为两种：

（1）离体器官实验方法：把要研究的器官或组织从活的或刚死去的动物身上取下来，放在一个适宜于正常生理活动的人工环境中以观察和研究其生理功能。

（2）活体（在体）实验方法：在动物麻醉或大脑毁损的状态下，解剖暴露动物的某一器官组织以进行实验研究。

（二）慢性实验方法：是在某一特定条件下，连续地反复观察和记录清醒动物的生理机能，需要较长时间才有结果的实验方法。有时要先做无菌的外科手术，待动物恢复健康后再进行实验研究。此法在基础实验课教学中较少应用，主要广泛应用于研究工作中。

### 三、人体解剖生理学实验课要求

1. 认真预习本次实验的原理、目的、要求、实验步骤和操作程序。
2. 严格按照实验步骤认真操作、仔细观察，在需要互相合作的实验中应互相配合。在整个实验过程中不得进行与实验无关的活动。
3. 注意保护实验动物和标本，尽量节省实验器材和药品。
4. 实验后将仪器整理整齐，所用器械清洗干净并擦干，做好本组卫生。
5. 遵守实验器械管理规定，爱护实验器械。
6. 及时整理实验记录，认真撰写实验报告，按时将报告交负责老师评阅。

### 四、实验报告写作要求

1. 写明姓名、日期、学号、组别及同组人员
2. 实验号和实验题目
3. 实验目的
4. 实验原理：可作扼要描述
5. 实验对象
6. 实验器材和药品
7. 实验方法和步骤：可作扼要描述
8. 实验结果：**详细记录所观察的实验结果**，以及获得这些结果所需的各种实验条件，并进行适当的分析和处理。
9. 实验讨论和结论：运用所学的理论知识对实验结果进行**认真解释和分析**，并指出其生理意义。也可对实验方法进行讨论和分析。

## 实验一 基本组织的观察

### [实验内容]

观察上皮组织、结缔组织、肌组织和神经组织的结构。

### [实验目的]

1. 观察并掌握上皮组织的分布、结构特点，比较各类上皮结构与功能特点。
2. 了解结缔组织的分类及其结构特点。
3. 掌握心肌的闰盘结构与骨髓肌肌原纤维的结构。
4. 掌握神经元的结构特点，及有髓神经纤维的组成及结构。

### [实验器材与用具]

显微镜

组织切片（肾髓质切片、小肠切片、食管横切片、气管横切片、膀胱横切片、肠系膜组织铺片、结肠纵切片、食管切片、心肌切片、脊髓横切片、坐骨神经纵横切片）

### [实验步骤与方法]

#### 1、观察上皮组织

（1）肾髓质切片观察单层立方上皮：材料 人肾 方法 HE

肉眼 肾表面为纤维膜，被膜下方深色的部分为皮质，皮质下方浅色部分为髓质。将其置于低倍镜下，观察髓质部分。

低倍 肾髓质中可见大小不等的圆形管腔，管壁是由单层立方上皮围成。选管腔大、细胞界限清楚的部分换高倍镜观察。

高倍 上皮细胞染色较淡，呈立方形，细胞界限清楚，核呈圆形，染成紫蓝色，位于细胞中央。

（2）小肠切片观察单层柱状上皮：材料 人小肠（纵断） 方法 HE

肉眼 在标本的一侧有几个大的突起为皱襞，在这些皱襞的表面及皱襞间又有许多小突起即绒毛。将其置于低倍镜下，观察绒毛部分。

低倍 在肠腔面可见到不同断面的小肠绒毛。找到绒毛的表面，可见一层细胞，细胞顶部的细胞质染色浅，基部有一层细胞核。（选择切面规则，上皮细胞排列整齐的绒毛观察。）

高倍 上皮细胞的形态为柱状，细胞界限不清，核椭圆形，染色深，呈紫蓝色，位于基部。细胞质染成淡粉色，游离面可见厚度均匀一致、颜色较深的纹状缘。在柱状细胞之间还可见一种杯形、染色淡的细胞，核呈三角形或扁平形，染色深，位于细胞基部，此细胞为杯状细胞。上皮下基膜不明显。

（3）食管横切片观察复层扁平上皮：材料 人食管 方法 HE、

肉眼 周围是管壁，中央是管腔，管壁的内表面凹凸不平，其上有一层紫蓝色的

部分即为复层扁平上皮。将其置于低倍镜下，观察管壁的内表面。

低倍 上皮细胞层数较多，注意从浅层到深层细胞的形态变化。

高倍 表层细胞为扁平形，染色浅，核扁平形与上皮表面平行。中间数层细胞为多边形，胞质色浅，细胞核圆形或椭圆形。基底层由一层立方形或矮柱状细胞组成，细胞排列较紧密，核椭圆形，染色深。上皮与结缔组织之间的连接高低不平。

(4) 气管横切片观察假复层纤毛柱状上皮：材料 人气管（横断） 方法 HE  
肉眼 标本为气管的部分横断面，凹面为腔面。

低倍 气管内表面有一层上皮，即假复层纤毛柱状上皮。

高倍 可见上皮由四种细胞构成。由于细胞高矮不等，细胞核排列不在同一个水平。①柱状细胞：数量最多，呈柱状，顶端达上皮游离面。核椭圆形多位于细胞的顶部，故排列在整个上皮浅层。②梭形细胞：位于柱状细胞之间，胞体为梭形，核椭圆形位于细胞中央，排列在整个上皮中层。③锥体形细胞：胞体小呈锥体形，排列在基膜上，核圆形，位于细胞中央，在整个上皮中为最贴近基膜的一层细胞。④杯状细胞：位于柱状细胞之间，染色浅，核为三角形或扁平形，染色深，位于细胞基部。

上皮可见较明显的基膜，呈均质状，染成较明亮的粉色。

(5) 膀胱横切片观察变移上皮：材料 人膀胱 方法 HE

肉眼 此标本为膀胱壁的切片，凹凸不平染色深的一面为其内表面。

低倍 膀胱壁的内表面上皮细胞层数较多，其表层的细胞体积较大。

高倍 浅层细胞为大立方形或矩形，胞质表面深染，有1—2个细胞核，此为盖细胞。中间数层细胞为多边形，有些呈倒置的梨形。基底层由一层立方形或矮柱状细胞组成，基膜不明显。

## 2、观察结缔组织

皮下组织铺片观察疏松结缔组织：材料 大鼠肠系膜 方法 铺片、HE、地依红和硫堇 为了显示疏松结缔组织中的巨噬细胞，在活体通过腹腔（或血管）注入台盼蓝染料后再取材制成标本。

低倍 镜下可见纵横交错、排列疏松的纤维，纤维间分布有许多细胞。浅粉色的带状纤维为胶原纤维，棕红色较弯曲的细丝为弹性纤维。细胞多为成纤维细胞，还可见到肥大细胞，巨噬细胞等。

高倍

(1) 胶原纤维 染成粉红色，排列成束，粗细不等，折光性较弱。

(2) 弹性纤维 染成棕红色，细丝状，多单根走行，末端常弯曲或分枝，折光性较强。

(3) 成纤维细胞 为疏松结缔组织中最基本的细胞，数量较多。细胞界限不清，胞体

难以见到，只能见到细胞核。核椭圆形，棕红色，染色浅，核仁明显。

(4) 巨噬细胞 胞体不规则，细胞界限不清，胞质中可见被吞噬的大小不等、分布不均的蓝色颗粒。核小而圆，棕红色，染色深。

(5) 肥大细胞 圆形或卵圆形，常成群排列，胞质内充满粗大、均等的紫红色异染性颗粒。核圆或卵圆形，棕红色，染色浅。

此外，有时还隐约可见肠系膜两面间皮的细胞核，该核较大，卵圆形，染色浅，核仁清楚。

### 3、观察肌组织

(1) 结肠纵切片观察平滑肌：材料 人结肠 方法 HE

肉眼 标本上凹凸不平为结肠的内面，外层粉红色即为平滑肌形成的肌层。

低倍 粘膜上皮为单层柱状，固有层内含有大量由上皮下陷而成的大肠陷。粘膜下层：在疏松结缔组织中又较大的血管和淋巴管，成群的脂肪细胞。肌层：内环行，外纵行两层平滑肌组成。找到肌层，分清纵、横断面。最外层为外膜。

高倍 ①纵断 平滑肌纤维呈长梭形，胞质嗜酸性染成粉红色，核呈长椭圆形或杆状位于细胞中央。②横断 平滑肌纤维呈大小不等的圆形或多边形，有的肌纤维内可见圆形细胞核，有的则见不到。平滑肌纤维之间有少量的结缔组织和血管。

(2) 食管切片观察骨骼肌：材料 人食管 方法 HE

低倍 食管上 1/4 段为骨骼肌，下 1/2 段为平滑肌，中 1/4 段则兼具两者。纵断面标本中可见长带状的骨骼肌纤维平行排列。肌纤维的胞质嗜酸性，染成粉红色。

高倍 在纵断面上每条肌纤维都具有明暗相间的横纹，并有多个细胞核，呈卵圆形，分布在肌膜的内侧，肌纤维之间可见少量的结缔组织及血管。

(3) 心肌切片观察心肌：材料 人心脏 方法 HE

肉眼 标本一侧肥厚的部分为心室，在此部观察心肌组织。

低倍 心室部分可见心肌纤维的各种断面。纵断面可见心肌纤维分支连接成网，胞质嗜酸性染成粉红色，核卵圆形位于中央。其横断面呈不规则形，有的有核，呈圆形位于肌纤维中央。

高倍 ①纵断面上心肌纤维的横纹不如骨骼肌的明显，肌原纤维较少，多分布在周边部。并可见呈阶梯状分布，深染为细线状的闰盘。核卵圆形，位于细胞中央。核的两端着色浅并有棕黄色的脂褐素颗粒。②横断面可见核的周围染色较浅。心肌纤维之间有少量的结缔组织及丰富的毛细血管。

### 4、观察神经组织

(1) 脊髓横切片观察脊髓前角运动神经元：材料 人脊髓（横断） 方法 HE

肉眼 脊髓中央呈“H”形或蝴蝶形部分为灰质，周围为白质。

镜下观察灰质：

①脊髓中央管 两侧灰质在正中相连的部分为灰连合，其中央为脊髓中央管，由室管膜上皮构成。

②前角 前角突向腹侧，较宽大，可见成群存在、染色深的多极神经元即前角运动神经元。神经元周围小的圆形细胞核为神经胶质细胞的核。

③侧角和中间带 可见成群的中型交感神经元。

④后角 后角伸向背侧细而长，可见多极神经元、神经纤维及神经胶质细胞。

2. 白质 多为被横断的有髓神经纤维（髓鞘被溶解发亮）和少量的无髓神经纤维，神经纤维之间有神经胶质细胞。

### （2）坐骨神经纵、横切片观察有膜有鞘神经纤维

肉眼 标本有两个切面，长条状为神经的纵切面，圆形为神经的横切面。

先选取纵切面观察：

低倍镜 有髓神经纤维互相平行排列，被染成粉红色较深的细带状结构为轴索，轴索两侧染色很浅的部分为髓鞘。

高倍镜 一条有髓神经纤维的轴索为中央呈嗜酸性的细带状，髓鞘为轴索两侧染色很淡的空泡状或网格状区域，这是由于组成髓鞘多层膜的脂类物质在常规染色中被溶解而不易着色所致。髓鞘的两侧边缘染成粉红色的细线为神经膜，它是由施万细胞 Schwann cell 外层胞质和基膜组成。沿轴索可见两侧髓鞘缩窄，消失，神经膜靠近轴索，在此是一条轴索由多个施万细胞分段包裹而形成的两个施万细胞的相邻处，即郎飞结（Ranvier node）。可见施万细胞核紧贴髓鞘外表面，胞核椭圆形，染色较浅。神经纤维之间有少量的结缔组织。

再选取横切面观察：

该切面除观察神经纤维的横切面外，并显示出神经（神经干）的横切面，借此了解神经的结构和组成。[低倍镜] 神经（干）外周包有一层疏松结缔组织，称神经外膜。神经外膜内由若干个神经束膜包裹的神经纤维束组成。神经束膜可分二层：外层有少量的疏松结缔组织；内层由数层嗜酸性较深的扁平细胞即神经束膜细胞组成，该层细胞排列致密，同相邻组织界线明显。束膜内包裹的是众多的有髓神经纤维及其间少量的结缔组织，后者被称为神经内膜。因此，整个横切面由神经外膜包裹的为神经（干）；神经（干）内被神经束膜包裹的为神经束；神经束内被神经内膜包裹的是一根根神经纤维。[高倍镜]有髓神经纤维的横切面表现为大小不等的圆环状结构。环的中央染色较深的圆点为轴索，轴索外周的髓鞘即为环内的空泡或网格状结构。髓鞘外缘呈粉红色的环形细线，即神经膜，形成神经纤维的界限。有时可见施万细胞的核紧贴髓鞘外。神经纤维外少量结缔组织为神经内膜。

### [注意事项]

1、使用显微镜时切记先低倍后高倍，取出切片时应先将其换为低倍，严禁在高



倍时直接取出或装上切片！

2、绘图要先备好铅笔、橡皮、实验报告等用具，在看懂切片的基础上，抓住重点切片的特点进行真实的描绘，绘好后用铅笔注字，说明绘制的内容。注字时，拉线不应交叉，要整齐美观、字迹清楚。

### [实验结果]

认真观察各组织切片，每人从四大组织中各选一镜下清晰的组织结构**绘图并说明**（即每人四幅图），每组两人不可重复（即每组八幅图）！

## 实验二 运动系统（骨标本）的观察

### [实验内容]

观察骨的一般形态和结构，观察全身各骨。

### [实验目的]

1. 观察各种形态的骨，掌握骨的分类方法及其形态结构特征。
2. 观察人体全身骨的组成及特点，掌握人体上肢骨、下肢骨、躯干骨和头颅骨的组成及各骨的名称。

### [实验器材与用具]

人体的骨模型

### [实验步骤与方法]

#### 1、观察四种形态的骨

观察肱骨、腕骨、颅顶骨、椎骨，根据长骨、短骨、扁骨和不规则骨的形态特征，能区别上述4块骨各属何形态的骨

#### 2、观察上肢骨：在人体骨架模型上辨认上肢骨，掌握上肢骨的组成及各骨的名称。

上肢带骨：锁骨、肩胛骨。

自由上肢骨：肱骨、桡骨、尺骨、腕骨、手骨。

#### 3、观察下肢骨：在人体骨架模型上辨认下肢骨，掌握下肢骨的组成及各骨的名称。

上肢带骨：髌骨

自由上肢骨：股骨、髌骨、胫骨、腓骨、足骨。

#### 4、观察躯干骨：在人体骨架模型上辨认躯干骨，掌握躯干骨的组成及各骨的名称。

胸骨：胸骨柄、胸骨体、剑突等

肋骨：

椎骨：椎体、椎弓、椎孔、一个棘突、一对横突、一对上关节突、一对下关节突、

椎上切迹、椎下切迹及上下位椎骨连接所形成的椎管和椎间孔。

**5、观察颅骨：**在颅骨架模型上辨认并掌颅骨的各骨，区分出脑颅骨和面颅骨。

**[实验结果]**

认真观察各模型，掌握全身骨骼的组成及名称。

## 实验三 小鼠的胸/腹腔解剖与观察

**[实验内容]**

解剖并观察小鼠胸腔与腹腔各脏器。

**[实验目的]**

1. 掌握实验动物的正确捉持方法、处死方法及解剖方法。
2. 掌握以小鼠为代表的哺乳类动物各脏器的位置、形态及结构。

**[实验器材与用具]**

手术器械一套(组织剪、眼科剪、镊子、眼科镊)、小鼠固定板、固定用针头、酒精棉球

**[实验动物]** 小鼠

**[实验步骤与方法]**

**1、处死小鼠：**采用**颈椎脱臼处死法**。此法是将实验动物的颈椎脱臼，断离脊髓致死，为小鼠最常用的处死方法。操作时实验人员用右手抓住鼠尾根部并将其提起，放在鼠笼盖或其他粗糙面上，用左手拇指、食指用力向下按压鼠头及颈部，右手抓住鼠尾根部用力拉向后上方，造成颈椎脱臼，脊髓与脑干断离，实验动物立即死亡。用针头固定四肢于小鼠固定板上，使腹部朝上。

**2、皮肤消毒：**用酒精棉球将小鼠腹部的皮肤消毒。

**3、打开腹腔：**用镊子捏起腹部皮肤，剪刀剪一小口，用手术剪将小鼠腹部的皮肤剪开，暴露腹壁。然后用镊子夹起腹壁，手术剪将腹腔剪开，仔细观察小鼠腹腔的各内脏器官。观察并辨别腹腔内各器官：消化系统各器官（肝、胆、胃、小肠、盲肠、大肠、胰脏等）、泌尿及生殖系统各器官（肾脏、输尿管、膀胱、子宫/睾丸等）、脾脏、肾上腺等。

**4、打开胸腔：**用镊子捏起胸骨，手术剪将胸腔剪开，仔细观察小鼠胸腔的各内脏器官。观察并辨别胸腔内各器官：心脏、胸腺、肺、气管等。

**[实验结果]**

认真观察各脏器，掌握哺乳动物腹腔与胸腔各脏器的组成及名称。

## 实验四 人体血型鉴定与交叉配血

### [实验原理]

血型就是红细胞上特异抗原（凝集原）的类型。在 ABO 血型系统，根据红细胞上是否含有 A、B 凝集原而分为 A、B、AB 和 O 型。血清中含有凝集素，且 A 凝集原只能与抗 A 凝集素结合，B 凝集原只能与抗 B 凝集素结合。血型鉴定即是将受试者的红细胞加入标准 A 型血清（抗 B 血清）及标准 B 型血清（抗 A 血清）中，观察有无凝集现象，从而测知受试者红细胞上凝集原的类型。

交叉配血实验是将供血者的红细胞和血清分别和受血者的血清和红细胞混合，观察有无凝集现象。其目的，一是鉴定所测血型是否正确；二是观察是否还有其它不能输血的因素存在，以确保安全输血。

### [实验目的]

学习血型鉴定和交叉配血的方法

### [实验器材与用具]

实验器材和药品：显微镜、离心机、采血针、双凹载玻片、滴管、1ml 吸管、小试管/1.5 ml EP 管、试管架、牙签、消毒注射器及针头；标准 A、B 型血清、生理盐水、75% 酒精、碘酒、棉球、消毒棉签。

### [实验对象] 人

### [实验步骤与方法]

#### 1、血型鉴定：

(1) 用 75% 酒精棉球消毒左手无名指端，用消毒采血针刺破皮肤。用吸管吸 1 滴血于盛有 1 ml 生理盐水的小试管中，混匀制成红细胞悬液。

(2) 取一双凹载玻片，在左上角写 A 字，右上角写 B 字，将 1 滴标准 A 型（抗 B）血清滴在右侧凹内，1 滴标准 B 型（抗 A）血清滴在左侧凹内。**滴管切勿混用。**

(3) 用滴管吸取红细胞悬液，分别滴 1 滴于载玻片两侧的血清上，注意不要使滴管尖端与血清接触，用牙签两端分别混匀。

(4) 10~30 分钟后用肉眼观察有无凝集现象。根据表 6-1 报告鉴定结果

表 6-1

	凝集现象		被检者血型
	标准 A 型（抗 B）血清	标准 B 型（抗 A）血清	
被检者红细胞悬液	-	-	O 型
	-	+	A 型
	+	-	B 型
	+	+	AB 型

注：+ 代表凝集，- 代表未凝集。

## 2、交叉配血：

(1) 以碘酒、酒精消毒皮肤后，用消毒的干燥注射器抽取供血者静脉血 2 ml，取 1 滴加入盛有生理盐水 1 ml 的小试管中，制成红细胞悬液；其余血液装入另一小试管中，待其凝固后离心分离血清；在试管上分别注明“供红”和“供清”。

(2) 同法制成受血者的红细胞悬液及血清，分别注明“受红”和“受清”。

(3) 取一双凹载玻片，在左上角写“供红受清”，右上角写“供清受红”。分别用滴管吸取“供红”、“受清”各 1 滴于左侧凹内，再分别用滴管吸取“供清”、“受红”各 1 滴于右侧凹内，用牙签两端分别混匀。

(4) 10~30 分钟后观察结果。如两侧均无凝集现象，表示血型配合，可以输血。

### [注意事项]

- 1、操作时各滴管不能混用。
- 2、肉眼看不清凝集现象时，应在显微镜下观察。
- 3、红细胞悬液不能太浓或太淡，否则可能出现假阴性反应。
- 4、必须注意区分红细胞叠连现象与凝集现象。前者经混匀或摇晃，串状的红细胞即可分开，而后者决不会因此而有所变化。
- 5、静脉采血必须严格按临床化验要求进行操作。如本实验室不具备条件，可免做交叉配血实验。

### [思考题]

- 1、如果有标准 A 型红细胞和标准 B 型红细胞，但无标准血清时，能否进行血型鉴定？
- 2、为什么血型相同的人之间输血仍要做交叉配血实验？

## 实验五 心脏的期前收缩和代偿间歇

### [实验原理]

心肌产生一次兴奋收缩后，其兴奋性会出现周期性的变化。首先出现有效不应期，其特征之一就是有效不应期特别长，包括整个收缩期及舒张早期，在此期中任何刺激都不能引起心肌产生动作电位和收缩。接着是相对不应期，在此期给心肌一个较强的刺激能使其产生动作电位和收缩。随后是超常期，给心肌一个较弱的刺激也能引起兴奋。这两期均位于舒张期内。如果在心肌收缩的舒张期（不包括舒张早期）施加一个有效的刺激，可引起心肌发生一次额外的收缩，此次收缩发生在正常起搏点发出的节律性兴奋到来之前，故称为期前收缩或早搏。期前收缩也有有效不应期，因此当正常节律性兴奋到来之时，正好落在期前收缩的有效不应期内，不能引起心肌产生兴奋和收缩，直到下一

个节律性兴奋到达时，才恢复正常的节律性收缩。这个在期前收缩后出现的一个较长时间的舒张间歇期，称为代偿间歇。

### [实验目的]

学习蟾蜍（或蛙）在体心搏曲线的描记方法，观察心肌对额外刺激的反应，了解心肌在兴奋过程中兴奋性的变化特点。

### [实验器材与用具]

蛙类手术器械一套（蛙板、玻板、刺蛙针、粗剪刀、手术剪、眼科剪、止血钳（2把）、镊子、玻璃分针、丝线、纱布、钉蛙针（4颗）、蛙心夹、支架、双凹夹（2个）、刺激电极及刺激引导连线、张力换能器、BL-420生物机能实验系统。

任氏液。

### [实验对象]

蟾蜍（或青蛙）。

### [实验步骤]

**1、破坏蟾蜍的脑和脊髓：**取蟾蜍一只，用自来水冲洗干净。左手握住蟾蜍，用食指和中指夹住其前肢，无名指和小指夹住其后肢，拇指按压其头部前端。右手持探针从相当于枕骨大孔处垂直刺入，然后向前通过枕骨大孔刺入颅腔，左右充分搅动捣毁脑组织。再将探针抽回至进针处，向后刺入椎管，反复抽插捣毁脊髓。此时如果蟾蜍四肢松软、呼吸停止、角膜反射消失，表明脑和脊髓已完全被破坏，否则应重复上述步骤直至蟾蜍出现如此现象为止。

**2、开胸暴露心脏：**将毁脑和脊髓的蟾蜍，仰卧固定在蛙板上。用镊子夹起胸部皮肤，沿纵向及横向作十字型剪开，纵向上下到颈、腹部，横向到左、右肋部，并将皮肤掀开。用镊子提起胸骨后端，将腹肌沿胸骨剪开，除去胸骨后端，提起胸骨，将普通剪刀紧贴胸壁伸入胸腔内，剪开胸骨及上喙骨（注意将刀尖上挑，以免损伤下面的心脏和血管），然后将断骨拉向两侧，或剪去一部分断骨，可见心包膜下的心脏。用眼科镊小心提起心包膜，并用眼科剪将心包膜沿心轴方向剪开，暴露心脏。将蛙心夹上连上丝线，在心舒期用蛙心夹夹住心室尖约1毫米。

**3、连接：**借丝线将蛙心夹上的连线连接到张力换能器的弹簧片上，**调整张力换能器的高度使连线保持合适的张力。**将张力换能器连入BL-420生物机能实验系统的输入通道。把刺激电极固定于支架上，调整电极的位置以保证在整个心搏过程中电极都能与心室壁相接触（也可用细铜丝与蛙心夹连接作为刺激电极）。

### [观察项目]

**1、描记正常的心脏收缩曲线：**选择“实验项目”，“循环实验”，“期前收缩与代偿间歇”实验模块，软件将自动设置实验参数，并开始实验，即可在屏幕上观察到正常的心搏曲线。其中，曲线的幅度代表收缩强度，曲线的疏密代表心率，曲线的规律性代表

心律，曲线的顶部水平代表收缩程度，曲线的基线代表舒张程度。

2、**观察心搏曲线变化：**点击刺激控制按钮（点击后刺激输出端才有信号输出），分别在心室的收缩期和舒张的早、中、晚期给予一个阈上刺激，观察心搏曲线有何变化。

（图 3-2）

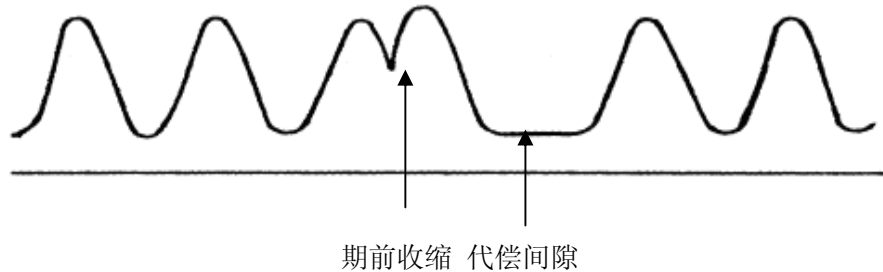


图 2-6 期前收缩与代偿间隙

### [实验结果]

描绘上述实验结果（曲线），并对所观察的实验现象进行分析讨论。

### [注意事项]

- 1、经常用任氏液湿润心脏，以防干燥。
- 2、安放于心室壁上的刺激电极应避免短路。
- 3、每次刺激后，必须等待心搏恢复正常再给予下一次刺激。

### [思考题]

- 1、心脏发生期前收缩和代偿间歇时，心脏的收缩强度有何变化？为什么？
- 2、外加刺激在什么条件下才能引起期前收缩、代偿间歇？为什么？
- 3、心肌的有效不应期长有什么生理意义？

## 实验六 骨骼肌的单收缩、复合收缩和强直收缩

### [实验原理]

肌肉兴奋表现为收缩。肌肉的收缩有两种形式：**等长收缩和等张收缩**。骨骼肌受到一个短暂的有效刺激后会有一次迅速的收缩反应，称为**单收缩**。单收缩的全过程可分为潜伏期、收缩期和舒张期三个时相，其时间值与动物种类、肌肉类型及肌肉本身的状态有关。如果给肌肉连续两个有效的刺激，当刺激间隔大于单收缩总时程时，肌肉发生两个单收缩；当刺激间隔小于单收缩总时程时，第二个收缩与第一个收缩总和起来，发生**复合收缩**。如果给肌肉一连续的刺激，则肌肉的收缩反应随刺激频率的变化而改变。当刺激频率较小时，相继两个刺激的间隔大于肌肉单收缩的总时程，则肌肉发生连续的单收缩；当刺激频率逐渐增大，相继两个刺激的间隔小于单收缩的总时程，但大于收缩

期，则肌肉发生复合收缩，且收缩波形呈锯齿状，称为**不完全强直收缩**；当刺激频率增大到一定值时，相继两个刺激的间隔小于单收缩的收缩期，则肌肉一直处于收缩状态，其收缩波形呈现为一个平台，称为**完全强直收缩**。强直收缩的幅度大于单收缩的幅度，并且在一定范围内，当刺激的强度和作用时间都不变时，肌肉的收缩幅度随刺激频率的增加而增大。

骨骼肌的收缩活动受支配它的神经所控制。当支配骨骼肌的神经纤维只有一部分兴奋时，则它们所支配的那一部分肌纤维发生收缩，肌肉单收缩的幅度较小；当支配骨骼肌的所有神经纤维都兴奋时，则所有肌纤维发生收缩，肌肉单收缩的幅度最大。神经纤维兴奋的数量在一定范围内与刺激强度有关。因此，在一定范围内骨骼肌单收缩的幅度随刺激强度的增加而增大。刚能引起肌肉收缩的刺激强度称为**阈强度（刺激）**，引起肌肉发生最大收缩的最小刺激强度的刺激称为**最大刺激**。

### [实验目的]

- 1、观察骨骼肌单收缩幅度与刺激强度的关系。
- 2、了解骨骼肌单收缩过程的时相变化。
- 3、观察骨骼肌收缩的复合现象。
- 4、观察骨骼肌的收缩形式与刺激频率之间的关系。

### [实验器材与用具]

蛙类手术器械一套：蛙板、玻板、刺蛙针、粗剪刀、手术剪、眼科剪、止血钳（2把）、镊子、玻璃分针、丝线、纱布、钉蛙针（4颗）、蛙心夹、支架、双凹夹（2个）、肌槽、培养皿、滴管。

刺激电极及刺激引导连线、张力换能器、BL-420 生物机能实验系统。

任氏液。

### [实验对象]

蟾蜍（或青蛙）。

### [实验步骤]

#### 1、坐骨神经—腓肠肌标本的制备：

（1）破坏蟾蜍的脑和脊髓：同实验五

（2）左手捏住蟾蜍的腰部，右手持普通剪刀在其肩关节稍下方处剪断脊柱，然后提起脊柱，沿两侧剪开皮肤，蟾蜍头部与内脏自然下垂，剪去头部及所有内脏（注意切勿损伤沿脊柱两侧下行的坐骨神经）。

（3）左手捏紧脊柱残端（注意不要碰到坐骨神经），右手捏紧其上的皮肤边缘，用力向下剥掉全部后肢的皮肤，然后把标本放入盛有任氏液的培养皿中。将手及全部用过的手术器械冲洗干净，因为皮肤的分泌物对神经和肌肉是有害的。

（4）用镊子夹住脊柱将标本提起，然后用普通剪刀沿正中将脊柱分为两半，并从耻

骨联合中央剪开两侧大腿，使之完全分离；或用单面刀片沿正中将脊柱和耻骨联合处切开（注意勿伤坐骨神经）。把标本放入盛有任氏液的培养皿中。

（5）取一条腿放置于蛙板上的玻璃板上，脊柱端取腹面向上，大腿端取背面向上，用大头针固定。用玻璃针沿脊柱分离坐骨神经，再沿神经走向剪去梨状肌及其附近的结缔组织，顺坐骨神经沟（股二头肌与半膜肌之间的肌间沟）找出坐骨神经的大腿段，用玻璃针仔细分离。在近脊柱处结扎坐骨神经，从结扎处近脊柱端将坐骨神经剪断，然后将结扎神经的线轻轻提起，剪断坐骨神经的所有分支，将神经游离。

（6）将游离的坐骨神经搭于腓肠肌上，在膝关节周围剪去全部的大腿肌肉，用刀片将股骨刮干净，然后在距膝关节约 1cm 处剪断股骨。

（7）将游离的坐骨神经置于股骨端，在腓肠肌的跟腱下穿线结扎，并于结扎处远端剪断跟腱。提起腓肠肌将其游离至膝关节下，然后从膝关节囊将小腿其余部分剪去，这样就制成了一个附着于股骨上并带有坐骨神经的腓肠肌标本。

（8）**检验标本活性：**用经任氏液润湿的**锌铜弓**两极轻轻接触一下坐骨神经，如腓肠肌发生迅速而明显的收缩，则表明标本的活性良好，可将标本放入盛有任氏液的培养皿中备用。

**2、固定标本：**将标本的股骨头固定在肌槽的股骨固定孔内。肌腱上的结扎线与张力换能器相连，并使肌肉处于自然拉长状态。将神经置于肌槽的电极上。

**3、仪器连接：**张力换能器的插头插入 BL-420 生物机能实验系统的信号输入插孔，刺激电极的接头与其刺激信号输出孔相连。

### [观察项目]

#### 1、改变刺激强度，记录肌肉的收缩张力曲线。

选择“实验项目”，“肌肉神经实验”，“刺激强度与反应的关系”实验模块。以刚能引起腓肠肌收缩的刺激强度为阈强度（阈值），强度为阈值的刺激为**阈刺激**。刺激强度继续增大，可记录到收缩曲线逐步增高的曲线图，直到最后收缩曲线的幅度不再随刺激强度的升高而升高。刚好使收缩曲线达到最高的最小刺激强度的刺激称为**最大刺激**。记录此时的刺激强度，固定此刺激强度进行以下实验。

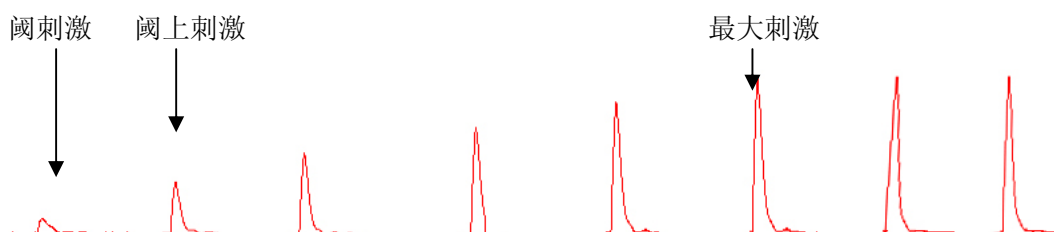


图 2-3



## 2、改变刺激频率，记录肌肉的单收缩和复合收缩张力曲线。

选择“实验项目”，“肌肉神经实验”，“刺激频率与反应的关系”实验模块。刺激强度固定（大于阈值）采用连续串刺激。当刺激间隔时间长于肌肉的收缩总时程时，可记录到肌肉的单收缩张力曲线。当刺激间隔时间小于肌肉的收缩总时程时，可记录到收缩的融合，即复合收缩曲线。若刺激间隔时间大于收缩期而小于肌肉的收缩总时程时，曲线顶端呈锯齿状，为不完全强直收缩。若刺激间隔时间小于收缩期，则曲线顶端平滑，为完全强直收缩。

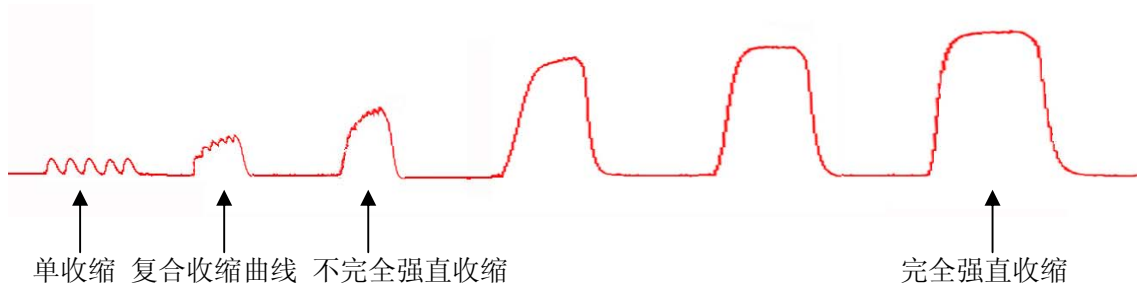


图 2-4 单收缩和强直收缩曲线

### [实验结果]

描绘上述实验结果（曲线），并对所观察的实验现象进行分析讨论。

### [注意事项]

- 1、在暴露坐骨神经和腿部肌肉后不能用自来水冲洗。
- 2、分离坐骨神经时应沿神经走向进行，尽量少用金属器械接触神经干，不要过分牵拉和压迫标本组织以免产生损伤。
- 3、在制备过程中经常给神经和肌肉滴上任氏液，防止表面干燥，以保持标本的正常活性。
- 4、刺激肌肉的时间不应过长，在每次刺激之后必须让标本有相同的休息时间，以确保肌肉的收缩力和兴奋性。
- 5、刺激过程中要保持标本湿润，但也要防止刺激电极短路。
- 6、若肌肉在未给刺激时即出现挛缩，可能是仪器漏电所致，应检查接地是否良好。

### [思考题]

- 1、锌铜弓检验标本活性的原理是什么？
- 2、为什么在一定范围内骨骼肌的单收缩幅度随刺激强度的增加而增大？
- 3、同一块肌肉，其单收缩、复合收缩和强直收缩的高度是否相同？为什么？
- 4、不同的骨骼肌，引起完全强直收缩的刺激频率是否相同？为什么？

## 实验七 心血管活动的神经体液性调节

### [实验原理]

正常情况下，人和动物的动脉血压是相对恒定的，这种相对恒定是通过神经、体液和自身调节机制调节心脏和血管活动而实现的。在异常情况下，如应激、应急情况时，动脉血压也会有相应的变化以适应环境的改变。神经调节是中枢神经系统通过反射调节心血管的活动，最后影响到动脉血压的水平。心血管的活动还受许多体液因素的影响，它们同样对动脉血压具有调节作用。如果改变内外环境的某些因素，动脉血压就会发生相应的变化。

本实验采用的是直接测定血压的方法。通过动脉插管，经液压传动系统，由血压换能器将血压变化转换为电信号记录在仪器上。

动脉血压受心输出量，外周阻力、大动脉管壁弹性以及循环血量等因素的影响，其中尤以前两个因素最为重要。体内外许多因素通过神经和体液途径调节心输出量和外周阻力，致使血压发生改变。神经调节主要通过各种心血管反射而实现，其中较重要的反射是颈动脉窦和主动脉弓压力感受性反射即降压反射。心血管活动的体液调节中，主要的有肾上腺素(adr)和去甲肾上腺素(NA)。它们对心血管的作用既有共性，又有不同。前者主要作用于心脏，后者主要作用于血管，二者均有升压作用。

### [实验目的]

学习直接测定和记录动脉血压的急性实验方法，并以动脉血压为指标，观察整体情况下一些神经体液因素对心血管活动的调节。

### [实验器材与用具]

哺乳类手术器械一套：组织剪、眼科剪、镊子、眼科镊、止血钳、动脉夹、气管插管、玻璃分针、滴管、烧杯、棉线、丝线（4色）、棉花、注射器

动脉插管、双凹夹、支架、试管夹、三通管、兔手术台及固定用纱布条

BL-420 生物机能实验系统、压力换能器、保护电极

20%氨基甲酸乙酯（Urethane，乌拉坦）、3.8%枸橼酸钠、生理盐水、肝素（300单位/毫升）、0.01%去甲肾上腺素、0.01%肾上腺素、0.01%乙酰胆碱。

### [实验对象]

实验对象：家兔

### [实验步骤]

#### 1、安装实验装置：

将压力换能器的两个小管分别与三通管连接，其中一个三通管通过乳胶管与动脉插管相连，转动三通管的旋柄使压力换能器通过动脉插管与大气相通。用注射器将3.8%枸橼酸钠或肝素溶液通过另一三通管缓慢注入压力换能器和动脉插管内，将其中的空气排

尽，关闭该三通管。血压换能器固定的位置应与动物的心脏处于同一水平。

## 2、手术准备

### (1) 称重、麻醉与固定：

取家兔一只（注意正确捉拿方法：一手抓住颈背部皮肤，轻轻提起，另一手托其臀部，使兔呈坐立姿势，切忌捉拿双耳），称重。动物称重后，从耳缘静脉缓慢注入 20% 氨基甲酸乙酯（5 ml/kg 体重），注射过程中注意观察麻醉深浅，掌握给药量和给药速度。方法：快速推注 1/3 麻药后稍停，然后减速缓慢推注，并注意观察动物呼吸、角膜反射和痛反应。防止因麻醉过深而造成动物死亡。如呼吸停止时应立刻做胸部挤压人工呼吸抢救）。取出针头时用干棉球压迫止血。仰卧位固定动物于兔手术台上。

### (2) 气管插管：

剪去颈前部手术野的被毛，于颈前部正中剪开皮肤约 6—8cm。用止血钳配合手逐层钝性分离皮下组织及胸舌骨肌，暴露气管。分离气管旁结缔组织，在甲状软骨下约第四或第五环状软骨水平作“倒 T”形切口，横行切口不能超过气管的一半，纵行切口朝向头部，长约 0.5cm。气管中如有粘液或血液，可用棉花擦去。向心方向插入气管插管，用穿好的棉线结扎并将扎线残端固定在插管的分叉上，以免滑脱。

### (3) 分离颈总动脉、颈迷走神经和减压神经：

在颈部，神经与颈总动脉被结缔组织膜包在一起，形成血管神经束，位于气管外侧。用左手拇指和食指捏住一侧切口的皮肤和肌肉，其余三指从颈后皮肤向上顶，使颈部气管旁软组织外翻，便可暴露出与气管平行的动脉鞘，鞘内包括有靠前的颈总动脉和紧贴在后的迷走神经、交感神经和减压神经(图 7-1)。用玻璃分针，轻轻地纵行分离开鞘膜，并将颈总动脉移向一旁，就可见到三条平行排列的神经：迷走神经最粗、规整、明亮；交感神经较细，光泽较暗；减压神经最细，在颈中部水平多位于前二者之间并紧挨交感神经并行，用玻璃针小心分离三根粗细不同的神经，分离顺序从细到粗，分离长度约 2cm，于各条神经和颈总动脉下各穿一线备用。

### (4) 颈总动脉插管：

分离对侧颈总动脉约 4 cm，注意勿伤及颈总动脉的甲状腺分支），其下穿 2 根丝线，在尽量靠远心端作两次结扎，保留结扎线残端。用动脉夹夹住近心端以阻断血流，在两者之间穿线备用。然后在靠近结扎端用眼科剪向心方向小心剪一斜口（注意不要将血管剪断），将动脉插管（事先已注入肝素，注意排除气泡）由切口向心方向插入动脉，用备用线扎紧并固定于插管的的胶布上方（或用另一动脉夹固定），以免滑脱。所有手术全部完成后，缓慢移去动脉夹，此时可见血液注入塑料动脉插管前端，并有搏动，如有出血，可将线再扎得紧些。

## [观察项目]

1、描记正常的血压曲线（图 11—4）。

选择“实验项目”，“循环实验”，“兔动脉血压调节”实验模块，软件将自动设置实验参数，并开始实验，即可在屏幕上观察到正常的血压曲线。

动脉血压随心室的收缩和舒张而变化，心室收缩时血压上升，心室舒张时血压下降，这种血压随心跳波动称为“一级波”（心搏波），其频率与心率一致。此外可见动脉血压亦随呼吸而变化，吸气时血压先下降后上升，呼气时血压先上升后下降，这种波动称为“二级波”（呼吸波），其频率与呼吸频率一致。有时还可见到一种低频率的、缓慢的血压波动，称为“三级波”，可能与心血管中枢紧张性活动的周期有关。



图 3-2 正常血压曲线

2、用动脉夹夹闭插管对侧的颈总动脉 10~15 秒，观察血压变化。

3、手持插管侧颈总动脉远心端的结扎线，向心方向轻轻做有节奏的往复牵拉，时间约 10~15 秒，观察血压变化。

4、电刺激减压神经，然后做双结扎，于结扎线之间将减压神经剪断（也可不剪断），分别刺激其中枢端和外周端（连续单刺激，频率：16—32Hz，强度：10-20V），观察血压变化。

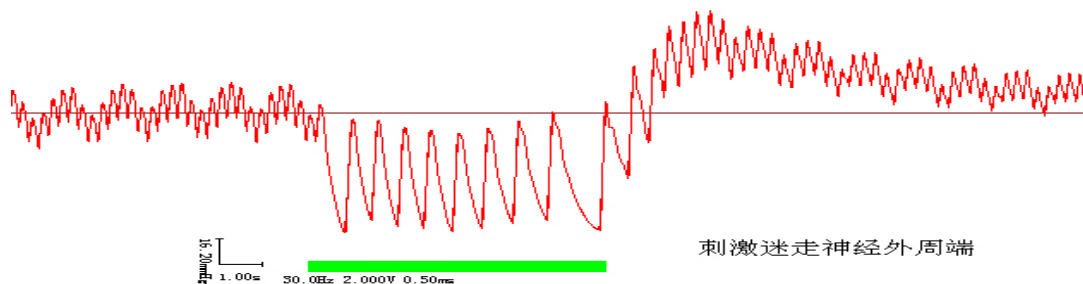


图 3-3 刺激迷走神经外周端

5、电刺激迷走神经，然后做双结扎，于结扎线之间将迷走神经剪断（也可不剪断），分别刺激其中枢端和外周端（连续单刺激，频率：16—32Hz，强度：10-20V），观察血压变化。

6、耳缘静脉注射 0.5 ml 0.01% 肾上腺素（E），观察血压变化。

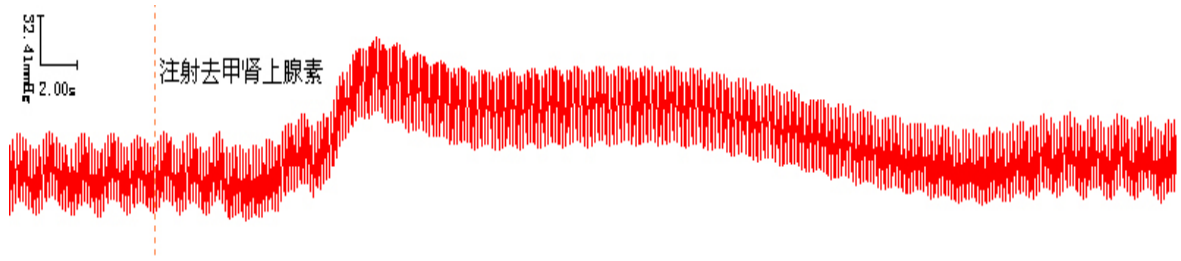


图 3-4 注射去甲肾上腺素

7、耳缘静脉注射 0.5 ml 0.01% 去甲肾上腺素 (NE)，观察血压变化。

8、耳缘静脉注射 0.5 ml 0.01% 乙酰胆碱 (ACh)，观察血压变化。

**\*不同药物注射间隔时间以血压恢复至正常水平为宜！**

### [实验结果]

描绘上述实验结果 (曲线)，并对所观察的实验现象进行分析讨论。

### [注意事项]

- 1、注射麻醉剂要缓慢，以防造成动物死亡。
- 2、保护耳缘静脉，注射时应从耳尖部进针，若不成功，再向耳根部移位。注射前一定要排气泡。
- 3、手术过程中应尽量避免出血。分离神经时应特别仔细，操作要轻，勿过度牵拉，以免损伤神经。
- 4、气管插管不宜过深。
- 5、动脉插管前必须先充满肝素生理盐水，排出气泡。
- 6、注意三通管之开闭方向。
- 7、在整个实验过程中，均需保持动脉插管与血管平行，以免刺破血管。
- 8、在每项处理之前，均要有正常对照曲线。
- 9、随时注意动脉插管的位置，特别是动物挣扎时，防止插管扭转而阻塞血流或刺破血管。
- 10、实验结束时，先结扎颈总动脉再取出动脉插管以防大出血。

### [思考题]

- 1、试述减压神经在血压调节中的作用。
- 2、肾上腺素和去甲肾上腺素的作用有何不同？为什么？

## 实验八 人体标本的参观实习

组织去武汉大学基础医学院解剖室参观实习。



中南民族大学药学院化学生物学与药学实验教学中心

## 《药理学实验讲义》

药理教研室 编写

适用专业： 药学专业

药物制剂

2012年3月

# 目 录

实验一	常用动物基本操作 .....	47
实验二	不同给药途径对药物作用的影响 .....	48
实验三	传出神经系统药物对麻醉家兔血压的影响 .....	49
实验四	药物的镇痛作用 .....	52
实验五	药物对胃肠蠕动的影响 .....	55
实验六	利尿药对小鼠的利尿作用 .....	56
实验七	糖皮质激素的抗炎作用 .....	57
实验八	大鼠口服糖耐量实验 .....	58
实验九	药物的体内抗凝血作用 .....	59
实验十	药物的体外抗凝血作用 .....	60
实验十一	有机磷农药中毒及其解救 .....	62



## 实验一 常用动物基本操作

**实验学时：**3 学时

**实验类型：**验证性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

**【目的】**学习大、小鼠捉拿、给药和取血方法。

**【器材】**1 ml 和 5 ml 注射器，灌胃针头，胃管，注射针头(4 号、5 号和 6 号)，天平，电子秤，磅秤，小鼠固定筒，大鼠固定筒，家兔固定箱，兔开口器，75%酒精棉球，试管数根，剪刀，小镊子，止血钳，帆布手套，动脉夹，结扎线，硅胶管。

**【药品】**生理盐水。

**【动物】**小鼠 4 只，体重 18~22 g，雌雄各半；大鼠 1 只，体重 180~220 g，雌雄各半；家兔 1 只，2~3 kg，雌雄各半。

**【方法】**

1. 捉拿方法
2. 标记方法
3. 性别鉴定
4. 不同途径给药方法

经口灌胃

腹腔注射

皮下注射

肌肉注射

小鼠尾静脉注射

家兔耳缘静脉注射

6. 小鼠处死方法

## 实验二 不同给药途径对药物作用的影响

**实验学时：**3 学时

**实验类型：**验证性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

**【目的】**观察不同给药途径对药物作用的影响。

**【器材】**1 ml 注射器，灌胃针头，天平。

**【药品】**10 % 硫酸镁。

**【动物】**小鼠 5 只

**【方法】**

### 1. 硫酸镁不同给药途径对药物作用的影响

取体重接近的小鼠 2 只，称重并标记，1 号鼠腹腔注射 10%硫酸镁溶液 0.2 ml/10 g (2.0 g/kg)，2 号鼠口服(灌胃)同样剂量的硫酸镁溶液。置于笼中，观察两鼠的表现，并记录结果。

**【结果】**将所观察的实验结果填入下表：

**表 2-1 硫酸镁不同给药途径对药物作用的影响**

鼠号	体重 (g)	药量 (ml)	给药途径	给药前表现	给药后表现
1					
2					

**【思考题】**以硫酸镁为例，同一药物以不同给药途径给予对药物作用会产生哪些不同影响？

### 实验三 传出神经系统药物对麻醉家兔血压的影响

**实验学时：**6 学时

**实验类型：**设计性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

**【目的】**学习急性麻醉动物血压实验的装置和方法，观察传出神经系统药物对其血压的影响，加深对这类药物相互作用关系的理解。

**【要求】**掌握血压的记录方法和传出神经系统药物对血压的作用。

**【原理】**传出神经系统中的植物神经系统有以乙酰胆碱为递质的副交感神经系统和以去甲肾上腺素为递质的交感神经系统，它们相互作用，相互对抗，维持机体的生理机能平衡。药物影响副交感神经系统和交感神经系统的作用部位主要是递质和受体。通过相应受体的激动剂和拮抗剂对动物血压的影响，间接地定性分析不同组织、不同部位受体的类型和功能。

**【器材】**手术台，手术器械，多道生理记录仪，电脑系统，三通管压力换能器，输液滴定管，1 ml、5 ml 注射器，测瞳尺，50 ml 烧杯，滤纸，磅秤。

**【药品】**生理盐水，3%戊巴比妥溶液，肝素注射液，实验所需药物见方法部分。

**【动物】**家兔 2~3 kg，雌雄不限。

#### **【方法】**

(一) 取家兔一只，称重，前肢皮下静脉注射 3%戊巴比妥 30mg/kg(即 1 ml)使之麻醉，背位固定于手术台上。

#### (二) 手术

1. 颈部 剪去颈部的毛，正中切开颈部皮肤，分离气管，在气管上做一 T 型切口，插入气管插管，结扎固定。分离一侧颈总动脉，插入与压力换能器相连的动脉插管(内充满肝素溶液)，打开动脉夹，将电脑系统调试好以后，记录正常血压。

2. 腹股沟 在任一侧的腹股沟部位，用手触得股动脉搏动处，剪去毛，纵切皮肤 3~4 cm，分离出股静脉，结扎远心端，向近心端插入与输液相连的静脉插管，检查静脉插管是否畅通。

### （三）实验软件设置

打开电脑，点击菜单“实验/药理学实验”，选择“药物对兔血压的作用”。

### （四）观察项目

1. 描记正常血压曲线，观察收缩压和舒张压的变化及血压的呼吸波。
2. 依次注射下述药物，每次给药后立即由输液管滴入生理盐水 2 ml，将药物冲入静脉，观察平均动脉压变化情况及脉压差的变化。待上述情况恢复正常或平稳后，再给下一药物。

#### （1）观察拟肾上腺素药对血压的影响

- ①盐酸肾上腺素  $10 \mu\text{g}/\text{kg}$  ( $10^{-4}$  溶液 0.1ml)。
- ②重酒石酸去甲肾上腺素  $10 \mu\text{g}/\text{kg}$  ( $10^{-4}$  溶液 0.1ml)。
- ③盐酸异丙肾上腺素  $50 \mu\text{g}/\text{kg}$  ( $5 \times 10^{-4}$  溶液 0.1ml)。

#### （2）观察 $\alpha$ 受体阻断药对拟肾上腺素药作用的影响

- ①盐酸酚妥拉明  $5 \text{ mg}/\text{kg}$  ( $2.5 \times 10^{-2}$  溶液 0.2ml)。
- ②重复（1）—①。
- ③重复（1）—②。
- ④重复（1）—③。

#### （3）观察 $\beta$ 受体阻断药对拟肾上腺素药作用的影响

- ①普萘洛尔  $0.1 \text{ mg}/\text{kg}$  ( $2.5 \times 10^{-3}$  溶液 0.1ml)。
- ②重复（1）—①。
- ③重复（1）—②。
- ④重复（1）—③。

复制血压曲线，标明血压值，所给药物的名称和剂量，分析各药的相互作用，解释给药前后出现的各种生理现象的变化，记录实验结果。

### 【结果】

将实验结果填入下表。

表 3-1 传出神经系统药物对麻醉家兔血压的影响

药物（浓度）	剂量	血压（mmHg）	
		用药前	用药前
肾上腺素 $10^{-4}$	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (0.1ml)		
去甲肾上腺素 $10^{-4}$	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (0.1ml)		
异丙肾上腺素 $5 \times 10^{-4}$	20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (0.1ml)		
酚妥拉明 $2.5 \times 10^{-2}$	20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (0.1ml)		
肾上腺素 $10^{-4}$	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (0.1ml)		
去甲肾上腺素 $10^{-4}$	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (0.1ml)		
异丙肾上腺素 $5 \times 10^{-4}$	20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (0.1ml)		
普萘洛尔 $10^{-3}$	0.1 mg/kg (0.1ml)		
肾上腺素 $10^{-4}$	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (0.1ml)		
去甲肾上腺素 $10^{-4}$	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (0.1ml)		
异丙肾上腺素 $5 \times 10^{-4}$	20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (0.1ml)		

【注意事项】颈部手术部位不宜靠近甲状腺部位，否则易出血，切勿损伤颈部迷走神经和交感神经。

【思考题】

- 1、试讨论肾上腺素、去甲肾上腺素、异丙肾上腺素对心血管作用的异同点。
- 2、酚妥拉明为何能够翻转肾上腺素的升压作用？

## 实验四 药物的镇痛作用

**实验学时：**6 学时

**实验类型：**验证性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

### (一) 化学刺激法（扭体法）

**【目的】**学习镇痛实验化学刺激法，观察安痛定（复方氨基比林）、吗啡(或哌替啶)的镇痛作用。

**【原理】**小鼠腹腔注射化学刺激剂(如酒石酸锑钠、醋酸溶液等)可诱导疼痛，动物表现出特征性的躯体伸缩行为称之为扭体反应(表现为腹部收缩内陷、躯干扭曲与后腿伸展及蠕行等)。镇痛药物可以抑制这种反应。将给药组与对照组相比，若使扭体反应发生率减少 50%以上的，可认为有镇痛作用。

**【器材】**鼠笼，小动物电子秤(或天平)，注射器，秒表。

**【药品】**0.1%盐酸吗啡或 0.4%盐酸哌替啶，1%安痛定（复方氨基比林），0.6%冰醋酸(或 1%酒石酸锑钾)，生理盐水。

**【动物】**小鼠，体重 18~22 g。

**【方法】**取小鼠 6 只，称重，均分为 3 组，分别为吗啡组、安痛定组和生理盐水组。观察每组动物的正常活动情况，1 组小鼠腹腔注射 0.1%吗啡 0.1 ml/10g，2 组腹腔注射 1%阿司匹林 0.1 ml/10g，3 组注射等容量的生理盐水。30 min 后，三组小鼠分别腹腔注射 0.6%醋酸(或 1% 酒石酸锑钾) 0.1 ml/10g，观察 20 min 内各组出现扭体反应动物数及其平均扭体次数。

汇总各组实验结果，记于下表内，并依照下列公式计算药物镇痛百分率或抑制百分率。

**【结果】**

表 4-1 药物对醋酸所致小鼠扭体反应的影响

分组	动物数(n)	发生反应动物数(%)	扭体次数(次)
吗啡组			
安痛定组			
生理盐水组			

$$\text{镇痛百分率} = \frac{\text{实验组无扭体反应数} - \text{对照组无扭体反应数}}{\text{对照组扭体反应数}} \times 100\%$$

$$\text{抑制百分率} = \frac{\text{对照组平均扭体次数} - \text{给药组平均扭体次数}}{\text{对照组平均扭体次数}} \times 100\%$$

### 【注意事项】

1. 酒石酸锑钾溶液或冰醋酸溶液应临时配制，放置过久，其作用明显减弱。
2. 镇痛剂腹腔注射的部位和操作技术应力求一致。
3. 将给药组与对照组相比，若药物使小鼠扭体反应发生率减少 50%以上的，才能认为其有镇痛作用。

## (二) 热板法

【目的】学习镇痛实验热板法，观察安痛定（复方氨基比林）、吗啡(或哌替啶)的镇痛作用。

【原理】把小鼠放在事先加热至  $55^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$  的热板测痛仪的金属板上，以舔后足作为“疼痛”反应指标。观察给药前、后痛阈值的变化。

【器材】鼠笼，小动物电子秤(或天平)，小鼠热板测痛仪，注射器，秒表。

【药品】0.1%盐酸吗啡或 0.4%盐酸哌替啶，1%安痛定，0.6% 冰醋酸(或 1% 酒石酸锑钾)，生理盐水。

【动物】小鼠，雌性，体重 18~22 g。

【方法】把小鼠放在事先加热至  $55^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$  的热板测痛仪的金属板上，热板作为热刺激，用秒表记录小鼠自投入热板至出现舔后足的时间(S)作为该鼠的痛阈值。给药前先测定每只小鼠的痛阈值（共测定两次，以平均值不超过 30 s 者为合格）。取合格小鼠 6 只，称重，均分为 3 组，分别为吗啡组、安痛定组和生理盐水组。1 组小鼠腹腔注射 0.1%吗啡 0.1 ml/10g，2 组腹腔注射 1%阿司匹林 0.1 ml/10g，3 组注射等容量的生理盐水。30 min 后，三组小鼠分别腹腔注射 0.6%醋酸(或 1% 酒石酸锑钾) 0.1 ml/10g，给药后，每隔 1/2~1 h 测定一次痛阈值，连续数次，如痛阈值超过 60s，即停止测试而按 60s 计。汇总各组实验结果，记于下表内，按所测之痛阈平均值并依照下列公式计算药物对小鼠的痛阈提高百分率。

$$\text{痛阈提高百分率} = \frac{\text{用药后平均痛阈值} - \text{用药前平均痛阈值}}{\text{用药前平均痛阈值}} \times 100\%$$

以时间为横坐标，痛阈提高百分率为纵坐标，绘出镇痛作用时程曲线，以分析药物的作用强度，开始作用时间和持续时间。

### 【结果】

表 4-2 药物对小鼠痛阈值的影响

分组	动物数(n)	平均痛阈值(s)		痛阈提高百分率 (%)
		用药前	用药后	
吗啡组				
安痛定组				
生理盐水组				

### 【注意事项】

1. 动物体重对结果有影响，小鼠体重以 18~22 g 为宜。
2. 小鼠个体差异大，应挑选痛阈值在 5~30s 以内者为合格，不到 5s 或超过 30s 或喜跳跃者均剔除。
3. 小鼠以雌性为好，雄性因为阴囊受热后易松弛，与热板接触而致反应过敏。
4. 室温对实验有影响，过低小鼠反应迟钝，过高则敏感，易引起跳跃。13~18℃范围内，小鼠反应波动较小。

### 【思考题】

1. 阐述吗啡镇痛作用的机制及其用途。
2. 比较安痛定与吗啡在镇痛作用上的异同点？



## 实验五 药物对胃肠蠕动的影晌

**实验学时：**3 学时

**实验类型：**验证性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

**【目的】** 观察各种药物对胃肠道运动的影响，分析药物的作用机理。

**【原理】** 胃肠蠕动的意义在于将食糜向前推动，不同药物作用部位不同，作用机理也不同。利用碳末作为指示剂，观察碳末在肠道的推进距离，以此反映肠蠕动情况。

**【器材】** 手术剪，镊子，天平，小鼠灌胃器，注射器、秒表，皮尺。

**【药品】** 10%硫酸镁溶液，5%碳末混悬液（5%活性碳末+10%阿拉伯胶+水），硫酸新斯的明，多潘立酮，大黄提取物。

**【动物】** 小鼠 4 只（实验前禁食 6~8h），体重 18~22g。

**【方法】** 取小鼠 4 只，称重并标记，分为四组：对照组、多潘立酮组、硫酸镁组、新斯的明组。对照组灌胃自来水，多潘立酮组灌胃给予 0.1 mg/ml 的多潘立酮，硫酸镁组灌胃给与硫酸镁，新斯的明组皮下注射给与 0.012 mg/ml 的硫酸新斯的明 0.1 ml/10g，**大黄提取物组给与**。30 min 后，每鼠灌胃给与碳末混悬液 0.2 ml，20 min 后，脱颈椎处死，立即剖开腹腔分离肠系膜，剪取上端至幽门，下端至回盲部的肠端，轻轻将其拉直，测量碳末末端至幽门距离及幽门至小肠回盲端距离，求出二者比值。

**【结果整理】**

将实验结果填入下表

表 5-1 药物对胃肠蠕动的影晌

观察项目	对照组	多潘立酮组	硫酸镁组	新斯的明组
体重 (g)				
药量 (ml)				
幽门至碳末距 (cm)				
小肠总长度 (cm)				
碳末推进率 (%)				

$$\text{碳末推进率 (\%)} = \frac{\text{碳末在肠内推进距离}}{\text{小肠总长度}} \times 100\%$$

### 【注意事项】

1. 实验操作时间要尽量一致，以免时间不同造成实验误差。
2. 分离肠系膜及测量时应细心，以免影响肠内容物的观察。

### 【思考题】

根据实验现象，分析并说明硫酸镁、多潘立酮和新斯的明对胃肠蠕动的影响及作用机制。

## 实验六 利尿药对小鼠的利尿作用

**实验学时：**3 学时

**实验类型：**验证性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

**【目的】**观察利尿药对小鼠的利尿作用。比较几种利尿药的利尿强度及特点有何不同。

**【器材】**2 ml 注射器，玻璃漏斗，表面皿，50 ml 量筒。

**【药品】**生理盐水，呋塞米（速尿）20 mg/2 ml，氢氯噻嗪 20 mg/2 ml。

**【动物】**小鼠 18-22 g。

### 【方法】

1、取 18-22 g 小鼠 3 只，标记，称重，分别灌胃注射生理盐水、20 mg/2 ml 呋塞米（速尿）及 20 mg/2 ml 氢氯噻嗪各 0.5 ml。

2、10-15 min 后，每只小鼠腹腔注射生理盐水 0.2ml/10 g。置于玻璃漏斗中收集尿液。每 5min 记录一次尿量。

**【结果】**将实验结果填入下表。

表 6-1 利尿药物的利尿作用

组别	给药后尿量 (ml)					
	5 min	10 min	15 min	20 min	25 min	30 min
正常组						
呋塞米						
氢氯噻嗪						

**【注意事项】**

1. 小鼠好动，易从漏斗爬出，需加盖预防并全程监控。
2. 部分小鼠尿液粘在身体上，造成损耗，可能会影响到实验结果。

**【思考题】**

1. 呋塞米及氢氯噻嗪的利尿作用有何不同？
2. 利尿药常见的不良反应有哪些？

## 实验七 糖皮质激素的抗炎作用

**实验学时：**3 学时

**实验类型：**验证性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

**【目的】**观察地塞米松的抗炎性水肿作用。

**【器材】**鼠笼，小动物电子秤（天平），注射器，滴管，螺旋测微尺。

**【药品】**生理盐水，二甲苯，5 mg/ml 醋酸地塞米松溶液。

**【动物】**小鼠，体重 18-22 g。

**【方法】**

- 1、取 18-22 g 小鼠 2 只，标记，称重，甲鼠腹腔注射 5 mg/ml 醋酸地塞米松溶液 0.1ml/10g，乙鼠腹腔注射等容量生理盐水。
- 2、30 min 后，每只小鼠均于左耳廓上滴加 2 滴二甲苯，涂匀。
- 3、2 h 后用螺旋测微尺测两耳的厚度，将其厚度差作为炎症反应的强度。

【结果】将实验结果填入下表。

表 7-1 地塞米松对二甲苯所致小鼠耳廓肿胀的影响

组别	药物	耳廓厚度		
		左耳	右耳	差值
1	地塞米松			
2	生理盐水			

【注意事项】

1. 二甲苯滴加量应尽量一致。
2. 螺旋测微尺测两耳的厚度时固定专人，测量部位要一致。

【思考题】

1. 糖皮质激素的抗炎机制是什么？与甾体类抗炎药相比有何不同？

## 实验八 大鼠口服糖耐量实验

实验学时：3 学时

实验类型：验证性实验

教学方式：集中授课，分小组实验

【目的】学习口服糖耐量测定技术，了解临床糖尿病的诊断标准

【器材】1 ml、5 ml 注射器，50 ml 烧杯，磅秤，血糖试纸，血糖仪。

【药品】0.25 mg/ml 地塞米松磷酸钠注射液，25%葡萄糖溶液

【动物】大鼠 330-370 g。

【方法】

1、大鼠分为两组：地塞米松组，腹腔注射 0.25 mg/100 g 地塞米松，每天一次，连续 5 天，空白对照组，注射等量生理盐水。口服糖耐量实验实验前，禁食不进水 12 h。

2、给予葡萄糖 0.25 g/100 g 灌胃，然后在设定的时间点（0、0.5、1、2h）尾部取血测血糖。以血糖为纵坐标、时间为横坐标作图，计算曲线下面积（AUC）。

3、分析两组 AUC 的统计学差异。

**【注意事项】**

1. 尾部取血时避免过度剪尾；
2. 第一滴血舍去，用第二滴血测血糖。

**【思考题】**

- 1、 糖尿病、胰岛素抵抗的诊断标准是什么？
- 2、 地塞米松诱发胰岛素抵抗的原因可能是？

## 实验九 药物的体内抗凝血作用

**实验学时：**3 学时

**实验类型：**验证性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

**【目的】**观察肝素和双香豆素对小鼠体内凝血时间的影响。

**【器材】**鼠笼，小动物电子秤（天平），注射器，小鼠灌胃器，秒表，毛细玻管，玻片，针头，棉球。

**【药品】**50U/ml 肝素溶液，2 mg/ml 双香豆素溶液，生理盐水。

**【动物】**小鼠，体重 18-22 g。

**【方法】**

取小鼠 6 只，称重，均分为 3 组，分别为双香豆素组、肝素组和生理盐水组。第一组小鼠于实验前两天以 2 mg/ml 双香豆素溶液 0.2ml/10g 灌胃，早晚各一次，共 5 次。第二组于实验前以 50U/ml 肝素溶液 0.2ml/10g 腹腔注射。第三组以等容积的生理盐水灌胃。20min 后，测定凝血时间。

1、毛细玻管法：左手固定小鼠，右手持毛细玻管，刺入小鼠眼内眦部，使血液注满玻管后迅速拔出，并启动秒表。每隔 20s 折断玻管 0.5~1.0cm，并轻轻向左右拉开，观察到有血丝出现时，即为小鼠的毛细玻管法凝血时间。

2、玻片法：左手固定小鼠，右手持眼科弯头镊子摘除一侧眼球，迅速将血滴于清洁干燥的玻片上，同时启动秒表。以后每隔 10s 用干燥的针头挑动血滴一次，直至针头能挑出纤维蛋白丝为止，即为玻片法凝血时间。

【结果】汇总各组实验结果，填入下表。

表 9-1 药物对小鼠凝血时间的影响

组别	药物	凝血时间 (t)	
		毛细玻管法	玻片法
1	双香豆素		
2	肝素		
3	生理盐水		

【注意事项】

1. 凝血时间可受室温影响，温度过低时凝血时间延长。本实验最好在 15℃ 左右。
2. 每次针挑血滴时不应从各个方向多次挑动，以免影响纤维蛋白形成。
3. 毛细玻管采血后不宜长时间拿在手中，以免体温影响凝血时间。

【思考题】

1. 肝素和双香豆素的抗凝血特点有何不同？

## 实验十 药物的体外抗凝血作用

**实验学时：**3 学时

**实验类型：**验证性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

【目的】通过试管内凝血法，观察比较双香豆素、肝素、枸橼酸钠的抗凝血作用特点，并分析各药的作用机理。

【原理】根据药物对草酸钾抗凝血液中加入氯化钙后凝血时间（复钙凝血时间）的影响，初筛具有体外抗凝血作用的药物，并初步分析其作用机理。

【器材】兔手术台，注射器，试管架，大、小试管，加样器，秒表，恒温水浴。

【药品】1mg/ml 双香豆素溶液，125U/ml 肝素溶液，40mg/ml 枸橼酸钠溶液，50mg/ml 草酸钾溶液，3mg/ml 氯化钙溶液，10 mg/ml 氯化钙溶液生理盐水。

【动物】家兔 6 只，体重 2.0~3.0kg。

【方法】

1. 取小试管 4 支，分别加入 0.1ml 下列药物：生理盐水，双香豆素，肝素，枸橼酸钠，再取 1 支大试管，加入 0.1ml 草酸钾溶液。

2. 取健康家兔 1 只，以脏内取血 5ml，摘下针头，迅速注入已加有草酸钾溶液的大试管中，轻轻倒转混匀。立即向上述 4 支小试管各加入兔血 0.9ml，同时加入 3mg/ml 的氯化钙溶液 0.1ml，混匀后放入 37℃ 恒温水浴中，启动秒表开始计时。

3. 每隔 30s 将试管轻轻地倾斜一次，以倾斜时血液不再流动时作为该管的凝血时间，如有两管在 20min 内不出现凝血，则分别再加入 10mg/ml 氯化钙溶液 0.1ml，混匀后依上述方法继续观察凝血时间。

【结果整理】

汇集各组实验结果，填入下表。

表 10-1 药物对家兔凝血时间的影响

药物	凝血时间 (min)
生理盐水	
双香豆素	
肝素	
枸橼酸钠	

【注意事项】

1. 实验所用试管需管径均匀，清洁干燥。
2. 取血动作要快，以防凝血。实验前血液中若有出现凝血块，则不可再供实验使用。
3. 加钙后应立即放入水浴，并力求每管自加钙到放入水浴中的时间间隔要一致，一般时间不要超过 3min。
4. 取血方法也可采用颈总动脉放血法：取家兔 1 只，耳缘静脉注射 30mg/ml 戊巴比妥钠 1ml/kg 麻醉，固定于兔手术台，颈部正中切口，分离出一侧颈总动脉，结扎远心端，近心端用动脉夹阻断血流后沿向心方向插入一塑料管，松开夹即可取血。

【思考题】

1. 比较三种抗凝药的抗凝血特点、抗凝机制。

## 实验十一 有机磷农药中毒及其解救

**实验学时：**3 学时

**实验类型：**验证性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

**【目的】**学习家兔灌胃技术，观察并分析有机磷农药的中毒症状和机理。观察阿托品和碘解磷定对有机磷农药的解救作用。

**【器材】**2 ml、5 ml 注射器，测瞳尺，50 ml 烧杯，滤纸，磅秤。

**【药品】**5%敌百虫酒精溶液，0.2% 硫酸阿托品溶液，2.5%碘解磷定溶液。

**【动物】**家兔 2-2.5 kg。

**【方法】**

1、取禁食 12 h 的家兔一只，称重，观察并记录其正常活动，包括一般活动、呼吸（频率、幅度、节律是否均匀）、瞳孔大小、唾液分泌、大小便、肌张力及有无肌震颤等。

2、i.p.5%敌百虫酒精溶液 5 ml/kg，随时观察并记录给药后上述指标的变化情况。待中毒症状明显后，经耳缘静脉注射 0.2%硫酸阿托品 1 ml/kg，观察中毒症状解除情况。5 min 后再从耳缘静脉注射 2.5%碘解磷定 2 ml/kg，再观察残存中毒症状的解除情况。

**【结果】**将实验结果填入下表。

**表 11-1 家兔敌百虫中毒表现及药物的解毒作用**

观察项目	用药前	5%敌百虫	0.2%阿托品	2.5%解磷定
一般情况				
瞳孔大小				
唾液分泌情况				
呼吸频率、幅度、节律				
大小便情况				
肌肉震颤				



**【注意事项】**

1. 有机磷农药为剧毒药，本实验过程中如皮肤等接触到农药，应立即用自来水冲洗，不能用肥皂水冲洗。

2. 本实验为分析阿托品和碘解磷定的解救机制而设计，临床上需将两药合用才能获得最好的效果，为此，实验结束时，应分别补充注射碘解磷定和阿托品，以防家兔死亡。

**【思考题】**

- 1、根据本次实验的结果，分析有机磷农药的中毒机制是什么？
- 2、有机磷农药中毒可出现哪些症状？哪些症状可用阿托品对抗，而哪些不能？
- 3、阿托品和碘解磷定合用解救有机磷农药中毒的作用原理是什么？



中南民族大学药学院化学生物学与药学实验教学中心

## 《药剂学实验讲义》

药剂学教研室 编写

适用专业：    药学专业    

2012年3月

# 目 录

实验一	溶液型和混悬剂液体制剂的制备 .....	66
实验二	乳剂和注射剂的制备 .....	73
实验三	散剂、颗粒剂与胶囊剂的制备 .....	80
实验四	片剂的制备 .....	84
实验五	软膏剂和栓剂的制备 .....	92

## 实验一 溶液型和混悬型液体制剂的制备

### 一、实验目的

- 1、掌握溶液型和混悬型液体制剂的制备方法。
- 2、掌握液体制剂制备过程中的各项基本操作。
- 3、3. 掌握混悬型液体制剂的质量评定方法。
- 4、4. 熟悉按药物性质选用混悬剂合适的稳定剂。

### 二、实验原理

#### (一) 溶液型液体制剂

溶液型液体制剂是指药物以分子或离子状态分散在溶剂中所形成的液体制剂。常用的溶剂有水、乙醇、甘油、丙二醇、液状石蜡、植物油等。属于溶液型液体制剂的剂型有：溶液剂、糖浆剂、甘油剂、芳香水剂和酊剂等。这些剂型是基于溶质和溶剂的差别而命名的。从分散系统来看都属于低分子溶液（真溶液），从制备工艺上来看，这些剂型的制法虽然不完全相同，并各有其特点，但作为溶液的基本制法是溶解法。其制备原则和操作步骤如下：

1. 药物的称量 固体药物常以克（g）为单位，根据药物量的多少，选用不同的架盘天平称量。液体药物常以毫升（ml）为单位，选用不同的量杯或量筒进行量取。用量较少的液体药物，也可采用滴管计滴数量取（标准滴管在 20℃时，1ml 水应为 20 滴），量取液体药物后，应用少许水洗涤量器，洗液并于容器中，以减少药物的损失。

2. 溶解及加入药物 取处方配制量的 1/2~3/4 溶剂，加入药物搅拌溶解。溶解度大的药物可直接加入溶解；对不易溶解的药物，应先研细，搅拌使溶，必要时可加热以促进其溶解；但对遇热易分解的药物则不宜加热溶解；小量药物（如毒药）或附加剂（如助溶剂、抗氧剂等）应先溶解；难溶性药物应先加入溶解，亦可采用增溶、助溶或选用混合溶剂等方法使之溶解；无防腐能力的药物应加防腐剂；易氧化不稳定的药物可加入抗氧剂、金属络合剂等稳定剂以及调节 pH 值等；浓配易发生变化的可分别稀配后再混合；醇性制剂如酊剂加至水溶液中时，加入速度要慢，且应边加边搅拌；液体药物及挥发性药物应最后加入。

3. 过滤 固体药物溶解后，一般都要过滤，可根据需要选用玻璃漏斗、布氏漏斗、垂熔玻璃漏斗等，滤材有脱脂棉、滤纸、纱布、绢布等。

4. 质量检查 成品应进行质量检查。

5. 包装及贴标签 质量检查合格后，定量分装于适当的洁净容器中，加贴符合要求的标签。

## （二）混悬型液体制剂

混悬型液体制剂（简称混悬剂）系指难溶性固体药物以细小颗粒分散在液体分散在液体分散介质中形成的非均相分散体系。分散相的质点的范围在  $0.5\sim 10\mu\text{m}$  之间。优良的混悬剂，除了具备一般液体制剂的要求外，还应具备下列特点：

外观微粒细腻，分散均匀；微粒沉降较慢，下沉的微粒经振摇能迅速再均匀分散，不应结成饼块；微粒大小及液体粘度，均应符合用药要求，易于倾倒且分剂量准确；外用混悬剂应易于涂展在皮肤患者处，且不易被擦掉或流失。

注意：为安全起见，剧、毒药不应制成混悬剂。

混悬剂物理稳定性的问题：

### 1. 混悬粒子的沉降速度

混悬剂的不稳定性主要表现在微粒的沉降，其沉降速度服从 **Stokes** 定律：

$$V=2 r^2(\rho_1-\rho_2) g/9 \eta$$

### 2. 微粒的荷电与水化

混悬剂中微粒可因本身离解或吸附分散介质中的离子而荷电，具有双电层结构，表面电荷可用  $\zeta$  电势表示。由于微粒表面荷电，水分子可在微粒周围形成水化膜，这种水化作用的强弱随双电层厚度而改变。微粒荷电使微粒间产生排斥作用，加之有水化膜的存在，阻止了微粒间的相互聚集，使混悬剂稳定。向混悬剂中加入少量的电解质，可以改变双电层的结构和厚度，而影响混悬剂的聚结稳定性并产生絮凝。

### 3. 絮凝与反絮凝

混悬剂中的微粒由于分散度大而具有很大的总表面积，因而微粒具有很高的表面自由能，这种高能状态的微粒有降低表面自由能的趋势。因此在混悬剂中加入絮凝剂，使表面能降低，混悬剂相对稳定。且絮凝所形成的网状疏松的聚集体使沉降体积变大，振摇时在易分散。

### 4. 结晶微粒的长大

混悬剂中药物微粒大小不可能完全一致，混悬剂在放置过程中，微粒的大小与数量在不断变化，即小的微粒在不断减小，大的微粒在不断长大，使微粒的沉降速度加快，结果不然影响混悬剂的稳定性。这时需要加入抑制剂以阻止结晶的溶解和生长，以保持混悬剂的物理稳定性。

## 5. 分散性的浓度和温度

在同一分散介质中分散相的浓度增加，混悬剂的稳定性降低。温度对混悬剂的影响更大，温度变化不仅改变药物的溶解度和溶解速度，还能改变微粒的沉降速度、絮凝速度、沉降容积，从而改变混悬剂的稳定性。

混悬剂的制备方法：

1. 分散法：系将固体药物粉碎成微粒，再根据主要的性质混悬于分散介质中，并加入适宜的稳定剂的方法。亲水性药物可先干磨至一定细度，加蒸馏水或高分子溶液；用水性药物加液研磨时，通常药物和分散介质的比例为 1: 0.4~0.6 为宜；配制疏水药物时可加润湿剂或高分子溶液研磨，使药物颗粒润湿，在颗粒表面形成带电的吸附膜，最后加水性介质至足量，混匀即得。

2. 凝聚法：系将离子或分子状态的药物借物理或化学方法在分散介质中聚结成新相的方法。化学凝聚法是两种或两种以上的药物分别制成稀溶液，然后将两溶液混合并急速搅拌，通过化学反应制备混悬剂的方法。物理凝聚法有置换溶剂或改变浓度的方法。置换溶剂时搅拌速度越剧烈，析出的沉淀越细。

注意：混悬剂的成品包装后，在标签上注明“用时摇匀”

## 三、实验材料

### (一) 实验材料

1. 原料药：碘、硫酸亚铁、薄荷油、氧化锌、碱式硝酸铋（又名次硝酸铋）、升华硫、硫酸锌、樟脑

2. 辅料：碘化钾、蔗糖、西黄耆胶，甲基纤维素-20（MC-20）、甘油、枸橼酸钠、95% 乙醇、枸橼酸（又名柠檬酸）、蒸馏水

### (二) 仪器与设备

烧杯、量筒、玻棒、乳钵、滤纸、脱脂棉、三角玻璃漏斗、具塞刻度试管等

## 四、实验内容

### (一) 复方碘溶液的制备

[处方]

碘	2.5 g
碘化钾	5 g
蒸馏水	加至 50 ml

### [制法]

取碘化钾溶于 5 ml 水中，配成浓溶液，再加入碘，待全部溶解后，添加水至 50 ml，搅匀，即得。

### [附注]

(1) 本品又称卢戈氏溶液 (luqols solution)。

(2) 碘化钾为助溶剂，溶解碘化钾时尽量少加水，以增大其浓度，有利于碘的溶解和稳定。

(3) 碘有腐蚀性、挥发性，称量、制备、贮存时应注意选择适当条件。

(4) 碘在水中的溶解度 1: 2950，加入 KI 生成络盐，易溶于水，并增加其稳定性。

(5) 本品服用量小且有刺激性，应以 5-10 倍的水稀释后服用。

### (二) 硫酸亚铁糖浆剂的制备

#### [处方]

硫酸亚铁	1.5 g
枸橼酸	0.1 g
蒸馏水	5.0 ml
<u>10% 薄荷醑</u>	<u>0.1 ml</u>
单糖浆	加至 50 ml

#### [制法]

(1) 单糖浆的制备：取蒸馏水 22 ml 煮沸，加蔗糖 42.5 g 搅拌溶解后，加热至稍沸溶解后，立即趁热用脱脂棉过滤，自过滤器上添加适量的热蒸馏水，使滤液终体积成 50 ml，搅匀即得。

(2) 取枸橼酸溶于处方量蒸馏水，加入研细的硫酸亚铁，搅拌溶解，滤纸过滤；滤液与适量单糖浆混匀，滴加薄荷醑，边加边搅拌，再加单糖浆至 50 ml，搅匀即得。

#### [操作注意]

(1) 制备单糖浆时。温度升至 100℃ (沸腾) 之后的时间不宜太长，否则蔗糖中转化糖含量过高。

(3) 硫酸亚铁在水溶液中易氧化，加入枸橼酸使溶液呈酸性，能促使部分蔗糖转化为果糖和葡萄糖，具有还原性，有助于阻止硫酸亚铁的氧化变色。

#### [质量检查]

检查外观和性状，并将结果记录于表 1-1 中。



### (三) 药物的亲水性和疏水性的观察

取试管加少量蒸馏水，分别加入少量氧化锌、硫磺等粉末，观察与水接触的现象。分辨哪些是亲水的，哪些是疏水的，并记录。

### (四) 不同助悬剂对氧化锌混悬剂的影响及沉降容积比的测定

#### 1. 配置下列处方

组方	1	2	3	4
氧化锌	0.5g	0.5g	0.5g	0.5g
甘油	—	3ml	—	—
助悬剂	—	—	西黄蓍胶 0.1g	甲基纤维素-20 0.1g
水加至	10ml	10ml	10ml	10ml

#### 2. 操作

(1) 取过 120 目筛氧化锌于乳钵中，用少量的水加液研磨成糊状，再加少量蒸馏水研磨均匀，最后加蒸馏水稀释并转移至 10 ml 刻度试管中，加蒸馏水至刻度，塞住管口振摇几次。

(2) 取过 120 目筛氧化锌于乳钵中，用少量的甘油加液研磨成糊状，将余下甘油加入其中研磨均匀，最后加蒸馏水稀释并转移至 10 ml 刻度试管中，加蒸馏水至刻度，塞住管口振摇几次。

(3) 称取甲基纤维素-20 0.1g，加少量蒸馏水，研成溶胶状，加入氧化锌细粉研成糊状，再加蒸馏水研匀，最后加蒸馏水稀释并转移至 10 ml 刻度试管中，加蒸馏水至刻度，塞住管口振摇几次。

(4) 称取西黄蓍胶 0.1g，置乳钵中，加 95% 乙醇 2-3 滴润湿均匀，加少量蒸馏水研成胶浆，加氧化锌研成糊状，再加水研匀。最后加蒸馏水稀释并转移至 10 ml 刻度试管中，加蒸馏水至刻度，塞住管口振摇几次。

以上 4 个混悬剂混匀后，塞住管口同时振摇相同的次数，分别记下放置 2、5、10、30、60、90、120 min 后的沉降容积比  $H_u/H_0$  ( $H_u$  为沉降高度， $H_0$  为初始高度)，填于表 1-2，并以  $H_u/H_0$  对时间作图，在坐标纸上绘制沉降曲线。

#### [操作注意]

(1) 加液研磨法是药物粉碎时加入适当量的液体进行研磨的一种操作。加液研磨使药物粉碎得更细，通常 1 份药物加 0.4-0.6 份液体。

(2) 制备这四个需要比较的混悬剂时，注意操作平行性，避免由于人为因素造成的

结果误差。

#### (五) 絮凝剂对碱式硝酸铋混悬剂再分散性的影响

##### [处方]

(1) 碱式硝酸铋	1.0 g
蒸馏水	适量至 10 ml
(2) 碱式硝酸铋	1.0 g
1%枸橼酸钠	1.0 ml
蒸馏水	适量至 10 ml

##### [制法]

(1) 称取碱式硝酸铋 2.0 g，置于研钵中，加 1.0ml 蒸馏水研匀，转至 10ml 试管定容，摇匀后等分成两份，一份直接加蒸馏水至 10 ml，得处方(1)；另一份加水至 9.0ml，再加 1%枸橼酸钠 1.0ml，摇匀，得处方(2)。

(2) 放置 2h，观察沉降物状态，记录重新分散所需的翻转次数，填于表 1-3（翻转  $\pm 180^\circ$  为 1 次）。

#### (六) 复方硫磺洗剂的制备

##### [处方]

升华硫磺	3.0 g
硫酸锌	3.0 g
10%樟脑酯	25.0ml
甘油	10.0ml
甲基纤维素-20	0.5 g
蒸馏水	加至 100 ml

[制法]：称取升华硫磺置乳钵中，加甘油充分研磨成细腻糊状；硫酸锌溶于 20 ml 蒸馏水中；将制备好的甲基纤维素-20 胶浆 20 ml 倒入乳钵中研匀，移入烧杯中，搅拌下加入硫酸锌溶液，搅匀；在搅拌下以细流加入樟脑酯，转移至 100 ml 量筒中，加蒸馏水成全量，搅拌均匀，即得。

##### [操作注意]：

- (1) 硫磺为强疏水性药物，甘油为润湿剂，使硫磺能在水中均匀分散。
- (2) 羧甲基纤维素钠为助悬剂，可增加混悬剂的动力稳定性。
- (3) 樟脑酯为樟脑乙醇液，应以细流缓缓加入，加入时应急剧搅拌，以免樟脑因溶

剂改变而析出大颗粒。

[质量检查] 检查外观。

## 五、实验结果与讨论

1. 将溶液型液体制剂的质量检查结果记录于表 1-1 中。

表 1-1 溶液型液体制剂质量检查结果

品名	色泽	嗅味	澄明度
复方碘溶液			
单糖浆			
硫酸亚铁糖浆			

2. 将氧化锌混悬剂的沉降容积结果记录于表 1-2 中，并以  $H_u/H_o$  对时间作图，在坐标纸上绘制沉降曲线，分析不同助悬剂的效果。

表 1-2 溶液型液体制剂质量检查结果

t (min)	1		2		3		4	
	H	H/H <sub>0</sub>	H	H/H <sub>0</sub>	H	H/H <sub>0</sub>	H	H/H <sub>0</sub>
0								
2								
5								
10								
20								
30								
60								
120								

3. 将碱式硝酸铋混悬剂重新分散所需的翻转次数结果记录于表 1-3 中，分析加入枸橼酸钠对该混悬剂再分散性的影响。

表 1-3 碱式硝酸铋混悬剂重新分散所需的翻转次数

处方	(1)	(2) +枸橼酸钠
翻转次数		

## 六、思考题

1. 硫酸亚铁糖浆若需过滤，应采用什么滤器？
2. 碘化钾在复方碘溶液处方中的作用？

3. 制备硫酸亚铁糖浆剂，为何要加枸橼酸溶液？
4. 将樟脑酯加到水中时，注意观察所发生的现象，分析原因，讨论如何使产品微粒更细小？
5. 根据 Stokes 定律并结合处方分析影响混悬剂稳定性的主要因素有哪些？应采取什么措施？

## 实验二 乳剂和注射液的制备

### 一、实验目的

1. 掌握乳剂的制备方法。
2. 熟悉乳剂类型的鉴别方法。
3. 掌握注射剂的制备工艺过程和操作要点。
4. 掌握注射剂灌装量的调节要求和注射剂成品的质量检查。

### 二、实验原理

#### (一) 乳剂

1. 定义：乳剂也称乳浊液，是指由互不相溶的两种液体经乳化而形成的非均匀相液体分散体系。分散的液滴称为分散相、内相或不连续相，直径一般为 0.1-100  $\mu\text{m}$ ，包在液滴外面的另一种液体称为分散介质、外相或连续相。

2. 分类：水包油型 (O/W) 和油包水型 (W/O)，常用稀释法和染色镜检法鉴别。此外，还有微乳、复合乳剂（也叫多重乳剂，常有 W/O/W 和 O/W/O 类型）。

3. 给药途径：口服、外用和注射。

乳化剂的作用机理与种类：

1. 作用机理：乳剂属于热力学不稳定体系，所以需要加入乳化剂。乳化剂作用机理是能显著降低油水两相之间的表面张力，并在乳滴周围形成牢固的乳化膜，防止乳滴合并。

2. 种类：分为表面活性剂、天然、固体微粒、辅助乳化剂四类。

乳剂的制备方法与工艺路线：

乳剂的制备方法主要有 (1) 干胶法；(2) 湿胶法；(3) 新生皂法；(4) 机械法（乳匀机、胶体磨）。制备工艺流程分别如下：

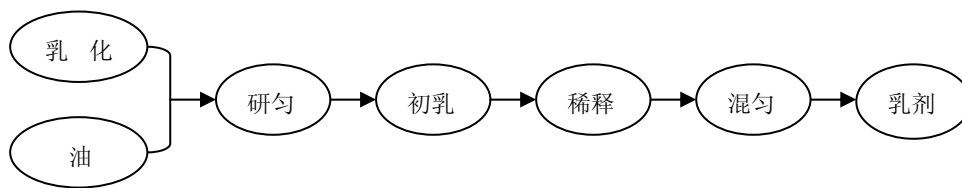


图 2-1 干胶法制备乳剂的工艺流程图

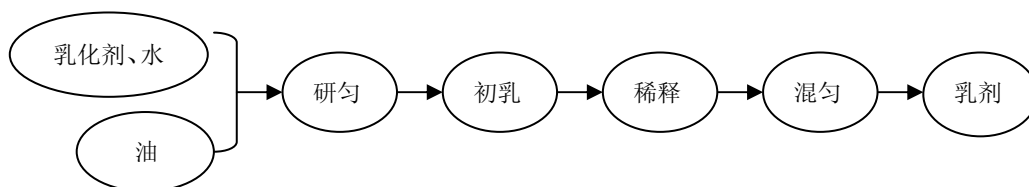


图 2-2 湿胶法制备乳剂的工艺流程图

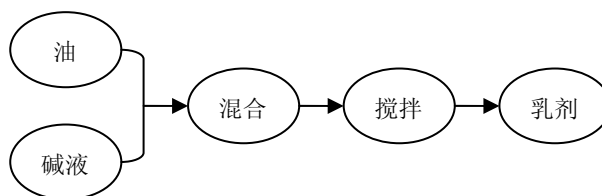


图 2-3 新生皂法制备乳剂的工艺流程图

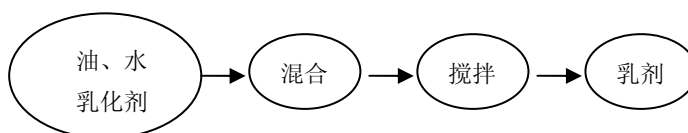


图 2-4 机械法制备乳剂的工艺流程图

乳剂类型的鉴别：

1. 稀释法：取乳剂少许，加水稀释，如能用水稀释的为 O/W 型，否则为 W/O 型。
2. 染色法：将乳剂样品涂在载玻片上，用油性染料苏丹红溶液和水溶性染料亚甲蓝溶液各染色一次，在显微镜下观察，苏丹红均匀分散的乳剂则为 W/O 型，亚甲蓝均匀分散的为 O/W 型。

## （二）注射剂

注射剂是应用最为广泛的药物剂型之一。注射剂又称针剂，系将药物制成供注入体内的无菌制剂。注射剂按分散系统可分为四类，即溶液型注射剂、混悬型注射剂、乳剂型注射剂、注射用无菌粉末（无菌分装及冷冻干燥）。由于注射剂直接注

入人体内部，故吸收快、作用迅速。为保证用药的安全性和有效性，必须对注射剂成品生产和成品质量进行严格控制。

现将溶液型注射剂的生产工艺流程介绍如下：

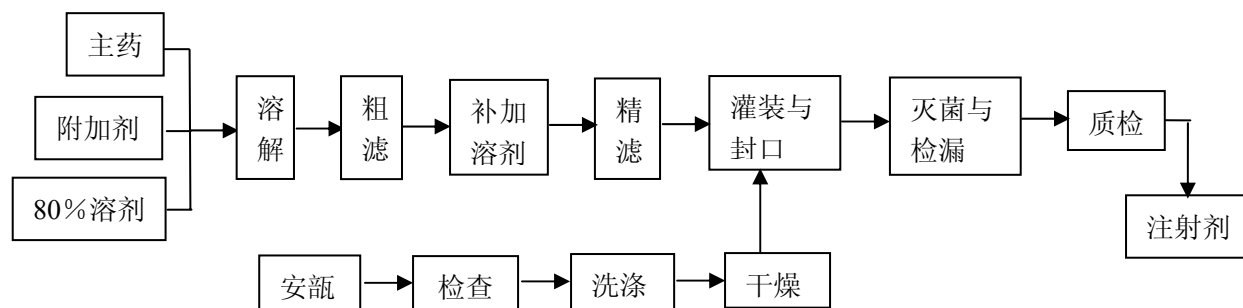


图 2-5 溶液型注射剂的生产工艺流程

整个流程中各工序都直接影响注射剂的质量，与其他剂型相比，注射剂的生产流程有其特殊性，要求更为严格。(1) 原辅料的准备：制备注射剂的药物和辅料一般要求是专供注射用级别，如不易获得，则需严格控制质量，加强检验，并进行安全性试验获得有关部门批准方可使用。(2) 注射剂容器和配制用具的处理：注射剂容器包括玻璃制成的安瓿、青霉素小瓶等及塑料容器。其中安瓿需进行外观检查、切割与圆口、洗涤、干燥与灭菌的处理过程。配制用具用前用洗液或其他洗涤剂洗净，新鲜注射用水荡洗后备用。(3) 注射液的配制：配制方法可采用浓配法或稀配法（适于优质原料）进行，并应注意药物与辅料的调配顺序。(4) 注射液的过滤：过滤介质有滤纸、脱脂棉、绢布、多孔陶瓷、微孔滤膜等。注射剂的生产常采用砂滤棒、垂熔玻璃漏斗等进行粗滤，再进行滤膜精滤。过滤过程中往往用到助滤剂如活性炭、纸浆等。(5) 注射液的灌封：滤液经检查合格后进行灌装和封口。小试常采用手工灌封，灌装要求剂量准确、不沾瓶，并根据装量和药液性质进行补量。封口常采用拉封方式，实验室使用酒精或煤气喷灯进行此操作。在安瓿灌封中常出现封口不严、大头、焦头、瘪头、爆头等不合格现象，应分析原由及时解决。(6) 注射液的灭菌与检漏：根据药液的稳定性选择适宜的灭菌法，灭菌完毕后观察药液量和加入色液（亚甲蓝或曙红）进行安瓿的漏气检查。

注射剂的质量检查：

一个合格的注射剂必须是澄明度合格、无菌、无热原、安全性合格（无毒性、溶血性和刺激性）、在贮存期内稳定有效，pH 值、渗透压（大容量注射剂）和药物含量应符合要求。

为了达到上述质量要求，在注射剂制备过程中，除了生产操作区符合 GMP 要求、操作者严格遵守 GMP 规程外，药物、附加剂及溶剂等均需符合注射用质量标准，其处方必须采用法定处方，其制备方法必须严格遵守拟定的产品生产工艺规程，不得随意更改。现将注射液装量调节要求和部分质量检查方法介绍如下：

### 1. 装量调节

按中国药典 2000 年版的規定，为了保证在使用时能够满足临床剂量要求，在灌装前先调节灌注器装量，并应适当增加装量。不同标示装量应增加的装量见表 2-1。

表 2-1 注射液的装量

标示装量 (ml)	增加装量 (ml)		标示装量 (ml)	增加装量 (ml)	
	易流动液	粘稠液		易流动液	粘稠液
0.5	0.1	0.12	10.0	0.50	0.70
1.0	0.1	0.15	20.0	0.60	0.90
2.0	0.15	0.25	50.0	1.00	1.5
5.0	0.3	0.5			

### 2. 可见异物检查法

《中国药典》2005 年版 附录 IX H。灯检法：采用伞棚式装置，日光灯，无色溶液注射剂采用照度为 1000~2000Lx 的装置，有色溶液注射剂采用照度为 2000~3000Lx 的装置，检品至人眼的距离为 20~25cm。取检品数支，擦净安瓿外壁，集中置于伞棚边缘处，手持安瓿颈部旋转或倒置使药液轻轻翻转，用目检视药液中无肉眼可见的玻屑、白点、纤维等异物，

### 3. 不溶性微粒检查法中重中之重重中之重：《中国药典》2005 年版 附录 IX C。

## 三、实验材料与设备

### (一) 实验材料

(1) 原料药：维生素 C

(2) 辅料：豆油、液体石蜡、氢氧化钙溶液、聚山梨酯-80、花生油、注射用水、碳酸氢钠、乙二胺四乙酸二钠、焦亚硫酸钠、针用活性炭、亚甲蓝

### (二) 仪器与设备

乳钵、具塞玻璃瓶、具塞刻度试管、载玻片、盖玻片、显微镜、组织捣碎机、G3 垂熔玻璃漏斗、微孔滤膜过滤器、酒精喷灯、烘箱、可见光分光光度计、pH 计、电炉、滤纸浆。

## 四、实验内容

### (一) 豆油乳（手工干胶法）

#### 1. 处方

豆油（ $\rho = 0.91$ ）	6 ml
聚山梨酯-80	3 ml
蒸馏水	适量

共制成 50 ml

#### 2. 制备

(1) 取聚山梨酯-80 与豆油共置干燥乳钵中，研磨均匀，加蒸馏水 4 ml 研磨，形成初乳；

(2) 用蒸馏水将初乳分次转移至带刻度的烧杯或量杯中，加水至 50 ml，搅拌均匀即得。

#### 3. 质量检查

(1) 乳剂类型的鉴别（稀释法，染色镜检法）

(2) 乳滴的最大直径和最多直径的观察：取乳滴少许置于载玻片上，加盖玻片后在显微镜下观察，记录最大和最多乳滴的直径（注：镜检要分清乳滴和气泡）。

#### 4. 操作注意

(1) 乳钵应干燥粗糙，研磨时用力均匀而且朝同一方向，直到初乳形成。

(2) 制备初乳注意加水量和加水速度。水量不足和加水过慢容易形成 W/O 型乳剂，此时即使加水稀释也难以转变成 O/W 型；若加水过多，则水相粘度降低不能把油很好地分散，使乳剂大多不稳定或易破裂。

### (二) 石灰搽剂（新生皂法）

#### 1. 处方

氢氧化钙溶液	15 ml
花生油	15 ml

共制成 30 ml

#### 2. 制备

取氢氧化钙溶液和花生油共置于瓶中，加盖用力振摇至乳剂形成。

#### 3. 质量检查

同实验（一）质量检查项下（1）和（2）。



### (三)5%维生素注射液的制备

#### 1. 处方

维生素 C	5 g
碳酸氢钠	2.4 g
乙二胺四乙酸二钠	0.05 g
<u>焦亚硫酸钠</u>	<u>0.2 g</u>
注射用水	加至 100 ml

#### 2. 制备

(1) 空安瓿的处理：空安瓿→切割→圆口→热处理（如质量差，则进行此步骤）→洗涤→干燥（灭菌）。本实验取已圆口、质量较好的空安瓿先用常水冲甩洗，再用蒸馏水或去离子水冲甩洗，最后用澄明度合格的注射用水甩洗一次，120-140℃烘干，备用。

(2) 注射液配制容器和滤器的处理：配制用的一切玻璃容器包括烧杯、量筒、玻棒、抽滤瓶等，用洗液浸泡后先用常水洗净，再用蒸馏水洗，临用前用新鲜注射用水荡洗备用；G3 号垂熔玻璃漏斗用洗液浸泡处理，用常水冲洗干净，蒸馏水冲洗和过滤（至滤出水检查 pH 值不显酸性），最后用注射用水过滤备用；0.45μm 微孔滤膜用注射用水室温浸泡过夜。

(3) 注射液的配制与过滤：

1) 除 O<sub>2</sub>：取注射用水 200ml，煮沸，放置至室温，备用。

2) 溶解：称取处方量的乙二胺四乙酸二钠，加入 80ml 除 O<sub>2</sub> 的注射用水中溶解；加焦亚硫酸钠使之溶解；加维生素 C 使之溶解；分次缓慢地加入碳酸氢钠固体，调节药液 pH 值至 5.8-6.2（注意：每次添加后需不断搅拌至完全溶解，并继续搅拌至无气泡产生后，方测定 pH 值）。

3) 吸附：加 0.1g 针用活性炭至药液，室温搅拌 10min。

4) 过滤：G3 号垂熔玻璃漏斗铺上一层滤纸和滤纸浆，减压过滤药液除炭，用装有 0.45μm 微孔滤膜的滤器精滤粗滤液。

5) 补液：经 0.45μm 微孔滤膜补加除 O<sub>2</sub> 的注射用水至全量 100ml，检查滤液的澄明度。

(4) 灌装与封口：澄明度合格的滤液立即灌装于 2ml 安瓿中，标示量为 2ml 并按要求补加装量；在酒精喷灯上以拉封方式熔封封口。

(5) 灭菌与检漏：安瓿倒置于水中，煮沸灭菌 15min；取出趁热倒入冷的亚甲蓝溶液中，进行检漏。

### 3. 质量检查

澄明度（肉眼观察异物），pH（5~7），颜色（取本品在 420nm 处测定吸光度，不得大于 0.06），各项检查结果填于表 2-3。

### 4. 操作注意

(1) 配液时，将碳酸氢钠加入于维生素 C 溶液中时速度要慢，以防止产生大量气泡使溶液溢出，同时要不断搅拌，以防局部碱性过强，造成维生素 C 破坏。

(2) 维生素 C 容易氧化，致使含量下降，颜色变黄，金属离子可加速这一反应过程，同时 pH 值对其稳定性影响也较大。因此在处方中加入抗氧化剂、通入二氧化碳、加入金属离子络合剂，同时加入碳酸氢钠。在制备过程中应避免与金属用具接触。

## 五、实验结果与讨论

1. 判别豆油乳和石灰搽剂成品的乳剂类型，并将镜检结果填于表 2-2 中。

表 2-2 乳剂的类型和粒径测定结果

名称	石灰搽剂	豆油乳
乳剂类型		
最大粒径 (μm)		
最多粒径 (μm)		

2. 维生素 C 注射液的质量测定结果

将测定的各项数据结果分别填写于下表，根据实验数据，分析讨论实验结果，总结出影响注射液质量的因素。

表 2-3 维生素 C 注射液的质量检查结果

注射液	检查总数	废品数 (支)						合格数 (支)	合格率 (%)
		玻屑	纤维	白点	焦头	其它	总数		
维生素 C									
pH									
A <sub>420nm</sub>									

## 六、思考题

1. 影响乳剂物理稳定性的因素有哪些？如何评价乳剂的稳定性？
2. 制备易氧化药物的注射液应注意哪些问题？
3. 制备维生素 C 注射液为什么要煮沸注射用水？还有其他的方法吗？
4. 制备注射剂的操作要点是什么？
5. 为什么可以采用分光光度法检查维生素 C 注射液的颜色，目的是什么？

## 实验三 散剂、颗粒剂和胶囊剂的制备

### 一、实验目的

1. 掌握固体药物粉碎、过筛、混合的操作方法。
2. 掌握散剂和颗粒剂的制备方法。
3. 掌握空胶囊规格的选择和胶囊剂的手工填充方法。

### 二、实验原理

#### （一）定义与分类

1. 散剂：是指药物与适宜辅料经粉碎、均匀混合而制成的干燥粉末状制剂。分为内服散剂和局部外用散剂。
2. 颗粒剂：是指药物与适宜辅料制成具有一定粒度的干燥颗粒状制剂。分为可溶性颗粒剂、混悬性颗粒剂、泡腾性颗粒剂及缓释颗粒剂等。
3. 胶囊剂：是指将药物填充装于空心硬质胶囊或者密封于弹性软质胶囊中而制成的固体制剂。分为硬胶囊剂和软胶囊剂两种。

#### （二）制备方法与工艺路线

1. 散剂的制备过程包括粉碎、过筛、混合、分剂量、包装等。其中混合是制备散剂的重要操作单元之一，它直接关系到剂量准确、用药安全与有效。实验室混合多采用研磨混合法与过筛混合法，而工业生产采用溶剂旋转混合法和搅拌混合法。

毒剧药物因剂量小，厂添加一定比例的辅料制成稀释散或倍散。制备倍散时为了保证均匀性常加着色剂。

2. 颗粒剂的一般制法是将处方成分或中草药提取物与辅料用黏合剂或润滑剂制成软材，过筛制粒，湿粒在低温下干燥，分装即得。制备工艺流程如下：

3.

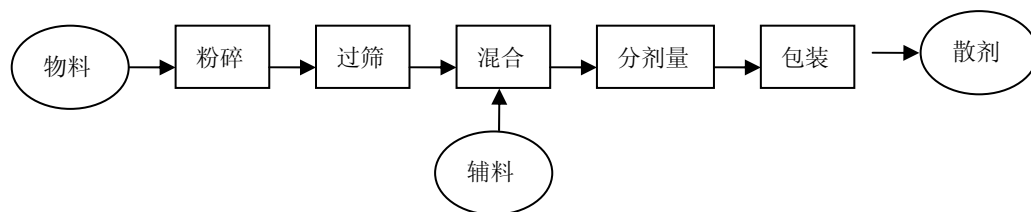


图 3-1 散剂的制备工艺流程图

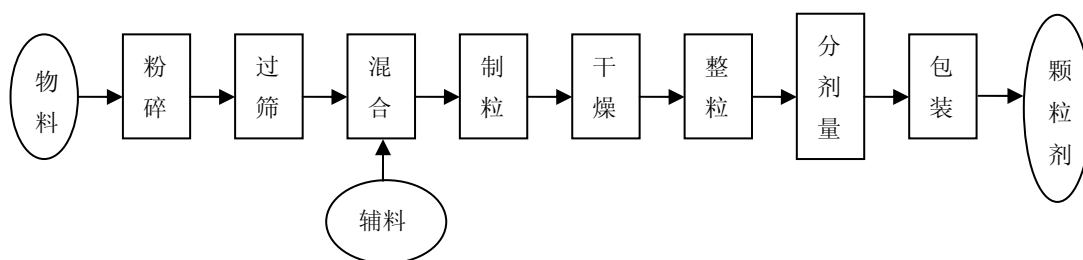


图 3-2 颗粒剂（西药）的制备工艺流程图

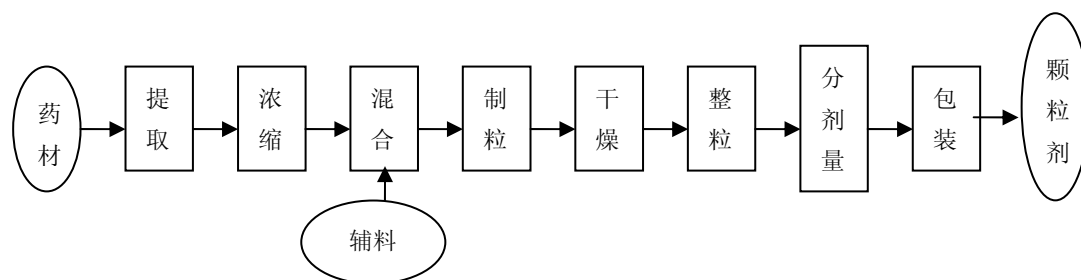


图 3-3 颗粒剂（中药）的制备工艺流程图

### 三、实验材料与设备

#### （一）实验材料

1. 原料药：氧化镁、碳酸氢钠、冰片、朱砂、玄明粉、硼砂、海螵蛸、浙贝母、维生素 C、乙酰水杨酸

2. 辅料：胭脂红、糖粉、碳酸氢钠、枸橼酸、柠檬黄、香草醛、淀粉、滑石粉、羧甲基淀粉钠

#### （二）仪器与设备

乳钵，玻棒，编织筛（16 目、100 目），胶囊填充板

### 四、实验内容

#### （一）制酸散的制备

##### 1. 处方

氧化镁	3 g
碳酸氢钠	3 g
胭脂红	0.06 g

## 2. 制备

(1) 取氧化镁、碳酸氢钠分别研细过 100 目筛。

(2) 先将胭脂红置于干燥乳钵中，加入氧化镁研磨混匀，再加入碳酸氢钠研磨混匀，过筛，分包，即得（四角包、五角包，每包 1.2 g）。

## 3. 质量检查

(1) 外观均匀度（肉眼或者显微镜观察）。

(2) 粒度检查，参照中国药典 2005 年版附录 IX E 第二法（略）。

## 4. 操作注意

因为氧化镁质轻，故研磨时应该先放入乳钵中，然后加入碳酸氢钠，这样避免质轻药物上浮或飞扬，同时容易混合均匀。

### (二) 冰硼散的制备

#### 1. 处方

冰片（挥发性）	0.5 g
硼砂（炒）	5 g
朱砂	0.6 g
玄明粉	5 g

#### 2. 制备

(1) 先将朱砂水飞成极细粉，其余过 100 目筛。

(2) 将朱砂与玄明粉套研均匀，再与硼砂研和过筛再加入冰片研匀，过筛即得。

#### 3. 质量检查

(1) 外观均匀度（肉眼或者显微镜观察）。

(2) 粒度检查（略）。

### (三) 维生素 C 泡腾片中颗粒的制备

#### 1. 处方

维生素 C	0.5g
枸橼酸	2.4g
糖粉	20.0g

碳酸氢钠	1.0g
1%柠檬黄乙醇液（50%乙醇）	适量
香草醛	适量
硬脂酸镁	0.24g 左右

## 2. 制备

（1）酸性颗粒的制备：取适量枸橼酸研磨粉碎并过筛80目备用（粉碎、过筛操作，乳钵），称取处方量枸橼酸细粉 2.4g、维生素 C 粉 0.5g 和糖粉 10.0g 混合均匀（搅拌、研磨、过筛混合操作，玻棒、乳钵、药筛），加入适宜量的 1%柠檬黄乙醇液，混合均匀，制软材，过 16 目尼龙筛挤压制粒（挤出制粒），将湿颗粒于 50~60℃干燥，16 目筛整粒；

（2）碱性颗粒的制备：称取处方量碳酸氢钠 1.0g 和糖粉 10.0g 混合均匀，加入适宜量的 1%柠檬黄乙醇液和，混合均匀，制软材，过 16 目尼龙筛挤压制粒，将湿颗粒于 50~60℃干燥，16 目筛整粒。

## （四）乙酰水杨酸片中颗粒的制备

### 1. 处方

乙酰水杨酸	10.0g
淀粉	1.0g
10%淀粉浆	适量
滑石粉	0.5g 左右

### 2. 制备

（1）10%淀粉浆的制备：将 0.1g 枸橼酸溶于约 10ml 蒸馏水中，再加入淀粉约 1g 分散均匀，加热糊化，制成 10%淀粉浆；

（2）制颗粒：取适量乙酰水杨酸研磨过 80 目筛备用，称取处方量经研细的乙酰水杨酸粉 10.0g 和淀粉 1.0g 混合均匀，加适量 10%淀粉浆制软材，过 16 目筛挤压制粒，将湿颗粒于 40-60℃干燥，16 目筛整粒。

## （五）胶囊剂的填充

1. 空胶囊规格的选择：根据药物规定剂量所占容积来选择最小空胶囊。一般方法时先测定填充物料的堆密度（将物料装填于一定容积的干燥容器如量筒、量杯中，倒出粉体，称量，以粉体质量除以该粉体所占容器的体积即为堆密度），然后根据药物剂量计算其容积，以决定选用胶囊的号数。

表 3-1 空胶囊的号数与容积

号数	0	1	2	3	4	5
容积(ml)	0.75	0.55	0.40	0.30	0.25	0.15

2. 物料（本实验用前面制备的散剂粉末填充胶囊剂）的填装：先将空胶囊壳的囊体摆放进胶囊填充板中，加入物料填充，用刮板刮平。

3. 盖帽：填装物料完毕后，盖上囊帽，在胶囊板中脱离胶囊，过筛去除胶囊剂表面的残留物料，即得。

## 五、实验结果与讨论

1. 散剂实验结果：将散剂 1—3 处方的成品质量检查结果填入下表：

表 3-2 散剂的外在质量检查结果

处方	外观均匀度	粒度（略）	水分（%）（略）
制酸散			
冰硼散			
乌贝散			

2. 颗粒剂实验结果：观察外观均匀度，溶化性实验（略）

## 六、思考题

1. 散剂的混合操作时应该注意哪些问题？
2. 颗粒剂的质量要求与散剂有何异同？
3. 颗粒剂与散剂的制备工艺有何异同？

## 七、附录

外观均匀度检查方法：

取供试品适量，置光滑纸上，平铺约  $5\text{cm}^2$ ，将其表面压平。在亮处观察，应呈现均匀的色泽，无花纹与色斑。

## 实验四 片剂的制备

### 一、实验目的

1. 掌握湿法制粒压片的工艺过程。
2. 掌握单冲压片机的使用方法。
3. 掌握片剂质量的检查方法。

## 二、实验原理

### (一) 片剂的制备工艺流程

片剂是应用最为广泛的药物剂型之一。片剂的制备方法有制粒压片法（分为湿法制粒和干法制粒），直接粉末压片法和半干式颗粒压片法，其中湿法制粒压片法最为常见。现将本实验中湿法制粒压片法和直接粉末压片法的生产工艺流程介绍如下：

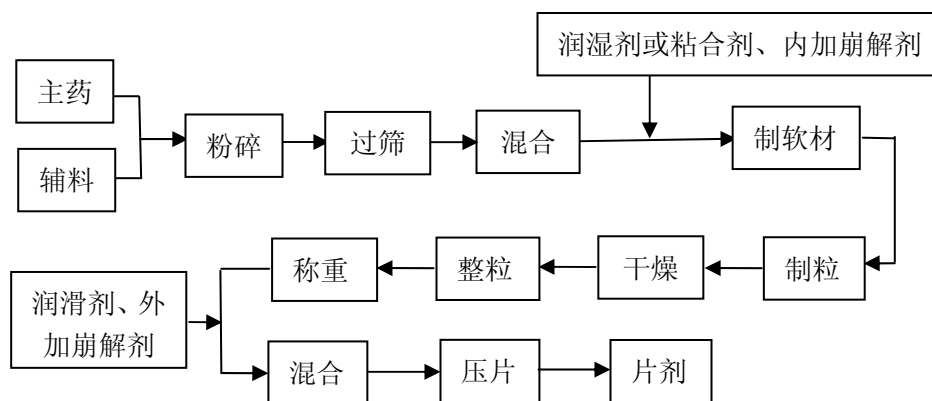


图 4-1 湿法制粒压片法的生产工艺流程

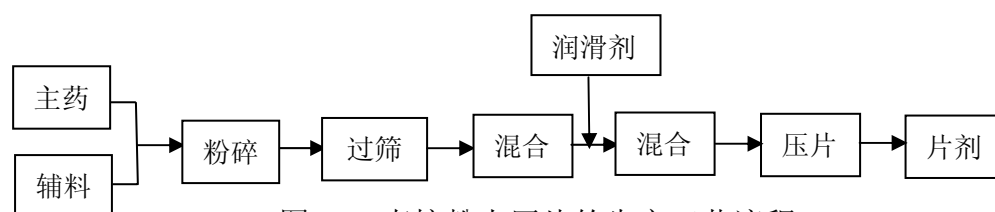


图 4-2 直接粉末压片的生产工艺流程

整个流程中各工序都直接影响片剂的质量。(1) 物料的前处理：制备片剂的药物和辅料在使用前必须经过干燥，粉碎和过筛等处理，一般要求粉末细度在 80~100 目以上方可投料生产。(2) 制软材：湿法制粒压片法中，向已混合均匀的粉料中加入适量的粘合剂或润湿剂，用手工或混合机混合均匀制软材，软材的干湿程度应适宜，除用微机自动控制外，也可凭经验掌握，即以“握之成团，轻压即散”为度。(3) 制粒：软材可通过适宜的筛网制成完整、均匀的颗粒。过筛制得的颗粒一般要求较完整，避免颗粒中含细粉过多或呈线条状，否则制成的颗粒烘干后，会出现太松或太硬的现象，都不符合压片对颗粒的要求。(4) 干燥：制好的湿颗粒应尽快干燥，干燥的温度由物料的性质而定，一般为 50~60℃，对湿热稳定者，干燥温度可适当提高。(5) 整粒：湿颗粒干燥后，需过筛整粒以便将粘结成块的颗粒散开，同时加入润滑剂和需外加法加入的崩解剂并与颗粒混匀。整粒用筛的孔径与制粒时所用筛孔相同或略小。



直接粉末压片法系指药物的粉末与适宜的辅料混合后，直接压片的方法。具有简化片剂生产过程、不需使用粘合剂等优点。其中选择具有流动性、压缩成形性和润滑性好的辅料是该制备方法的关键，根据这些对应指标如休止角和流出速度、抗张强度和弹性复原率等的测定进行不同药物直接粉末压片时所需辅料的筛选。粉末直接压片法可简化片剂生产过程，缩短生产周期，节约厂房设备，减少能耗；因粉末直接压片不用粘合剂，不存在颗粒崩解问题，可加速片子的溶出；在制片过程中药物免受湿热的作用，有利于药物的稳定性。

无论选择哪种压片方法，压片前必须对干颗粒及粉末的混合物进行主药含量测定，然后根据颗粒所含主药的量计算片重。

$$\text{片重} = \frac{\text{每片应含主药量(标示量)}}{\text{干颗粒中主药百分含量测得值}}$$

根据片重选择制粒筛目与冲膜直径，在适宜压片下进行压片，由于药物密度不同，可进行适当调整。

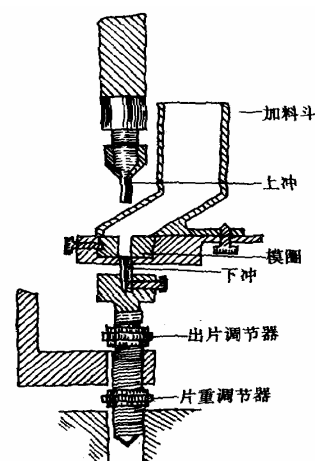
## (二) 单冲压片机

单冲压片机的结构如下图所示，其主要组成为（1）加料器：加料斗、饲粉器；（2）压缩部件：上、下冲和模圈；（3）压力调节器：压力调节器、推片调节器、片重调节器。压力调节器连在上冲杆上，用以调节上冲下降的深度，下降深度越大，上、下冲间的距离越近，压力越大，反之则小；片重调节器连在下冲杆上，用以调节下冲下降的深度，从而调节模孔的容积而控制片重；推片调节器连在下冲，用以调节下冲推片时抬起的高度，使之恰与模圈的上缘相平，片剂由饲粉器推出。

一般单冲压片机的产量(电动状态)大约 80~100 片/分，最大压片直径为 12mm，最大压力 15kN。多用于新产品的试制和实验室小量制备。

## (三) 片剂的质量检查

制成的片剂需按照中国药典规定的片剂质量标准进行检查。检查的项目包括：片剂的外观(应完整、光洁、色泽均匀)，片重差异，硬度和耐磨性，崩解时限（均应合格）等。此外包衣片应在包衣前检查片芯的重量差异。对有些片剂产品药典还规定检查溶出度和含量均匀度，并规定凡检查溶出度的片剂，不再检查崩解时限；凡检查含量均匀度的片剂，不再检查重量差异。



单冲压片机构造示意图

本实验进行其中的片重差异、脆碎度、硬度和崩解时限检查项目,按中国药典 2005 年版二部附录相关项下的具体检查方法如下:

### 1. 片重差异检查法

取药片 20 片,精密称定总重量,求得平均片重后,再分别精密称定各片的重量。每片重量与平均片重相比较(凡无含量测定的片剂,每片重量应与标示片重比较)超出重量差异限度(见表 4-1)的药片不得多于 2 片,并不得有 1 片超出限度 1 倍。

表 4-1 重量差异限度

平均片重	重量差异限度
0.30g 以下	±7.5%
0.30g 或 0.30g 以上	±5%

### 2. 硬度检查法

采用破碎强度法,采用片剂四用测定仪进行测定。方法如下:将药片径向固定在两横杆之间,其中的活动柱杆借助弹簧沿水平方向对片剂径向加压,当片剂破碎时,活动柱杆的弹簧停止加压,仪器刻度盘所指示的压力即为片的硬度。测定 3~6 片,取平均值。片剂一般能承受 40~60N 的压力即认为合格。

### 3. 脆碎度检查法

取药片置片剂四用测定仪的脆碎度检查槽内,检查方法及规定如下:片重为 0.65g 或以下者取若干片,使其总重量约为 6.5g;片重大于 0.65g 者取 10 片。用吹风机吹去脱落的粉末,精密称重,置圆筒中,转动 100 次。取出,同法除去粉末,精密称重,减失重量不得超过 1%,且不得检出断裂、龟裂及粉碎的片。本试验一般仅做 1 次,如减失重量超过 1%,可复检 2 次,3 次的平均减失重量不得过 1%,并不得检出断裂、龟裂及粉碎的片。

### 4. 崩解时限检查法

应用片剂四用测定仪进行测定。采用吊篮法,方法如下:取药片 6 片,分别置于吊篮的玻璃管(预先调节吊篮位置使其下降时距烧杯底部 25mm)中,每管各加一片,开动仪器使吊篮浸入  $37 \pm 1.0^\circ\text{C}$  的水中(预先调节水位高度使吊篮上升时筛网在水面下 15mm 处),按一定的频率(30-32 次/min)和幅度( $55 \pm 2\text{mm}$ )往复运动。从片剂置于玻璃管开始计时,至片剂破碎并全部固体粒子都通过玻璃管底部的筛网( $\Phi 2\text{mm}$ )为止,该时间即为该片剂的崩解时间,应符合规定崩解时限(一般压制片为 15min)。如有 1 片不符合要求,应另取 6 片复试,均应符合规定。

表 4-2 中国药典规定的片剂的崩解时限

片剂	普通片	浸膏片	糖衣片	薄膜衣片	肠溶包衣片
崩解时限 (min)	15	60	60	30	人工胃液中 2 小时不得有裂缝、崩解或软化等

泡腾片的崩解时限检查：取 1 片，置 250ml 烧杯中，烧杯内盛有 200ml 水，水温为 15~25℃，有许多气泡放出，当片剂或碎片周围的气体停止逸出时，片剂应崩解、溶解或分散在水中，无聚集的颗粒残留。除另有规定外，同法检查 6 片，各片均应在 5min 内崩解。如有 1 片不能完全崩解，应另取 6 片复试，均应符合规定。（此为一般检查方法，具体品种测定方法参照药典该品种项下）

### 5. 溶出度测定法

参考教科书 522 页。

#### （四）影响片剂质量的因素

在片剂的制备过程中，所施加的压片力不同，所用的稀释剂、粘合剂、崩解剂、润滑剂等的种类不同，都会对片剂的硬度或崩解时限产生影响。应根据不同药物进行处方筛选，选择合适的赋形剂品种，达到合格的片剂要求。

## 三、实验材料与设备

### （一）实验材料

1. 原料药：维生素 C、乙酰水杨酸
2. 辅料：糖粉、碳酸氢钠、枸橼酸、柠檬黄、香草醛、硬脂酸镁、淀粉、滑石粉、羧甲基淀粉钠

### （二）仪器与设备

乳钵，编织筛（16 目、100 目），单冲压片机

## 四、实验内容

### （一）维生素 C 泡腾片的制备

#### 1. 处方

维生素 C	0.5g
枸橼酸	2.4g
糖粉	20.0g
碳酸氢钠	1.0g
1%柠檬黄乙醇液（50%乙醇）	适量

香草醛	适量
硬脂酸镁	0.24g 左右

## 2. 制备

(1) 酸性颗粒的制备：取适量枸橼酸研磨粉碎并过筛 100 目备用（粉碎、过筛操作，乳钵），称取处方量枸橼酸细粉 2.4g、维生素 C 粉 0.5g 和糖粉 10.0g 混合均匀（搅拌、研磨、过筛混合操作，玻棒、乳钵、药筛），加入适宜量的 1% 柠檬黄乙醇液，混合均匀，制软材，过 16 目尼龙筛挤压制粒（挤出制粒），将湿颗粒于 50~60℃ 干燥，16 目筛整粒；

(2) 碱性颗粒的制备：称取处方量碳酸氢钠 1.0g 和糖粉 10.0g 混合均匀，加入适宜量的 1% 柠檬黄乙醇液和，混合均匀，制软材，过 16 目尼龙筛挤压制粒，将湿颗粒于 50~60℃ 干燥，16 目筛整粒；

(3) 压片：将上述经整粒的酸性颗粒和碱性颗粒混合均匀，加入颗粒量的 1% 硬脂酸镁混匀，Φ9mm 冲模压片。

## 3. 质量检查：

外观，片重差异，硬度，脆碎度，崩解时限（崩解时限测定条件：15℃ 的水 100ml，3min 内崩解），记录结果于表 4-3，4 和 5。

## 4. 操作注意

(1) 维生素 C 在润湿状态较易分解变色，尤其与金属（如铜、铁）接触时，更易于变色。因此，为避免在润湿状态下分解变色，应使用尼龙筛制粒，尽量缩短制粒时间，并宜在 60℃ 以下干燥。

(2) 处方中枸橼酸用以防止维生素 C 遇金属离子变色，因它对金属离子有络合作用，具有稳定该药物的作用。

## (二) 乙酰水杨酸片的制备

### 1. 处方

乙酰水杨酸	10.0g
淀粉	1.0g
10%淀粉浆	适量
滑石粉	0.5g 左右

## 2. 制备

(1) 10%淀粉浆的制备：将 0.1g 枸橼酸溶于约 10ml 蒸馏水中，再加入淀粉约 1g

分散均匀，加热糊化，制成 10%淀粉浆：

(2) 制颗粒：取适量乙酰水杨酸研磨过 100 目筛备用，称取处方量取经研细的乙酰水杨酸粉 10.0g 和淀粉 1.0g 混合均匀，加适量 10%淀粉浆制软材，过 16 目筛挤压制粒，将湿颗粒于 40-60℃干燥，16 目筛整粒；

(3) 压片：称取上述乙酰水杨酸颗粒约 10g，与滑石粉约 0.5g 混匀(占 5%)，Φ6mm 冲模压片。

### 3. 质量检查：

外观，硬度，崩解时间（记录崩解所需的准确时间），并演示溶出度检测，结果记录入表 4-6。

### 4. 操作注意

(1) 乙酰水杨酸在润湿状态下遇铁器易变为淡红色。因此，宜尽量避免铁器，如过筛时宜用尼龙筛网，并迅速干燥。在干燥时温度不宜过高，以避免药物加速水解。

(2) 在实验室中配制淀粉浆，可用直火加热，也可以水浴加热。若用直火时，需不停搅拌，防止焦化而使片面产生黑点。

(3) 加浆的温度，以温浆为宜，温度太高不利药物稳定，太低不宜分散均匀。

## 五、实验结果与讨论

### 1. 维生素 C 泡腾片的考察结果

将测定的各项数据结果分别填写于下表，根据实验数据获得实验结论，并分析讨论实验结果，总结出影响片剂质量的因素。

表 4-3 维生素 C 泡腾片外观，硬度，崩解时间的测定结果

编号	外观	直径×厚度 (mm)	硬度(N)	崩解时间(min)
1				
2				
3				
4				
5				
6				
平均值				
结论				

表 4-4 维生素 C 泡腾片片重差异的测定结果

编 号	片 重 (g)	编 号	片 重 (g)	
1		1		平均片重 (g):
2		2		RSD (%) =
3		3		
4		4		合格片重范围 (g):
5		5		
6		6		
7		7		
8		8		结论:
9		9		
10		10		

表 4-5 维生素 C 泡腾片脆碎度的测定结果

片数 (片)	试验前重量 (g)	试验后重量 (g)	脆碎度 (%)

## 2. 乙酰水杨酸片的考察结果

将测定的各项数据结果分别填写于下表，根据实验数据获得实验结论，并分析讨论实验结果，总结出影响片剂质量的因素。

表 4-6 乙酰水杨酸片的硬度和崩解时间

编 号	硬度(N)				崩解时间(min)							
	1	2	3	平均值	1	2	3	4	5	6	平均值	
结 论												

## 六、思考题

1. 各种片剂的制备方法有什么特点？
2. 片剂的制备过程中必须具备的三大要素是什么？
3. 产生片剂的重量差异的主要原因是什么？
4. 片剂的硬度不合格的主要原因和解决方法？
5. 片剂的崩解时限不合格的主要原因和解决方法？
6. 分析本实验中各处方组成的作用？

## 实验五 软膏剂和栓剂的制备

### 一、实验目的

1. 掌握不同类型软膏基质的制备方法。
2. 掌握药物加入基质的方法。
3. 掌握热熔法制备栓剂的工艺和操作要点。
4. 熟悉栓剂基质的分类和应用。

### 二、实验原理

#### (一) 软膏剂

软膏剂是指药物与适宜基质均匀混合制成具有适当稠度的半固体外用剂型。基质主要起着软膏剂赋形剂的作用。它可在局部发挥疗效或起保护和润滑皮肤的作用，药物也可透过片皮肤吸收进入人体循环，产生全身治疗作用。

在软膏剂中，基质占软膏的绝大多数。基质不仅是软膏的赋形剂，同时也是药物载体。基质分为：油脂性基质，乳剂型基质和水溶性基质。

软膏剂的制法有研磨法、熔融法和乳化法，制备时应按所用基质的类型、制备量及设备条件等合理选择制法。乳化法专用于乳剂型基质软膏剂的制备，其他情况下一般采用研磨法或熔融法。

操作时应注意：

1. 采用熔融法时，高熔点的基质应先熔化，然后再加入低熔点的基质；不溶性药物粉碎过筛后，以等量递加法与基质混匀，若采用熔融法或乳化法，则应不断搅拌至冷凝，以防止因药物沉降而使其分散不均匀，冷凝后应停止搅拌，以免带人空气而影响质量；
2. 采用熔融法或乳化法时，若处方中含挥发性药物或不耐热药物，则应在基质冷却至 40℃ 以下后加入；
3. 根据含药量以及季节的不同，可向基质中酌加蜂蜡、石蜡、液状石蜡、植物油等以调节软硬程度；
4. 乳化法中油水两相的温度多控制在 80℃ 左右，并应注意两相的混合方法；
5. 含水杨酸、苯甲酸、鞣酸及汞盐等药物的软膏剂，制备时应避免与金属器具接触，以防变色。

#### (二) 栓剂

1. 栓剂的定义：栓剂系指药物与适宜基质制成的供腔道给药的制剂，其形状和重量根据腔道不同而异，目前常用的有肛门栓、阴道栓等。

2. 栓剂的制备方法有热熔法、冷压法和搓捏法三种，可按基质的不同性质选择制备方法。一般脂肪性基质可采用上述方法中的任何一种，而水溶性基质则多采用热熔法，热熔法制备栓剂的工艺流程为：

基质→熔化→加入药物(混匀)→注入栓模(已涂润滑剂)→完全凝固→削去溢出部分→脱模→质检→包装

制备脂肪性基质栓剂时，油性药物可直接溶于基质中；不溶于油脂而溶于水的药物可先加入少量水溶解，再以适量羊毛脂吸收后与基质混合；难溶性固体药物，一般应先研成细粉(过六号筛)混悬于基质中，灌注模具时；应注意使温度接近凝结温度并随加随搅拌，使药物分布均匀，防止沉积。

制备时模具使用的润滑剂为：脂肪性基质选用软皂：甘油：95%乙醇(体积分数)1: 1: 5 混合液，水溶性及亲水性基质选用液状石蜡或硅油等。

3. 置换价：为了确定基质用量以保证栓剂量，常需预测药物的置换价(f)。置换价是主药的重量与同体积基质的重量比值。即

$$F=W/[G-(M-W)]$$

式中，W---每粒栓剂中主药的重量；G----每粒纯基质栓剂的平均重量；M-----每粒含药栓的平均重量。根据求的的置换价，计算出每粒栓剂中应加的基质量(E)为：E=G-W/F。

4. 栓剂的质量评定：主要包括：主药含量、外形、重量差异、融变时限和体外释放等。

### 三、实验材料

#### (一) 实验材料

1. 原料药：双氯氟酸钾、乙酰水杨酸

2. 辅料：蜂蜡、植物油、硬脂醇、白凡士林、液状石蜡、月桂醇硫酸钠、尼泊金乙酯、甘油、单硬脂酸甘油酯、石蜡、硬脂酸、双硬脂酸铝、氢氧化钙、苯甲酸钠、羧甲基纤维素钠、卡波沫 940、三乙醇胺、半合成脂肪酸甘油酯、甘油、硬脂酸钠

#### (二) 仪器与设备

蒸发皿、电热水浴锅、玻璃纸、天平、研钵、温度计、玻璃棒、烧杯、栓模、天平、单刀片



#### 四、实验内容

##### (一) 单软膏的制备

###### [处方]

蜂蜡	6.6g
植物油	6.7g(15ml)

###### [制法]

取处方量蜂蜡于蒸发皿中，置水浴上加热，熔化后，缓缓加入植物油，搅拌均匀，自水浴上取下，不断搅拌至冷凝，即得。

###### [操作注意]

加入植物油后，应不断搅拌均匀，再从水浴上取下搅拌至冷凝，否则容易分层。

##### (二) O/W 型乳剂型软膏剂基质的制备

###### [处方]

硬脂醇	1.8g
白凡士林	2.0g
液体石蜡	1.3ml
月桂醇硫酸钠	0.2g
尼泊金乙酯	0.02g
甘油	0.1g
蒸馏水	适量 (15ml)

制成 20g

###### [制法]

(1) 取油相成分（硬脂醇、白凡士林、液状石蜡）于蒸发皿中，置水浴上加热至 70~85℃使其熔化。

(2) 取水相成分（月桂醇硫酸钠、尼泊金乙酯、甘油和计算量蒸馏水）于蒸发皿（或小烧杯）中加热至 70~80℃。

(3) 在搅拌下将水相成分以细流状加入油相成分，在水浴上继续保持恒温并搅拌几分钟，然后在室温下继续搅拌至冷凝，即得 O/W 型乳剂型基质。

##### (三) W/O 型乳剂型软膏基质的制备

###### [处方]

单硬脂酸甘油酯	0.9g
---------	------

蜂蜡	50.0g
石蜡	3.8g
硬脂酸	0.7g
液状石蜡	20.5g
白凡士林	3.4g
双硬脂酸铝	0.5g
氢氧化钙	0.05g
尼泊金乙酯	0.1g
<u>蒸馏水</u>	<u>20g</u>

#### [制备]

(1) 油相：将单硬脂酸甘油酯、蜂蜡、石蜡、硬脂酸置于蒸发皿中，于水浴上加热熔化，再加入液状石蜡、白凡士林、双硬脂酸铝，加热至 80℃左右。

(2) 水相：将氢氧化钙、尼泊金乙酯加入到蒸馏水中，加热到 80℃左右溶解。

(3) 将水相溶液慢慢加入到上述相同温度的油相溶液中，边加边朝一个方向搅拌几分钟，自水浴取下后在室温下继续搅拌至呈乳白色半固体即得。

#### (四) 5%双氯氟酸钾软膏剂的制备

[处方]	双氯氟酸钾粉末	0.5g
	<u>不同基质</u>	<u>9.5g</u>

#### [制备]

(1) 双氯氟酸钾单软膏剂的制备：称取双氯氟酸钾粉末 0.5g 置于乳钵中，分次加入单软膏基质 9.5g, 研匀，即得。

(2) 双氯氟酸钾 O/W 软膏剂的制备：称取双氯氟酸钾粉末 0.5g，置于乳钵中，分次加入 O/W 型乳剂基质 9.5g，研匀，即得。

(3) 双氯氟酸钾 W/O 乳剂型软膏剂的制备：称取双氯氟酸钾粉末 0.5g，分次加入 W/O 型乳剂基质 9.5g，研匀，即得。

#### [质量检查]

比较不同基质软膏剂的外观，涂布性。

#### (五) 乙酰水杨酸栓（阿司匹林）的制备

#### [处方]

乙酰水杨酸（100目）	6g
-------------	----

半合成脂肪酸甘油酯 7.5 g

制成栓剂 数枚

**[制法]**

(1) 称取研细的乙酰水杨酸粉末 6g 置研磨中，另称取半合成脂肪酸甘油酯置蒸发皿中，于水浴中加热融化；

(2) 将融化的基质倾入涂有润滑剂的栓剂模子（1.2g 模具）中；

(3) 冷却凝固后削去溢出部分，脱模，得完整的栓剂数枚。

**[质量检查]**

外观、重量、重量差异、融变时限

**[操作注意]**

(1) 药物与基质需充分混匀。

(2) 混合物灌模时温度适宜，过高会引起中空和顶端凹陷，过低难以一次性完成灌模，栓剂的灌模务必一次完成。灌好的栓模应置适宜的温度下冷却至一定的时间，以保证脱模的顺利进行。

**(六) 甘油栓的制备**

**[处方]**

甘油 10.0 g

硬脂酸 0.8 g

氢氧化钠 0.12 g

蒸馏水 1.4 ml

制成栓剂 5 枚

**[制备]**

(1) 称取处方量的甘油于蒸发皿中，置水浴上加热，缓缓加入硬脂酸和氢氧化钠细粉，随加随搅拌，并保温在 85 ~ 95℃，直至溶液澄清。

(2) 将此溶液注入涂过润滑剂（液状石蜡）的栓模中，冷却成型，脱模即得。

**[操作注意]**

(1) 制备时必须避免温度过高，搅拌不宜太快，否则引入气泡，使成品浑浊不澄明。

(2) 该处方中的硬脂酸钠有时通过硬脂酸与氢氧化钠或碳酸钠皂化反应而成。

**[质量检查]**

外观、重量、重量差异、融变时限等。

## 五、实验结果与讨论

1. 制得的双氯氟酸钾软膏涂布在自己的皮肤上，评价是否细腻，比较四种软膏的粘稠性与涂布性，讨论四种软膏中各组分的作用。

2. 将栓剂的质量检查结果记录于表 5-1 中。

表 5-1 各种栓剂的质量检查结果

品名	外观（外表、内部）	重量（g）	重量差异限度（合格否）
乙酰水杨酸栓			
甘油栓			

## 六、思考题

1. 软膏剂制备过程中药物加入的方法有几种？
2. 影响药物从软膏基质中释放的因素有哪些？
3. 不同类型软膏基质的作用特点是什么？
4. 如何评定栓剂的质量？

## 七、附录

### （一）软膏剂的质量要求

根据药典附录“制剂通则”的规定，对软膏剂的质量有以下要求：

1. 混悬型软膏剂中不溶性固体药物，应预先用适宜方法研成细分；鼻用混悬型软膏剂中不溶性固体药物，应预先磨成最细粉并灭菌。
2. 软膏基质应均匀、细腻、涂于皮肤或粘膜上应无刺激，用于鼻粘膜的基质应灭菌，用于大面积烧伤及严重损伤的基质应无菌。
3. 软膏剂应具有适当的粘稠度，易于涂布皮肤或粘膜上，但不融化，粘稠度应随季节气温的变化应很小。
4. 软膏剂应无腐败、异臭、变色、变硬及油水分离等变质现象
5. 软膏剂必要时可加入乳化剂、保湿剂、防腐剂、抗氧化剂及透皮促进剂。
6. 软膏剂用于大面积烧伤及严重损伤的皮肤时，应进行无菌处理。

### （二）栓剂的重量差异检查

参照 2005 版《中国药典》一部附录 ID 项下进行：取取供试品 10 粒，精密称定

总重量，求平均粒重后，再分别精密称定各粒的重量，每粒重量与平均粒重相比较，超出重量差异限度的药粒不得多于 1 粒，并不得超出限度 1 倍。

栓剂重量差异限度表：

平均粒重	重量差异限度
1.0g 以下至 1.0g	± 10%
1.0g 以上至 3.0g	± 7.5%
3.0 g 以上	± 5%



中南民族大学药学院化学生物学与药学实验教学中心

## 《药用植物学实验讲义》

向梅先 舒广文 刘新桥 编写

适用专业：      药学专业      

      药物制剂      

      化学生物学专业      

2012 年 3 月

# 目 录

实验室守则 .....	101
实验一 显微镜的构造使用与植物细胞的基本结构 .....	102
实验二 植物组织的观察 .....	104
实验三 植物根外形、初生及次生结构的观察 .....	108
实验四 植物根茎的外形、初生及次生结构的观察 .....	112
实验五 叶的外形、内部构造及繁殖器官观察 .....	115
实验六 植物标本的采集制作及植物检索表的编制与使用 .....	123



## 实验室守则

1. 实验课是培养学生独立思考和理论联系实际、灵活应用能力的重要手段，也是进行科研工作的基础，必须严肃认真。

2. 准时上实验课，不得无故缺席，不得迟到早退，按指定座位就坐，使用相应的显微镜。

3. 实验前必须通过预习，明确实验的目的要求、内容、方法和步骤。实验时要认真观察，独立思考，做好记录，实验完毕后要按时交实验报告。

4. 老师讲解实验时，要专心听讲，并作必要的记录。实验中如有疑问请举手，不准大声喧哗。

5. 爱护实验室一切仪器设备，按操作规程使用显微镜，尽量节约水、电及擦镜纸、试剂等一切消耗物质。损坏仪器须登记，按规定赔偿。

6. 每次实验必须带教科书，绘图用具(HB、2H 铅笔各一支，橡皮、尺子等)和实验记录本。

7. 保持实验室清洁整齐，一切实验用具用完后要清洗干净，放回原处。每次实验完毕，要搞好室内清洁卫生。离开实验室时要关好水、电、门、窗。

## 实验一 显微镜的构造与使用植物细胞的基本结构及后含物的观察

**实验学时：**4 学时

**实验类型：**验证性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

### 一、目的要求

1. 熟悉光学显微镜的构造、使用
2. 掌握植物细胞的基本结构
3. 识别植物细胞的各种后含物
4. 掌握水合氯醛制片法、表面片制法
5. 掌握草酸钙晶体的类型和形态
6. 学习绘制植物显微图

### 二、仪器用品及实验材料

#### 1. 仪器用品

显微镜、载玻片、盖玻片、镊子、刀片、吸水纸、擦镜纸、稀碘液、酒精灯、培养皿、解剖针、水合氯醛液，蒸馏水等

#### 2. 实验材料

新鲜洋葱鳞茎、马铃薯、浙贝、半夏、黄柏、大黄、甘草、地骨皮、射干粉末；红萝卜，辣椒，叶片等。

### 三、实验内容与步骤

#### 1. 植物细胞的基本构造

##### (1) 洋葱表皮细胞制片（观察细胞结构）

用镊子撕取 2 小片（ $3\text{mm} \times 3\text{mm}$ ）洋葱内表皮，置载玻片上，蒸馏水装片。其中一片在盖玻片一侧加 1 滴 1% 的 I-KI 溶液，用吸水纸在另一侧吸去多余溶液。然后在显微镜下观察洋葱表皮的细胞壁、细胞核、液泡。

##### (2) 有色体的观察

用刀片从红辣椒果肉上刮取少许，均匀涂在载玻片中央，加蒸馏水 1 滴，再加盖玻片观察。细胞内橙色颗粒即为有色体。

#### 2. 植物细胞构造的观察

将洋葱表皮临时装片放在低倍镜下观察，可看到许多无色透明的稍长形的细胞，彼此紧密相连，没有细胞间隙。在细胞中，可见到浸埋在细胞质中的圆形的细胞核，如不清晰，可由盖玻片一侧加稀碘液一滴，用吸水纸在另一侧稍吸，使碘液布满整个标本而染色，几分钟后观察，可见细胞质被染成浅黄色，细胞核被染成较深的黄色，细胞各部分显得较为清晰。移动装片，选择几个较清楚的细胞置于视野中央，换用高倍镜再仔细观察。注意识别下列各部分：

(1) 细胞壁：植物细胞所特有，为细胞的最外层。

(2) 细胞质：为无色透明的胶状物，紧贴在细胞壁以内，被中央大液泡挤成一薄层，仅细胞两端较明显。

(3) 细胞核：贴近细胞侧壁，呈类球形。

(4) 液泡：位于细胞中央，占细胞体积的大部分，由于液泡内充满细胞液，所以比细胞质更透明。

### 3.植物细胞的后含物

#### 淀粉粒

(1) 切取一小块**马铃薯块茎**，用刀片刮取少许细胞，置载玻片上，加水一滴，搅匀，盖上盖玻片。先在低倍镜下观察淀粉粒，注意其形状。转换高倍镜继续观察，仔细、准确地分辨单粒，注意识别淀粉粒中的脐点和层纹，绘图记录。然后取下制片，加一滴稀碘液，观察有何变化，记录观察结果。

(2) 取少量**半夏粉末**置于滴加 1~2 滴蒸馏水的载玻片上，置酒精灯上加热透化后，置于镜下观察其复粒淀粉，半复粒淀粉。

(3) 按上述方法制成**浙贝母粉末**装片置镜下观察，与马铃薯淀粉粒进行比较，注意彼此间淀粉粒的大小、形状、层纹、脐点有何不同，找出各自淀粉粒的特征。

#### 结晶体

(1) 簇晶：取大黄根状茎粉末少许，置于滴加 1~2 滴水合氯醛试液的载玻片上，在酒精灯上慢慢加热透化，加稀甘油 1 滴，盖上盖玻片，用吸水纸拭净其周围的试剂，置镜下观察，可见到许多大型、形如星状的草酸钙簇晶。

(2) 针晶：取半夏粉末少许，按上述方法透化后制片观察，可见散在或成束的针状草酸钙晶体。偶尔可见到类圆形粘液细胞中含有排列整齐的针束。

(3) 方晶：取黄柏或甘草粉末少许，按上述方法制片，置镜下观察，在粉末中可见到一些方形、不规则形等形状的晶体。这些方晶常成行排列在薄壁细胞中，这种由一束纤维外侧包围着许多含有草酸钙方晶的薄壁细胞所组成的复合体，成为晶鞘纤维。

(4) 砂晶：取地骨皮或牛膝根粉末少许，按上述方法制片，在粉末中可见类圆形薄壁细胞中充满了细小三角形或箭头状的草酸钙砂晶。因砂晶存在于某些薄壁细胞中，将药材研成粉末后砂晶多分散在药材粉末中，而且数量很少，故难以与药材粉末区别。在观察时注意以下几点：①砂晶虽然很少，但大小非常均匀。②其形状为小的三角形颗粒，立体感较强。③在调节微调器时砂晶常有忽明忽暗的现象，或略比周围粉末亮。若用地骨皮制成徒手切片，观察效果好于粉末制片。

(5) 柱晶：取射干粉末少许，按上述方法制片，置镜下观察，可见到棱角分明的长柱形晶体，晶体呈半透明状。

#### 四、实验报告与思考题

1. 绘洋葱鳞叶的内表皮细胞，注明细胞各部分。
2. 绘马铃薯、浙贝母、半夏淀粉粒的构造和类型图。
3. 绘制辣椒果肉细胞中的有色体。
4. 绘制各种材料、各种类型的草酸钙结晶。
5. 植物细胞的显微构造主要有哪几部分？
6. 质体有哪几种类型？它们的结构和功能之间有何关系？

## 实验二 植物组织的观察

(分生、基本/薄壁、保护、机械组织、输导组织)

实验学时：4 学时

实验类型：验证性实验

教学方式：集中授课，分小组实验

## 一、实验目的

- 1.掌握分生组织、基本/薄壁的基本特征。
- 2.掌握机械组织（厚角组织）的形态特征。
- 3.掌握机械组织（厚壁组织：石细胞、纤维）的形态特征。
- 4.掌握周皮(木栓组织)和表皮细胞及毛茸的形态特征，气孔的轴式（类型）
- 5.掌握导管（管胞）的特征及类型，了解筛管和伴胞。

## 二、仪器用品及实验材料

### 1. 仪器用品

显微镜，酒精灯，载玻片，盖玻片，刀片，镊子，水合氯醛试液，浓盐酸，间苯三酚试液，蒸馏水等。

### 2. 实验材料

小麦或洋葱根尖永久纵切片；椴树茎永久横切片；薄荷茎横切面永久制片；大黄、甘草粉末；豆芽嫩茎；黄柏、厚朴、薄荷叶、金银花、石韦粉末；白英叶。

## 三、实验内容和步骤

### 1. 顶端分生组织的观察

取小麦根尖纵切片观察：先在低倍镜观察，首先确定根冠的位置，位于根冠之上是一团非常小，排列紧密的细胞，这些细胞就是顶端分生组织。转换高倍镜下观察可以清晰地看到较大的细胞核或正在进行细胞分裂的染色体形态。随着位置不断上下移动，细胞将逐渐增大，开始出现了细胞的分化，通过仔细观察，并比较细胞形态的变化，初步鉴定出原表皮层、基本分生组织和原形成层的大致位置。

### 2. 侧生分生组织的观察

在显微镜下观察椴树茎横切片：首先在低倍镜可以明显地观察到微管组织呈环状排列，其中木质部被试剂染成红色，韧皮部被染成绿色，在木质部和韧皮部之间，可以看到几层扁平细胞呈环状排列，细胞略呈切向延长，这就是形成层。转换高倍镜下进一步观察可以清楚地看到，这几层切向延长的扁平细胞排列紧密，细胞壁薄。在大多数情况下，通常将这几层扁平细胞称为形成层，在这个区域不仅有形成层细胞，也包括了由形成层细胞刚刚分生出来的还未分化为木质部和韧皮部的组织，而这些细胞离形成层越近，两者就越难以区别。

在茎的最外层有几层略呈扁平的被染成棕红色或红褐色的死亡细胞，细胞壁较厚，排列整齐，无胞间隙，这几层细胞为木栓层细胞。在木栓层内方有1~3层颜色淡而扁平的细胞就是木栓形成层，木栓形成层以及两侧刚刚分生出未成熟的组织有与维管形成层相似的特征。侧生分生组织细胞多为切线延长，并进行切向分生活动，沿器官的径向增加细胞的层数。可以说明，侧生分生组织活动的结果可以使植物体的轴状器官不断增粗，这种生长方式称为增粗生长。

### 3.薄壁组织的观察

观察薄荷茎的横切永久制片：在显微镜下可以看到许多大小不等的维管束呈环状排列于薄壁组织中，这些薄壁组织又可分为外部的皮层和中间的髓部，以及维管束之间的髓射线等。这类薄壁组织除了具有贮藏、输导作用外，还具有填充和使组织间彼此联系等功能，并具有转化为分生组织的可能。

### 4.保护组织的观察

**(1) 腺毛：**是指可以分泌粘液、树脂、挥发油等物质的毛茸。

取**金银花**花冠的一小片，经水合氯醛透化后制片观察；也可直接取金银花粉末制片观察。看到许多具有多细胞腺头的腺毛，有的腺头呈橄榄球状，有的腺头呈三角形等，腺柄也由多细胞组成。

腺鳞是一种特殊的腺毛，可选用薄荷叶（或唇形科的某一植物的叶）的表皮细胞制片观察，所看到的腺鳞的腺头是由8个分泌细胞呈辐射状排列组成，侧面观察为扁球形，具明显的角质层，极短的腺柄由单细胞组成，腺鳞周围的表皮多呈放射状排列。

**(2) 非腺毛：**是指没有腺头和腺柄区分，不能分泌物质的毛茸。非腺毛广泛存在于植物体的表面，种类极多，形态变化较大。金银花的非腺毛是由单细胞组成，较长，从基部向上逐渐变细，呈牛角弯曲状；薄荷叶表面的非腺毛是由多细胞组成，也呈牛角状歪曲。这些单细胞和多细胞组成的单列非腺毛是较为常见的类型，多种植物体表面都可以看到。此外也有多种形态和结构更为复杂的类型。

取石韦叶片，用刀片刮取叶背面毛茸，加1滴蒸馏水制片观察，可以看到许多放射状星状毛。

**(3) 气孔：**植物体的表皮（除根表皮外）均有气孔，气孔由两个半月形的保卫细胞对合而成。在保卫细胞周围常有2至多个与表皮细胞形状不同的细胞，为副卫细胞；由于保卫细胞和副卫细胞之间不同的排列关系，双子叶植物的气孔有下列几种

类型 (撕取叶下表皮制成临时水装片观察): a. 平轴式气孔; b. 直轴式气孔; c. 环式; d. 不等式气孔; e. 不定式气孔

## 5. 机械组织的观察

### (1) 厚角组织

厚角组织可存在于植物的草质茎和叶柄内,特别是棱角处更为多见。厚角组织细胞多为生活细胞,它们的特点是细胞壁呈不均匀地增厚,这些细胞壁主要由纤维素组成,细胞壁具弹性而硬度不强。根据其增厚的位置不同,可分为真厚角组织、片状厚角组织和腔隙厚角组织。

取新鲜的薄荷茎(或芹菜叶柄)为实验材料,作徒手横切片,因厚角组织分布在茎的四个角处,所以不用考虑切下的材料是否完整,只包括一个棱角即可,但要求所切下的材料一定要薄。将切下的材料放在载玻片上加稀碘液和 66%硫酸,然后封片观察,可见茎的棱角处被染成淡蓝色的细胞壁,细胞的角处增厚明显,细胞腔略呈棱形。如高倍镜认真观察,细胞内可以看到原生质体存在,证明其为生活细胞。

### (2) 厚壁组织

厚壁组织细胞的特征是细胞壁全面显著地木质化增厚,常见层纹和纹孔,成熟的细胞腔小,是死细胞。根据其形态又可分为纤维和石细胞,纤维通常比石细胞要长很多,但也有许多中间类型。

#### A. 纤维

纤维最显著的特征是细胞细长,细胞壁为纤维素或木质素增厚,通常成束存在。

取**黄柏粉末**少许于载玻片上,加水合氯醛试液透化后再加间苯三酚和浓硫酸各一滴,然后封片在镜下观察。因粉末中许多纤维细胞均为木质化增厚,遇间苯三酚和浓硫酸后都可染成淡红色或樱红色。镜下观察到的纤维束周围的薄壁细胞中含有草酸钙方晶,成为晶纤维。

#### B. 石细胞

石细胞广泛存地分布于植物体,并有各种各样的形状,这些细胞有较厚的次生壁并强烈地木质化,有许多的单纹孔或分枝的纹孔沟。因石细胞形态变化较大,分布较普遍,常作为中药鉴定的重要依据。

取**厚朴药材粉末**少许,经水合氯醛试液透化后制片观察,可见石细胞成群或分散存在。石细胞多呈分枝状,细胞腔和纹孔沟清晰。因石细胞的细胞壁为木质素增厚,

也可用间苯三酚和浓硫酸染色后观察。

#### 6. 输导组织的观察（导管的观察）

(1) 取**大黄粉末**少许制片观察：其导管增厚部分为网状，网孔为未增厚部分，导管的直径较大，为典型的网纹导管，也可发现其他类型的导管如梯网纹导管。观察时要注意：先确认出导管类型，再进一步区分中间类型，找出彼此间的区别。

(2) 用**甘草粉末**少许制片观察：可看到很多导管碎片，细胞壁绝大多数增厚，仅留下一些未增厚的小孔，并可见两个同心圆，圆形或椭圆形，称**具缘纹孔**，有的分散排列，有的排列较为整齐。

(3) 取**新鲜豆芽**纵切面制片，观察其导管类型为环纹、螺旋、具缘纹孔等导管类型。

#### 四、实验报告与思考题

1. 绘各种类型气孔的简图。
2. 绘黄柏的纤维和石细胞图。
3. 腺毛和非腺毛有何区别？腺鳞有何形态特征？
4. 何谓周皮？它包括哪几部分？
5. 厚角组织和厚壁组织在形态和结构上有何不同？

### 实验三 植物的分泌组织，植物根的外形、初生及次生结构的观察

**实验学时：**4 学时

**实验类型：**验证性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

#### 一、目的和要求

- (一)掌握油细胞、油室、油管、树脂道、乳汁管等分泌组织（细胞）的形态特征。
- (二)掌握植物根的外部形态特征和根系的类型。
- (三)掌握根的初生构造及次生构造的特点。



## 二、仪器用品及实验材料

### (一)仪器用品

显微镜，酒精灯，载玻片，盖玻片，刀片，水合氯醛试液，浓盐酸，间苯三酚试液，苏丹III试液，蒸馏水等。

### (二)实验材料

鲜姜（切片，观察油细胞）；小茴香横切面永久制片（观察油管）；丁香粗粉（观察裂生式油室）；桔梗（纵切片\粉末）（观察乳汁管）。

毛茛根横切面永久制片(观察根的初生构造)；直立百部根横切面永久制片；青木香根横切面永久制片（观察根的次生构造）。

## 三、实验内容和步骤

### 1. 分泌组织（细胞）

#### (1)分泌细胞

油细胞 取鲜姜作徒手切片，制成临时水装片，镜检，可见在薄壁细胞之间，杂有许多类圆形的油细胞，胞腔内含淡绿黄色挥发油滴。

(2)油室 丁香粉末装片观察，有大形腔穴即油室，内有挥发油。

(3)油管 观察小茴香横切面永久制片，可见有许多分泌细胞围绕成的大圆腔，即分泌道，因其内贮藏挥发油而称油管。

(4)乳汁管 观察桔梗纵切片，可见多细胞的有节乳汁管。

### 2. 根的外部形态特征和根系的类型

主根：由胚根细胞的分裂和伸长所形成的向下垂直生长的根。

侧根：主根生长达到一定的长度，在一定部位侧向生出的支根。

不定根：在主根和侧根以外的部分，如茎、叶、老根或胚轴上生出的根。

直根系：主根发达，主根和侧根界限非常明显的根系（裸子植物、双子叶植物的根系）。

须根系：主根不发达，或早期死亡，由茎基部长出许多大小、粗细相仿的不定根，呈胡须状簇生的根系（单子叶植物、少数双子叶植物的根系）。

### 3. 根的初生构造

#### (1)双子叶植物根的初生构造

毛茛根横切片的观察 取毛茛根横切片，在低倍镜下观察区分出表皮、皮层和维

管柱三大部分，再转换高倍镜由外向里仔细观察表皮、皮层和维管柱的细胞构造特点。

①表皮：为最外层薄壁细胞，排列整齐紧密，没有细胞间隙。

②皮层：位于表皮内，占根的相当大部分，由多层排列疏松的薄壁细胞组成。可以区分为三层。紧靠表皮下方的1~2层细胞，略呈切向延长，排列较紧密，称外皮层。位于外皮层以内为多层排列疏松的薄壁细胞，具明显的细胞间隙，称为皮层薄壁组织。皮层最内一层排列紧密的细胞称为内皮层。内皮层有些细胞的径向壁上，可见增厚的凯氏点。

③维管柱：为内皮层以内的所有组织，占据根中央部分，细胞较小而密集，由中柱鞘、初生木质部和初生韧皮部组成。

中柱鞘：为紧贴内皮层的1--2层薄壁细胞组成，细胞壁薄，排列紧密。侧根、木栓形成层和维管形成层的一部分均发生于中柱鞘。

初生木质部：在中柱鞘内方部分，为四束（四原型）呈放射状。靠近中柱鞘一端的导管口径较小，是原生木质部；近根中心的导管分化较晚，口径大，为后生木质部，这是根的初生构造特征之一。由于初生木质部一直分化到根的中央，故无髓，这是典型的双子叶植物根的初生构造特征。

初生韧皮部：位于两初生木质部束之间，与初生木质部束相间排列呈辐射状，构成辐射维管束，这也是根的初生构造的重要特征。初生韧皮部，束的数目与初生木质部束数相同。细胞大小不一，呈多角形。

薄壁细胞：在初生木质部束和初生韧皮部束之间分布的很薄的细胞层，当根进行次生生长时，它将分化成维管形成层的一部分。

## (2)单子叶植物根的初生构造

观察直立百部根的横切制片

①根被：由最外层3--4层细胞组成，细胞壁具条纹状木栓化纹理。

②皮层：紧靠根被内方，占根的大部分，由薄壁细胞组成。可区分为外皮层、皮层薄壁组织和内皮层。内皮层可见凯氏带。

③维管柱：内皮层以内的全部组织。包括中柱鞘、初生木质部、初生韧皮部和髓。

中柱鞘：紧贴内皮层，由1--2层小型薄壁细胞组成，细胞切向延长，略似内皮层细胞，但其侧壁没有增厚。

初生木质部束和初生韧皮部束：各19--27个，相间排列成辐射维管束。韧皮部束

内侧有单个或 2--3 成束的非木化纤维；木质部导管类似多角形，偶有单个或 2--3 个并列的导管分布于髓部外缘，作二轮列状。

髓：位于维管柱的中心，散有单个或 2--3 个成束的细小纤维。

#### 4. 根的次生构造

观察青木香根横切制片

先在低倍镜下从外向里逐层观察各部分组织所在的部位，然后转高倍镜仔细观察各部组织的细胞特点。

(1) 周皮 为最外方的数层细胞，由木栓层、木栓形成层和栓内层组成。

①木栓层：为最外几层排列紧密、整齐的扁平状细胞，细胞壁栓质化，是死细胞，常呈浅棕色。

②木栓形成层：是由中柱鞘细胞恢复分生能力而产生的在木栓层内方一层扁长形的薄壁细胞，在切片中不易分辨。

③栓内层：在木栓形成层的内方。狭窄，为 2~3 列呈切向延长的大型薄壁细胞。

(2) 次生维管组织 在栓内层以内的全部组织，是由形成层活动所产生的。

①次生韧皮部：为周皮以内，包括筛管、伴胞和韧皮薄壁细胞、韧皮纤维、韧皮射线。在横切面上韧皮薄壁细胞与筛管形态相似，常不易区分。韧皮射线多弯曲，由 1~2 列径向排列的薄壁细胞组成。

②形成层：在次生韧皮部和次生木质部之间，由排列紧密、整齐的扁长方形薄壁细胞组成。形成层只有一列细胞，但由于它向内、向外分裂迅速，刚产生不久的衍生细胞，尚未分化成熟，故在横切面上看到是多列细胞组成的“形成层区”。

③次生木质部：占整个根的大部分。位于形成层以内，包括导管、管胞和木薄壁细胞等。横切面上，导管最容易辨认，口径大小不一的类圆形或多边形的死细胞，作放射状排列。在次生木质部的内方，根的中心部位，为初生木质部。其导管口径细小。

④维管射线：贯穿整个次生木质部和次生韧皮部中，沿径向延长，由 1~2 列薄壁细胞组成，在韧皮部内的叫韧皮射线，在木质部的叫木射线。维管射线也呈放射状排列。

注意根次生构造的维管束已由辐射型转变成无限外韧型维管束，大多数双子叶植物的根中央没有髓部。

#### 四、实验报告与思考题

1. 绘制油细胞、油管、油室详图。
2. 绘制毛茛根横切、直立百部根横切面、青木香根横切面详图、。
3. 溶生式油室与裂生式油室的区别在哪里?
4. 根的初生构造包括哪几部分，内皮层有何特点?

### 实验四、植物茎（根茎）的外形、初生及次生结构的观察

**实验学时：**4 学时

**实验类型：**验证性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

#### 一、目的和要求

- (一)掌握茎的形态和变态类型。
- (二)掌握茎的初生构造及次生构造特点。

#### 二、仪器用品及实验材料

##### (一)仪器用品

显微镜，酒精灯，载玻片，盖玻片，刀片，水合氯醛试液，蒸馏水等。

##### (二)实验材料

1. 向日葵幼茎横切面永久制片。
2. 3 - 4 年生椴树茎横切面制片。
3. 薄荷茎横切面永久制片。
4. 玉蜀黍茎横切面永久制片。
5. 新鲜材料：白杨树幼嫩枝条，樟树幼嫩枝条

#### 三、实验内容和步骤

##### 1. 茎的形态

茎的形态特征：节和节间、顶芽、腋芽、叶痕和皮孔。

##### 2. 茎的变态

##### (1)地上茎变态

①叶状枝 茎扁化变态成绿色的叶状体。

②枝刺 由腋芽发育而成，不易剥落，可观察皂荚或枸橘的刺。

③茎卷须 由茎变态而来，呈卷须状。

④小块茎和小鳞茎 均由地上茎的腋芽变态而成，如薯蓣茎上叶腋的珠芽(小块茎)和半夏叶柄上的珠芽(小块茎)以及卷丹(小鳞茎)。

## (2)地下茎变态

①根状茎 多匍匐生长在土壤中，是很象根的一种地下茎。如姜、玉竹或黄精、白茅或莲藕的根状茎，

②块茎 如马铃薯或天麻，其上有顶芽，叶退化，脱落后留有叶痕，其腋部是凹陷的芽眼，每个芽眼内，可有1至多个腋芽萌发，注意其缩短的节间。

③球茎 如荸荠，球茎是由地下侧枝末端膨大而形成。有环状短的节间和膜质叶。

④鳞茎 如洋葱头，有鳞茎盘、鳞片叶、腋芽。有的植物鳞叶较肥厚。

## 3. 双子叶植物草质茎的初生结构

观察向日葵幼茎横切制片

在低倍镜下区分出表皮、皮层和维管柱三部分（维管束环状排列为一圈，束间有髓射线，中央为宽大的髓），然后转换高倍镜逐层观察：

(1)表皮：为一层排列整齐、紧密的扁长方形的薄壁细胞组成，其外壁角质加厚，有时可见非腺毛。

(2)皮层：为多层薄壁细胞，具细胞间隙。与根的初生构造相比，所占比例很小。靠近表皮的几层细胞较小，是厚角组织，细胞在角隅处加厚，其内为数层薄壁细胞，其中有小型分泌腔。皮层的最内一层细胞无凯氏带的分化。

(3)维管柱：所占面积宽广，包括维管束、髓射线和髓。

维管束：为数个大小不等的无限外韧维管束，排成一轮，每个维管束由初生韧皮部、束中形成层、初生木质部组成。

初生韧皮部位于维管束外方，其外侧有韧皮纤维，横切面呈多角形，壁明显加厚。在初生韧皮纤维内方是筛管、伴胞和韧皮薄壁细胞。

束中形成层为2~3列扁平长方形细胞，排列紧密、壁薄。

初生木质部，导管横切面类圆形或多角形，根据导管分子口径的大小可以判断靠近茎中心的是原生木质部，导管口径小，发生早；而接近束中形成层的为后生木质部，

导管口径大，发生较晚。

髓射线：是两个维管束之间的薄壁细胞，它外连皮层，内接髓部。具横向运输，兼有贮藏的功能。

髓：位于茎的中央，也是维管柱中心的薄壁细胞，排列疏松，常具贮藏功能。

#### 4. 双子叶植物草质茎次生构造

观察薄荷茎横切制片

可见茎呈四方形，在显微镜下由外到里仔细观察以下部分：

(1)表皮：为一层长方形表皮细胞组成，外被角质层，有时具毛(腺毛、非腺毛或腺鳞)。

(2)皮层：较窄，为数层排列疏松的薄壁细胞组成。在四个棱角内方，各有 10 余层厚角细胞组成的厚角组织，其细胞角隅处加厚明显。内皮层明显，径向壁上可见。

(3)维管柱：

①维管束：由四个大的维管束(正对棱角)和其间较小维管束环状排列。韧皮部在外方，狭窄，形成层成环，束间形成层明显。木质部在棱角处较发达，导管单列，数行，纵向排列，在导管列之间为薄壁细胞组成的维管射线。

②髓：发达，由大型薄壁细胞组成。

③髓射线：为维管束间的薄壁细胞组成，宽窄不一。

#### 5. 双子叶植物木质茎的次生结构

观察 3~4 年生椴树茎的横切制片

先在低倍镜下观察切面的整个轮廓，可见到分为两大部分：周皮和次生维管组织。转换高倍镜，自横切面的最外层向内依次观察。

(1)周皮 包括三部分：木栓层——位于最外层，由数层排列整齐的扁平状细胞组成。木栓形成层——位于木栓层之内为一层扁平状薄壁细胞组成，切片中不明显。栓内层——位于木栓形成层内方。由多层排列疏松的薄壁细胞组成。

(2)次生韧皮部 细胞排列成梯形(底部靠近形成层)，与排列成喇叭形的髓射线薄壁细胞相间分布。在切片中，占茎部横切比例较小，明显可见韧皮纤维与韧皮薄壁细胞、筛管和伴胞呈横条状相间排列。初生韧皮部已破坏。

(3)形成层 为形成层区，呈环状，由 4~5 层排列整齐的扁长细胞组成。

(4)次生木质部 在形成层内方，在横切面上占有最大面积。主要是次生木质部。

由于其细胞直径的大小和壁的厚薄不同，可以看到数轮同心轮层，即年轮。注意观察早材和晚材在组织构造上的区别，紧靠髓部周围的一群小型导管即初生木质部。

(5)髓 位于茎中央，多由薄壁细胞组成，有的含草酸钙簇晶，有的含粘液和单宁。

(6)髓射线 由髓部薄壁细胞向外辐射状发出，直达皮层经木质部时，为1~2列细胞，至韧皮部时则扩大成喇叭状。

(7)维管射线 在每个维管束之内，由木质部和韧皮部中的横向运输的薄壁细胞组成，一般短于髓射线。位于木质部的称木射线，位于韧皮部的称韧皮射线。

## 6. 单子叶植物茎的结构观察

观察玉蜀黍茎横切面永久制片

表皮：为一层长方形表皮细胞组成，具有角质层，其下常有厚壁细胞。

基本组织：表皮内为大量基本组织。

维管束：有限外韧型维管束或周木型维管束散在分布于基本组织中，无皮层与髓之分。

## 四、实验报告与思考题

1. 绘制向日葵幼茎横切面、椴树茎横切面简图。
2. 绘制薄荷茎横切面、玉蜀黍茎横切面详图。
3. 茎的变态有哪些类型，各有什么特征？
4. 比较双子叶植物茎初生构造和单子叶植物茎显微构造的区别？

## 实验五：叶的外形、内部构造及繁殖器官观察

实验学时：4 学时

实验类型：验证性实验

教学方式：集中授课，分小组实验

### 一、实验目的

(1) 了解叶的外部形态，掌握鉴别叶的各部分包括叶脉、单叶及复叶的基本原则；

(2) 学习叶的徒手切片技术。掌握叶的显微结构的基本特征。

(3) 掌握花的外部形态与结构和花序的分类。

(4) 掌握花和果的结构的对应关系。

(5) 掌握果的分类。

## 二、仪器用品及实验材料

(一) 仪器用品：显微镜、载玻片、盖玻片、刀片、镊子、毛笔、蒸馏水等。

(二) 实验材料：新鲜的叶片（包括单叶和复叶）、小麦和水稻的叶的永久制片。百合子房的永久制片、常见的果实。

## 三、实验内容和步骤

(一) 植物叶的外形观察

(1) 叶的基本形态

叶片：叶片的形状，即叶形，类型极多，就一个叶片而言，上端称为叶端，基部称为叶基，周边称为叶缘；贯穿于叶片内部的维管束则为叶脉，这些部分亦有很多变化。

叶柄：为着生于茎上，以支持叶片的柄状物。

托叶：为叶柄基部或叶柄两侧或腋部所着生的细小绿色或膜质片状物。托叶通常先于叶片长出，并于早期起着保护幼叶和芽的作用。托叶的有无，托叶的位置与形状，常随植物种属而有不同，因此亦为中草药鉴定时需要给予适当注意的形态特征之一。

(二) 单叶与复叶

单叶(*simple leaf*) 一个叶柄上只生 1 张叶片的，如棉、油菜、桃等的叶。

复叶(*compound leaf*) 一个叶柄上着生 2~多数分离的叶片，如大豆、蚕豆、紫云英、七叶树等的叶。复叶的叶柄叫总叶柄(*common petiole*)，其延伸的部分称叶轴(*rachis*)；其上着生的叶片称小叶(*leaflet*)，小叶的柄称为小叶柄(*petiolule*)，小叶的托叶称小托叶(*stipel*)。

复叶依小叶排列的形态不同，有以下几种类型：

①羽状复叶(*pinnately compound leaf*) 3 枚以上的小叶排列在叶轴的左右两侧，呈羽毛状，如蚕豆、月季等的叶。羽状复叶以小叶数目可为单数或双数，因此又分为：单（奇）数羽状复叶(*odd-pinnately compound leaf*)，小叶的数目为单数，有一顶生小叶，如紫云英、月季的叶；双（偶）数羽状复叶(*even-pinnately compound leaf*)，小叶的数目为双数，无顶生小叶，如花生、皂荚的叶。羽状复叶又因叶轴分枝的情况，可



分为一回、二回、三回或多回羽状复叶：紫云英、蚕豆的复叶叶轴不分支，小叶直接生在叶轴上，属一回羽状复叶(**simple compound leaf**)；如叶轴分支一次，各分支也做羽状排列的，小叶生在叶轴的分支上，称二回羽状复叶(**bipinnate leaf**)，如合欢、云实的叶。此时叶轴的分枝叫做羽片(**pinna**，复数 **pinnae**)；如叶轴羽状分枝二次，则为三回羽状复叶(**bipinnate leaf**)，如南天竹、楝的叶；以此类推。

②掌状复叶(**palmately compound leaf**) 3 枚以上的小叶都着生在总叶柄的顶端，排列呈掌状，如大麻，木通的叶。

③三出复叶(**ternately compound leaf**) 仅有 3 片小叶着生在总叶柄的顶端。三出复叶又有：羽状三出复叶(**ternate pinnate leaf**)，顶端的小叶柄较长，如大豆、菜豆、苜蓿等的叶；掌状三出复叶(**ternate palmate leaf**)，3 小叶柄等长，如酢浆草、车轴草的叶。有些二回掌状复叶和三回掌状复叶实际上是二回三出复叶和三回三出复叶。前者如淫羊藿；后者如唐松草的叶。

④单身复叶(**unifoliate compound leaf**) 形似单叶，可能是三出复叶的一退化类型，其两侧的小叶退化不存在，顶生小叶的基部和叶轴交界处有一关节，叶轴向两侧延展，常成翅，如柑桔、金桔等的叶

### (三) 制备叶的临时切片

(1) 选切叶片：选一片新鲜的菠菜叶片，平放在玻璃板上，用刀片切去叶片基部、叶片尖端以及叶片两侧的边缘。留下部分为宽约 0.5cm 左右、中央带有主脉的长方形小块叶片。

(2) 切取材料：用左手食指指尖压住材料一端，右手并排捏紧两个刀片，从另一端沿和主叶脉垂直方向多次切割材料，每切一次刀片要沾水一次，以便将切下的叶片薄片放入盛有清水的玻璃皿中。

(3) 选材制片：用镊子从水中选取较薄的叶片切片，放在洁净的载玻片上，制成临时切片。

### (四) 观察双子叶植物叶的内部构造

(1) 表皮 位于叶的上下表面，分别称为上表皮和下表皮。上下表皮均为一层细胞组成，横切面呈长方形，外壁有透明角质层。表皮上有棒状或椭圆形表皮毛或腺毛。在表皮细胞中有成对、较小的细胞即保卫细胞，两个保卫细胞之间的缝隙是气孔。在表皮上还可以见到表皮毛。注意观察细胞中是否有叶绿体，以及上下表皮气孔的数目

的差异。气孔在上下表皮中均有分布，但下表皮为多，并能见到保卫细胞的横切面，在其内侧可看到有明显的气室。

(2) 叶肉 位于上下表皮之间，细胞中含有大量叶绿体。靠近上表皮，与其垂直的一层(或2层)排列整齐的长圆柱形薄壁细胞称为栅栏组织，细胞内含叶绿体较多。在栅栏组织和下表皮之间，有许多形状不规则，排列疏松的薄壁细胞称为海绵组织，细胞内含叶绿体较少。主脉附近的叶肉中可见到分泌腔。注意观察栅栏组织和海绵组织的细胞特点，以及孔下室的分布位置。试想这些特点与植物的生存环境及叶的功能有什么关系?

(3) 叶脉 叶肉中的维管组织，主脉较大，由主脉进行分支形成侧脉。主脉包埋在基本组织中，上方表皮下有厚角组织，下方基本组织中有厚壁细胞分布。叶脉维管束的木质部在近轴面，而韧皮部在远轴面。在较大叶脉的木质部与韧皮部之间有一层形成层细胞。侧脉维管束的组成趋于简单，木质部和韧皮部只有少数几个细胞，但一般具有薄壁细胞形成的维管束鞘。在切片中可以见到各种走向的叶脉，试想其原由。

#### (五) 观察单子叶植物叶的内部构造

(1) 表皮 小麦叶表皮分上、下表皮，各为一层细胞组成。表皮由表皮细胞、表皮毛、气孔器、上表皮泡状细胞(或称运动细胞)构成。表皮细胞外壁角质层增厚，并高度硅化，形成一些硅质和栓质乳突及附属毛。泡状细胞位于两个维管束之间，呈扇形，外壁无角质层增厚。上、下表皮均有气孔分布，可见保卫细胞和副卫细胞的横切面。

(2) 叶肉 叶肉无栅栏组织和海绵组织之分，属等面叶。叶肉细胞不规则，其细胞壁向内皱褶，形成具有“峰、谷、腰、环”结构的叶肉细胞。水稻叶中有发达的气腔。注意比较小麦与水稻叶的不同。

(3) 叶脉 叶脉为平行脉，见到的只有横切面。维管束有大有小，维管束鞘为两层细胞，外层细胞较大、壁薄、含少量叶绿体，内层细胞小、壁厚，为C3植物。叶脉上下方都有机械组织将叶肉隔开而与表皮相连，属有限维管束。

#### (六) 花的外形观察

##### (1) 花的基本组成

取备好的花一朵，用镊子由外向内剥离，观察其组成。

花柄 花下面所生的短柄，是花与茎相连的中间部分。

花托 花柄顶端凹陷成杯状的部分（实际是花筒），花的其它部分都着生在花筒的边缘上。

花萼 着生在杯状花托边缘的最外层，由五个绿色叶片状萼片组成，离生。

花冠 花萼里面一层，由五片粉红色花瓣组成的离生花冠。

雄蕊 雄蕊在花托边缘作轮状排列，数目多，不定数，每一雄蕊由花丝和花药两部分组成。花丝细长，花药呈囊状。

雌蕊 雌蕊着生于杯状花筒底部的花托上，顶端稍膨大的部分为柱头；基部膨大部分为子房；柱头和子房之间的细长部分为花柱。

注意子房位置的变化：花朵中的各部位都是直接长在花托上的，如果花托的中部略微突起，将子房向上推，那萼片、花冠和雄蕊都长在子房之下，此种花就称“下位花”或称“子房上位”，如杜鹃花。反之，如果子房下陷，全住都被花托包住，花的其他 不为著生在其上，就称为“上位花”或称“子房下位”，如：苹果。倘若子房并没有完全下陷，只有基部被花托包围，而萼片、花瓣和雄蕊， 围绕著子房著生，此类的花就称“周位花”，如：梅、李。

#### 观察子房与胚珠的结构

取百合子房横切（示胚珠结构）永久制片，置低倍镜下观察，可见百合子房由三个心皮联合构成，子房 3 室，每两个心皮边缘联合向中央延伸形成中轴，胚珠着生在中轴上，在整个子房中，共有胚珠六行，在横切面上可见每个室内有 2 个倒生的胚珠着生在中央上，称中央胎座。转换高倍镜观察子房壁的结构，可见子房壁的内外均有表皮，两层表皮之间为圆球形薄壁细胞组成的薄壁组织。再转换低倍镜，辨认背缝线、腹缝线、隔膜、中轴和子房室，然后选择一个通过胚珠正中的切面，用高倍镜仔细观察胚珠的结构。珠柄 在心皮边缘所组成的中轴上，是胚珠与胎座相连接的部分。珠被 胚珠最外面的两层薄壁细胞，外层为外珠被，内层为内珠被。两层珠被延伸生长到胚珠的顶端并不联合，留有一孔，即为珠孔。珠心 胚珠中央部分为珠心，包在珠被里面。合点 珠心、珠被和珠柄相联合的部分。胚囊 珠心中间有一囊状结构，即为胚囊。

#### (2) 花序的形态观察

无限花序(indefinite inflorescence)

无限花序也称总状花序，它的特点是花序的主轴在开花期间，可以继续生长，向上伸长，不断产生苞片和花芽，犹如单轴分枝，所以也称单轴花序。各花的开放顺序是花轴基部的花先开，然后向上方顺序推进，依次开放。如果花序轴缩短，各花密集呈一平面或球面时，开花顺序是先从边缘开始，然后向中央依次开放。无限花序又可以分为以下几种类型：

#### 1、总状花序(raceme)

花轴单一，较长，自下而上依次着生有柄的花朵，各花的花柄大致长短相等，开花顺序由下而上，如紫藤、荠菜、油菜的花序。

#### 2、穗状花序(spike)

花轴直立，其上着生许多无柄小花。小花为两性花。禾本科、莎草科、苋科和蓼科中许多植物都具有穗状花序。

#### 3、柔荑花序(catkin)

花轴较软，其上着生多数无柄或具短柄的单性花（雄花或雌花），花无花被或有花被，花序柔韧，下垂或直立，开花后常整个花序一起脱落。如杨、柳的花序；栎、榛等的雄花序。

#### 4、伞房花序(corymb)

或称平顶总状花序，是变形的总状花序，不同于总状花序之处在于花序上各花花柄的长短不一，下部花花柄最长，愈近花轴上部的花花柄愈短，结果使得整个花序上的花几乎排列在一个平面上。花有梗，排列在花序轴的近顶部，下边的花梗较长，向上渐短，花位于一近似平面上，如麻叶绣球、山楂等。如几个伞房花序排列在花序总轴的近顶部者称复伞房花序，如绣线菊。一种变形的总状花序。开花顺序由外向里。如梨、苹果、樱花等的花序。

#### 5、头状花序(capitulum)

花轴极度缩短而膨大，扁形，铺展，各苞片叶常集成总苞，花无梗，多数花集生于一花托上，形成状如头的花序。如菊、蒲公英、向日葵等。

#### 6、隐头花序(hypanthodium)

花序轴特别膨大而内陷成中空头状，许多无柄小花隐生于凹陷空腔的腔壁上，几乎全部隐没不见，整个花序仅留顶端一小孔与外方相通，为昆虫进出腔内传布花粉的通道。小花多单性，雄花分布内壁上部，雌花分布在下部，如无花果、薜荔等。

## 7、伞形花序(umbel)

花轴缩短，大多数花着生在花轴的顶端。每朵花有近于等长的花柄，从一个花序梗顶部伸出多个花梗近等长的花，整个花序形如伞，称伞形花序。每一小花梗称为伞梗。如报春、点地梅、人参、五加、常春藤等。

## 8、肉穗花序(spadix)

基本结构和穗状花序相同，所不同的是花轴粗短，肥厚而肉质化，上生多数单性无柄的小花，如玉米、香蒲的雌花序、有的肉穗花序外面还包有一片大型苞叶，称佛焰苞(spathe)，因而这类花序又称佛焰花序，如半夏、天南星、芋等。

以上所列各种花序的花轴都不分枝，所以是简单花序。另有一些无限花序的花轴具分枝，每一分枝上又呈现上述的一种花序，这类花序称复合花序。常见有以下几种：

### 1、圆锥花序(panicle)

又称复总状花序。长花轴上分生许多小枝，每个分枝又自成一总状花序，如南天竺、稻、燕麦、丝兰等。

### 2、复伞形花序(compound umbel)

花轴顶端丛生若干长短相等的分枝，各分枝又成为一个伞形花序，一分枝又自成一伞房花序，如胡萝卜、前胡、小茴香等。

### 3、复伞房花序(compound corymb)

花序轴的分枝成伞房状排列，每一分枝又自成一伞房花序，如花楸属。

### 4、复穗状花序(compound spike)

花序轴有1或2次穗状分枝，每一分枝自成一穗状花序，也即小穗，如小麦、马唐等。

### 5、复头状花序(compound capitulum)

单头状花序上具分枝，各分枝又自成一头状花序，如合头菊。

### 有限花序(definite inflorescence)

有限花序也称聚伞类花序，它的特点合无限花序相反，花轴顶端或最中心的花先开，因此主轴的生长受到限制，而由侧轴继续生长，但侧轴上也是顶花先开放，故其开花的顺序为由上而下或由内向外。又可以分为以下几种类型：

#### 1、单歧聚伞花序(monochasium)

主轴顶端先生一花，然后在顶花的下面主轴的一侧形成一侧枝，同样在枝端生花，侧枝上有可分枝着生花朵如前，所以整个花序是一个合轴分枝。如果分枝时，各分枝成左、右间隔生出，而分枝与花不在同一平面上，这种聚伞花序称蝎尾状聚伞花序(scorpioid cyme)，如委陵菜、唐菖蒲的花序。如果各次分出的侧枝，都向着一个方向生长，则称螺状聚伞花序(helicoid cyme)，如勿忘草花序。

## 2、二歧聚伞花序(dichasium)

也称歧伞花序。顶花下的主轴向着两侧各分生一枝，枝的顶端生花，每枝再在两侧分枝，如此反复进行，如卷耳、繁缕、大叶黄杨等。

## 3、多歧聚伞花序(pleiochasium)

主轴顶端发育一花后，顶花下的主轴上右分出三数以上的分枝，各分枝又自成一小聚伞花序，如泽漆、益母草等的花序。泽漆短梗花密集，称密伞花序；益母草花无梗，数层对生，称轮伞花序。

### (七) 果的外形观察

(1) 肉果：果皮肉质化，往往肥厚多汁。肉果按果皮来源和性质不同又可划分为以下几种类型。

浆果：是由一个或几个心皮形成的果实。果皮除外面几层细胞外，一般柔嫩，肉质而多汁，内含多数种子，如葡萄、番茄、柿等。

核果：由一心皮一室的单雌蕊发育而成的果实，通常含一枚种子。三层果皮明确可分，外果皮极薄；中果皮是发达的肉质食用部分；内果皮的细胞经木质化后，成为坚硬的核，包三种子外面，所以称为核果。如胡桃、樟科植物的果实。

柑果：外果皮坚韧革质，有很多油囊分布。中果皮疏松髓质，有维管束分布其间，内果皮膜质，分为若干室，室内充满含汁的长形丝状细胞，原来子房内壁的毛茸发育而成为这类果实的食用部分。如常见的柑桔、柠檬等。

梨果：果实由花筒和心皮部分愈合后共同形成，所以是一类假果。外面很厚的肉质部分是原来的花筒，肉质部分以内才是果皮。如梨、苹果等。

瓠果：果实的肉质部分是子房和花托共同发育而成的。如葫芦科植物的果实。

(2) 干果：果实成熟后，果实干燥无汁的称干果。干果主要有以下几种。

蓇葖果：由单心皮或离生心皮雌蕊发育而成，成熟时沿腹缝线或背缝线一侧开裂。如淫阳霍、杠柳。

荚果：由单心皮发育而成。成熟时沿腹、背缝线同时开裂，为豆科植物特有的果实。如白扁豆、苦参。

角果：由2心皮合生的子房发育而成，具假隔膜，种子生于假隔膜上，成熟时两侧腹缝线同时开裂，分为长角果和短果，如油菜、菘蓝。

蒴果：合生心皮发育的果实，子房1至多室，成熟时有多种开裂方式：室间开裂、室背开裂、室轴开裂，孔裂，盖齿裂，如蓖麻、百合，曼陀罗。

瘦果：单粒种子，成熟时果实易与种皮分离，如向日葵。

颖果：单粒种子，成熟时果实与种皮愈合不易分离，如玉米。

翅果：单粒种子，果皮向外延生成翅，如杜仲。

#### 四、实验报告与思考题

1. 绘制在实验中所观察到叶的横切面简图，注明各个结构。比较双子叶植物和单子叶植物的叶在形态结构上的差别。
2. 如何区分单叶和复叶的小叶。
3. 果实的基本结构有哪些(以桃为例)? 它们分别是由花的哪些结构发育而来的?
4. 苹果、柑橘、菠萝和草莓的主要食用部分是由花的什么结构发育而来的?
5. 聚合果与聚花果的根本区别是什么?

### 实验六 植物标本的采集制作及植物检索表的编制与使用

**实验学时：**4 学时

**实验类型：**综合性实验

**教学方式：**集中授课，分小组实验

#### 一、植物标本的采集和制作

1. 采集制作植物标本的目的：植物标本采集后，应制作成腊叶标本（装订于台纸），供分类鉴定研究之用。发表新种时作为模式标本；进行有关科研时作为凭证标本。
2. 采集、压制植物标本的常用工具：枝剪；小铲子；塑料袋；海拔仪/GPS 定位仪（记录海拔高度及经纬度）；标本夹；吸水纸；采集记录本；号签。
3. 植物标本采集注意点：
  - (1) 标本的完整性

尽量完整：带繁殖器官（花、果；孢子叶球；孢子囊群）。

雌雄异株植物：雌株与雄株均采。

先花后叶的种类：应先后采花枝、带叶的枝条。

草本植物：带地下部分（尤根茎等）。

寄生植物：与寄主同采。

## （2）标本的代表性

既要注意个体变异（生境等原因引起），又不要采极端个体（如最大、最小的植株）；多年生草本应注意生长年限。

## （3）标本的份数

同种植物（在同一处采集）的同号标本可采 2-3 份。研究种群/居群内形态变异的标本应采多份。

## （4）采集记录

应及时编号记录，记录内容：采集地点、日期；标本号；生境；花、果颜色；较大植株的体高；木本明确是乔木、灌木或木质藤本；草本记清直立、斜升、平卧或藤本。采集记录与号签上的编号须一致。同地点的同一植物编同一个标本号。同一植物在不同地点编不同的号。

## 4. 植物标本的压制与制作

（1）修剪与整形：略小于台纸；较大者可折成“V”、“N”字形；枝叶太密可适当剪除，但须留下枝条、叶柄基部（以利鉴定）。

（2）注意，标本号与采集记录编号同号；对口药材与标本同号。

（3）压干：标本主要以正面叶朝上，又要有 2~3 片反面叶朝上；皱褶的叶片须展平；新采标本一日换纸一次，以后可 1~2 日换纸一次，直至标本干透；吸水纸晒干反复使用。

（4）消毒防蛀：0.05%二氯化汞(升汞)酒精溶液浸泡 1min，捞出晾干，或低温（-30℃）冷冻 3~4 日后，装订于台纸上。

（5）装订：叶反面及同侧茎枝上涂胶水，粘贴于台纸上，左上方及右下方留空，以粘贴采集记录及鉴定标签。胶水干后用针线缝牢。

## 二、植物检索表的编制与使用

### 1. 检索表简介



查阅检索表是识别鉴定植物的常用方法（还有核对标本、核对图文等法可供参考）。

检索表编制原则：先对待分类鉴定的全部植物的形态进行比较，选择相互对应的明显不同的特征，将植物按两类逐步分类，直至划分为不同的科、属、种。

检索表类型：定距检索表（常见）；平行检索表。

定距检索表：植物类群中相对应的特征编为相同的号码，并书写在距页面左边同等距离处；每对次一项的特征较上一项特征向右缩进一定距离（一个字符的宽度）。

## 2. 检索表的编制

(1) 编制之前，对全部植物类群的特征作一一比较。

(2) 检索表的每一编号下只能设 2 类性状相对应，互不包含。

(3) 选择稳定的、不同类群之间有明显间断的性状用于检索（避免使用连续的数量性状）。

(4) 器官名在句首，表示其特征的形容词或数词在后：如“花白色”、“雄蕊 5”。

(5) 所有种类均应在在检索表中可查出。

### 检索表举例：珙桐科（中国 3 属）分属检索表

#### 1. 果为核果状

2. 核果大，有 3-5 种子；子房 6-10 室，花被缺，头状花序……………

……………珙桐属 *Davidia*

2. 核果小，常具 1 种子；子房 1-2 室，花被存在，花簇生……………

……………兰果树属 *Nyssa*

#### 1. 果为翅果状，多集成头状果序……………喜树属 *Camptotheca*

## 3. 检索表的使用

(1) 熟练掌握植物形态结构专业术语含义（植物形态学基础知识）。

(2) 从检索表的第一项开始检索：同一编号有性状完全对立的两条，待检植物符合哪一条，就在该条下继续检索，直到检出结果。

(3) 如待检标本不完整（如仅有茎叶、无花果），在无法确定符合相互对立的哪一条时，可假设符合任一条试着检索。

(4) 检索到科、属或种后，还需与该科、属、种的具体形态特征描述逐句核对，相符时方可肯定其检索结果。



(5) 植物鉴定还须结合地理分布、生境、海拔高度等因素。

中南民族大学药学院化学生物学与药学实验教学中心

## 《天然药物化学讲义》

李竣、刘新桥编写

适用专业：药学专业  
药物制剂  
化学生物学专业

2012年9月

# 目 录

实验 1~2 大黄中大黄素的提取、分离和鉴定 .....	128
实验 3~4 补骨脂黄酮体的提取、分离及鉴定 .....	131
实验 5 汉防己生物碱的提取、分离和鉴别.....	134

## 实验 1~2、大黄中大黄素的提取、分离和鉴定

实验学时：12 学时

实验类型：综合性实验

教学方式：集中授课，分小组实验

### 一、实验目的

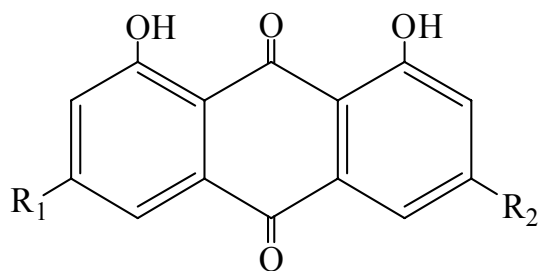
1. 掌握蒽醌苷元的提取方法—酸水解法。
2. 掌握 pH 梯度萃取法的原理及操作技术。
3. 学习硅胶柱色谱法。

### 二、大黄中主要成分的物理性质

大黄为蓼科植物掌叶大黄 *Rheum palmatum* L.、唐古特大黄 *Rheum tanguticum* Maxim. ex Balf. 或药用大黄 *Rheum officinale* Bail1. 的干燥根及根茎。具泻下，健胃、清热解毒等功效，因炮制方法不同，功效各有所主。大黄的主要成分为蒽醌衍生物，总量约 3%~5%，以部分游离，大部分与葡萄糖结合成带苷的形式存在。大黄的抗菌、抗感染有效成分为大黄酸、大黄素和芦荟大黄素，表现在对多种细菌有不同程度的抑菌作用。药理证明大黄能缩短凝血时间，止血的主要成分为大黄酚。大黄粗提物、大黄素或大黄酸对实验性肿瘤有抗癌活性。此外，结合型的蒽醌是泻下的有效成分，包括蒽醌苷和双蒽醌苷。另外，大黄还含有鞣酸类多元酚化合物，含量在 10%~30% 之间，具止泻作用，与蒽苷的泻下作用恰恰相反。大黄中主要成分的物理性质如下：

1. 大黄酸 (rhein):  $C_{15}H_8O_6$ ，黄色针状结晶，mp $321^{\circ}C \sim 322^{\circ}C$ ， $330^{\circ}C$  分解。能溶于碱、吡啶，微溶于乙醇、苯、氯仿、乙醚和石油醚，不溶于水， $UV\lambda_{max}^{EtOH} nm$  (1g $\epsilon$ ): 222 (4.40), 249 (4.18), 272 (4.18), 293sh (4. 14), 437 (4.02)。  $IR\nu_{max}^{KBr} cm^{-1}$ : 1701, 1637。

2. 大黄素 (emodin):  $C_{15}H_{10}O_5$ ，橙黄色针状结晶 (乙醇)，mp $256^{\circ}C \sim 257^{\circ}C$  (乙醇或冰乙酸)，能升华。易溶于乙醇、碱液，微溶于乙醚、氯仿，不溶于水。  $UV\lambda_{max}^{EtOH} nm$  (1g $\epsilon$ ): 220, 225 (4.31), 265 (4.29), 290 (4. 30), 439 (4. 14)。  $IR\nu_{max}^{KBr} cm^{-1}$ : 3450, 3000 (宽), 1669, 1624, 1580, 1465, 1380, 1340, 1270, 1200, 1160。



成分名称	R1	R2
大黄酚	CH <sub>3</sub>	H
大黄素	CH <sub>3</sub>	OH
大黄素甲醚	CH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>
芦荟大黄素	CH <sub>2</sub> OH	H
大黄酸	COOH	H

3. 芦荟大黄素 (aloe-emodin):  $C_{15}H_{10}O_5$ , 橙色针状结晶 (甲苯), mp223°C~224°C。易溶于热乙醇, 可溶于乙醚和苯, 并呈黄色; 溶于碱液呈红色。  $IR \nu_{\max}^{KBr} cm^{-1}$ : 3400 (宽), 1680, 1630, 1580。

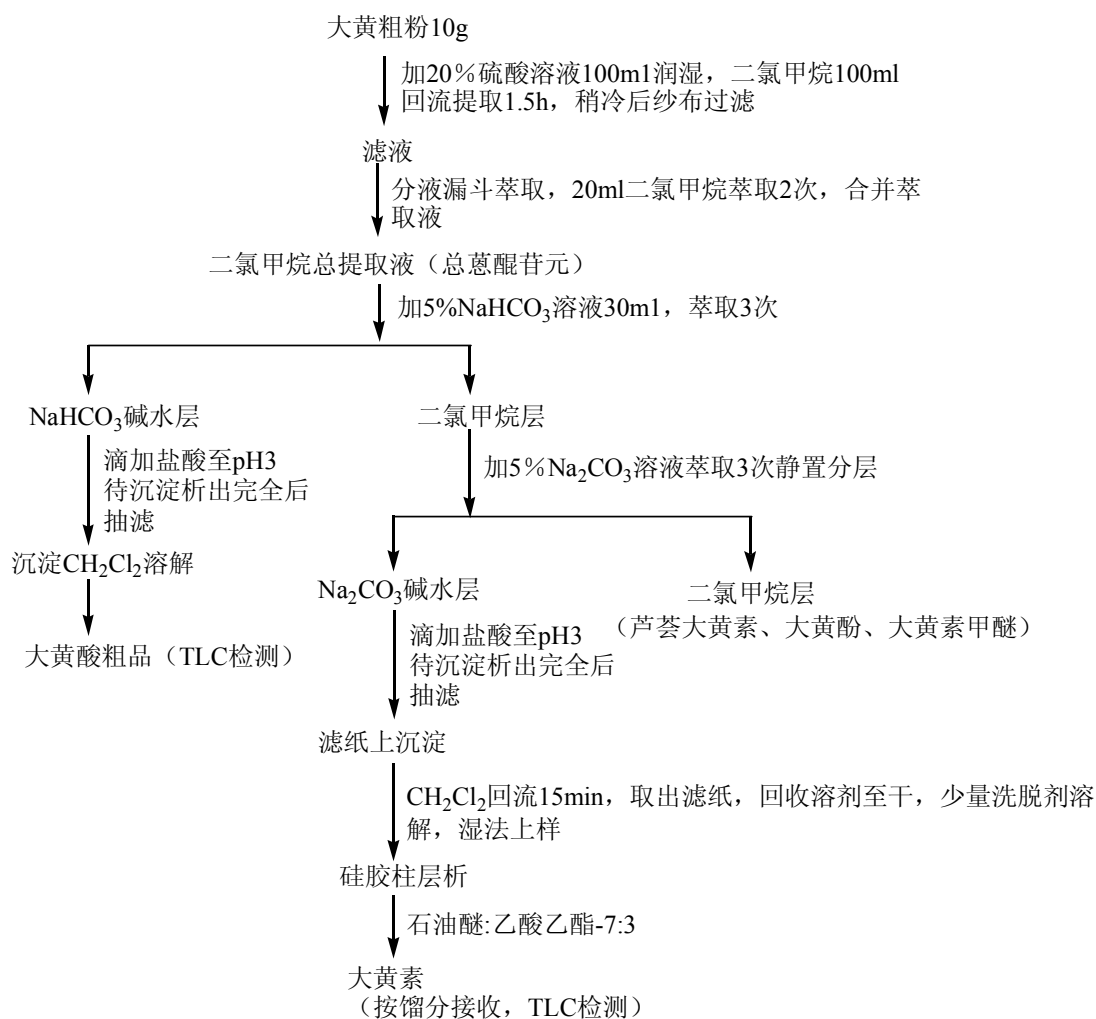
4. 大黄酚 (chrysophanol):  $C_{15}H_{10}O_4$ , 橙黄色六方形或单斜形结晶 (乙醇或苯), mp196°C~197°C (乙醇或苯), 能升华。易溶于沸乙醇, 可溶于丙酮、氯仿、苯、乙醚和冰醋酸, 微溶于石油醚、冷乙醇, 不溶于水。  $UV \lambda_{\max}^{EtOH} nm$  (1gε): 224 (4.73), 257 (4.48), 277 (4.18), 287 (4.18), 429 (4.14)。  $IR \nu_{\max}^{KBr} cm^{-1}$ : 1680, 1630, 1607, 1560, 1478。5. 大黄素甲醚 (pHyscion):  $C_{16}H_{12}O_5$ , 砖红色单斜针状结晶, mp203°C~207°C (苯), 溶于苯、氯仿、吡啶及甲苯, 微溶于醋酸及乙酸乙酯, 不溶于甲醇、乙醇、乙醚和丙酮。  $UV \lambda_{\max}^{EtOH} nm$  (1gε): 226 (4.45), 255 (4.22), 267 (4.25), 288 (4.22), 440 (4.02)。  $IR \nu_{\max}^{KBr} cm^{-1}$ : 3400, 1668, 1625, 1570。

6. 羟基蒽醌苷类: 大黄素甲醚葡萄糖苷 (pHyscion monoglucoside), 黄色针状结晶, mp235°C; 芦荟大黄素葡萄糖苷 (aloe-emodin monoglucoside), mp239°C; 大黄素葡萄糖苷 (emodin monoglucoside), 浅黄色针状结晶, mp190°C~191°C; 大黄酸葡萄糖苷 (rhein 8-monoglucoside), mp266°C~267°C; 大黄酚葡萄糖苷 (chrysophanol monoglucoside), mp245°C~246°C等。

### 三、基本原理

大黄中羟基蒽醌类化合物多数以苷的形式存在, 故先用稀硫酸溶液把蒽醌苷水解成苷元, 利用游离蒽醌可溶于热氯仿的性质, 用氯仿将它们提取出来。由于各羟基蒽醌结构上的不同所表现的酸性不同, 用 pH 梯度萃取法分离它们; 大黄酚和大黄素甲醚酸性相近, 利用其极性的差别, 用硅胶色谱分离。

## 四、提取分离流程



## 五、操作方法

### （一）总蒽醌苷元的提取

大黄粗粉 10g，加 20%硫酸溶液 100ml 润湿，再加二氯甲烷 100ml，回流提取 1.5h，稍冷后过滤，残渣弃去，二氯甲烷提取液于分液漏斗中，分出酸水层，20ml 二氯甲烷萃取两次，合并得二氯甲烷提取液。

### （二）蒽醌苷元的分离和精制

**1 大黄酸的分离和精制** 将含有总蒽醌苷元的二氯甲烷液置于 250ml 分液漏斗中，加 5%NaHCO<sub>3</sub> 溶液 30ml 振摇（注意防止乳化，下同），静置至彻底分层，分出碱水层置烧杯中，在搅拌下滴加盐酸至 pH3，待沉淀析出完全后，抽滤，滤纸上沉淀甲醇溶解，薄层色谱检测。

**2 大黄素的分离和精制** 5%NaHCO<sub>3</sub> 溶液萃取过的二氯甲烷层，再加 5%碳酸钠溶液 30ml 振摇萃取，静置至彻底分层后，分出碱水层，在搅拌下用盐酸酸化至 pH3，

析出棕黄色沉淀，抽滤，滤纸放入 250ml 烧瓶中二氯甲烷回流提取 15min，取出滤纸，二氯甲烷洗涤取出的滤纸，洗涤液合并至回流二氯甲烷液中，减压回收至干，加少量洗脱剂（石油醚:乙酸乙酯-7:3）溶解，柱层析硅胶 15g 湿法装柱，洗脱剂溶解的样品湿法上样，洗脱剂（石油醚:乙酸乙酯-7:3）洗脱，按馏分收集得到大黄素，（薄层色谱检测）。

## 六、大黄蒽醌苷元的薄层色谱鉴别

薄层板：硅胶 G-CMCNa 板。

点样：提取的大黄酸、大黄素的氯仿溶液及各对照品氯仿溶液。 展开剂：石油醚（30℃~60℃）-乙酸乙酯（7:3）

显色：在可见光下观察，记录黄色斑点出现的位置，然后用浓氨水熏或喷 5% 醋酸镁甲醇溶液，斑点显红色。

观察记录：记录图谱并计算 Rf 值。

## 七、思考题

1. 大黄中 5 种羟基蒽醌化合物的酸性和极性大小应如何排列？为什么？
2. pH 梯度法的原理是什么？适用于哪些中药成分的分离？

## 实验 3~4、补骨脂黄酮体的提取、分离及鉴定

实验学时：12 学时

实验类型：验证性实验

教学方式：集中授课，分小组实验

### 一、实验目的

1. 掌握补骨脂黄酮体的提取分离原理及操作。
2. 溶剂法提取、聚酰胺柱色谱分离。
3. 熟悉黄酮类化合物在聚酰胺上的吸附规律与结构的相互关系。

### 二、补骨脂的主要化学成分

本品为豆科植物补骨脂 *Psoralea corylifolia* L. 的干燥成熟果实。具有温肾助阳，纳气，止泻中的作用。用于阳痿遗精，遗尿尿频，腰膝冷痛，肾虚作喘，五更泄泻；外用治白癜风，斑秃。果实、种子含香豆素类、黄酮类、单萜酚类以及挥发油、皂式、多糖、类脂等成分。

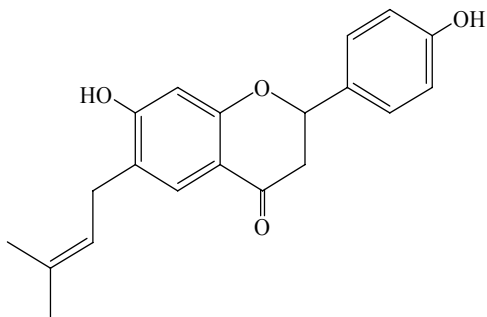


香豆素类有：补骨脂素（psoralen），异补骨脂素（isopsoralein）即是白芷素（angelicin），花椒毒素（xanthotoxin）即是 8-甲氧基补骨脂素（8-methoxypsoralen），补骨脂定（psoralidin），异补骨脂定（isopsoralidin），补骨脂呋喃香豆精（bakuchicin），补骨脂定 2', 3'-环氧化物（psoralidin 2', 3'-oxide），双羟异补骨脂定（corylidin），补骨脂香豆雌烷（bavacoumestan）A 及 B 槐属香豆雌烷（sophoracoumestan）A 等。

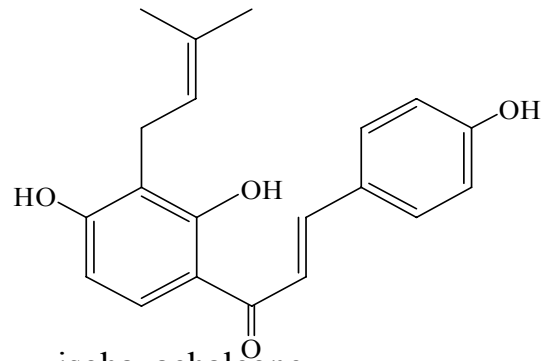
黄酮类有：紫云英甙（astragaloside）。双氧黄酮类中有：补骨脂双氢黄酮（bavachin）即是补骨脂甲素（corylifolin），异补骨脂双红黄酮（isobavachin），补骨脂双氢黄酮甲醚（bavachinin）等；查耳酮类中有：补骨脂乙素（corylifolinin）即是异补骨脂查耳酮（isobavachalcone），补骨脂查耳酮（bavachalcone），补骨脂色烯查耳酮（bavachromene），新补骨脂查耳酮（neobavachalcone），异新补骨脂查耳酮（isoneobavachalcone），补骨脂呋喃查耳酮（bakuchalcone），补骨脂色酚酮（bavachromanol）等；异黄酮类中有：补骨脂异黄酮（corylin），新补骨脂异黄酮（neobavaisoflavone），补骨脂异黄酮醛（corylinal），补骨脂异黄酮醇（psoralenol）。

酚类有：补骨脂酚（bakuchiol）。还含苯并呋喃类衍生物：补骨脂苯并呋喃酚（corylifonol），异补骨脂苯并呋喃酚（isocorylifonol）。又含对羟基苯甲酸（p-hydroxy-benzoic acid），豆甾醇（stigmasterol），β-谷甾醇-D-葡萄糖甙（β-sitosterol-D-glucoside），三十烷（triacontane）等。另含类脂化合物，内有三甘油酯，二甘油酯，单甘油酯，蜡酯，碳氢化合物，极性类脂等；还含补骨脂多糖和一种相对分子质量为 55000、含 12 个氨基酸的胰蛋白酶抑制剂（trypsininhibitor）；又含钾、锰、钙、铁、铜、锌、砷、锑、铷、锶、硒等元素。油中的脂肪酸，主要有棕榈酸（palmitic acid），油酸（oleic acid）和亚油酸（linoleic acid），还有硬脂酸（stearic acid），亚麻酸（linolenic acid）和二十四酸（lignoceric acid）。

补骨脂甲素(coryfolin)：分子量 324.36。无色针状结晶，mp.191~192℃。补骨脂乙素(isobavachalcone)：分子量 324.36。黄色片状结晶，mp. 166~167℃。



coryfolin



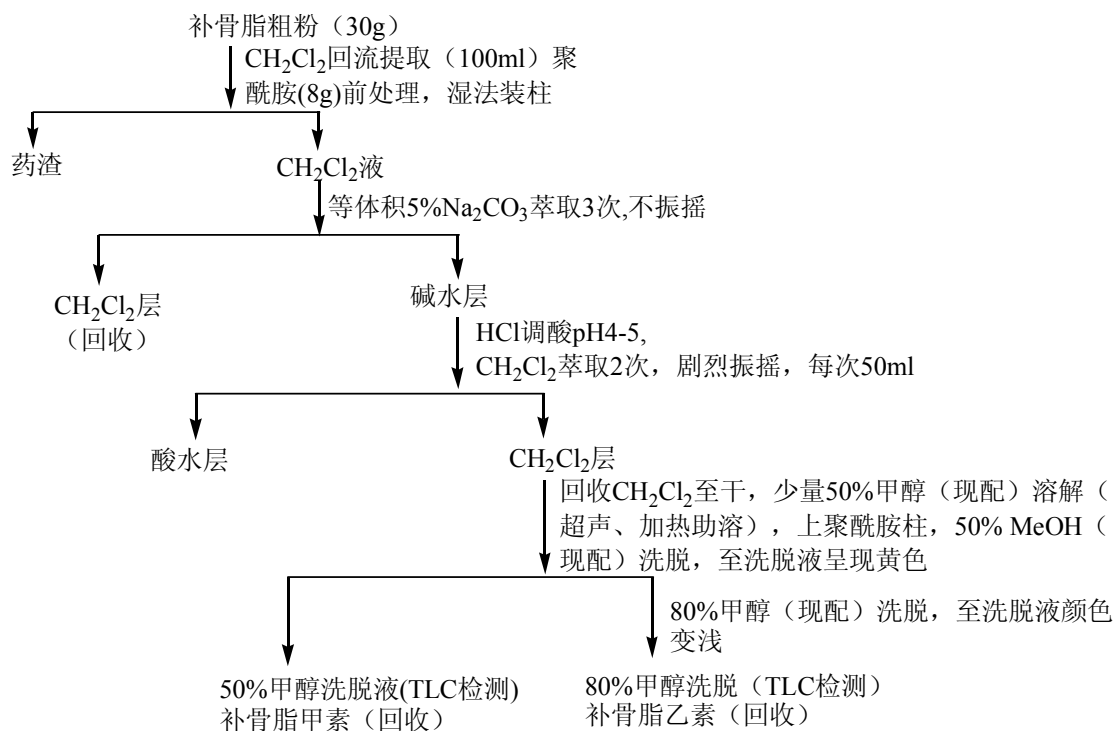
isobavachalcone

### 三、实验原理

聚酰胺具有“双重色谱”性能之故，即其分子中既有非极性的脂肪链，又有极性的

酰胺基团，当用极性移动相（如含水溶剂系统）洗脱时，聚酰胺作为非极性固定相，其色谱行为类似反相分配色谱，因黄酮苷比游离黄酮极性大，所以苷比游离黄酮容易洗脱。当用有机溶剂（如氯仿-甲醇）洗脱时，聚酰胺作为极性固定相，其色谱行为类似正相分配色谱，因游离黄酮的极性比黄酮苷小，所以游离黄酮比黄酮苷容易洗脱。

#### 四、提取分离流程



#### 五、操作方法

补骨脂粗粉 30g，加二氯甲烷 100ml，回流提取 1.5h，稍冷后过滤，残渣弃去，二氯甲烷提取液于分液漏斗中，加入等体积 5%碳酸钠溶液萃取 3 次，不振摇，碱水层放入 500ml 烧杯中，加 HCl 调酸至 pH4-5，至分液漏斗中用二氯甲烷等体积萃取 2 次，每次 50ml，剧烈振摇，合并二氯甲烷并回收至干，得到补骨脂甲素、乙素粗品。少量 50%甲醇溶解，上聚酰胺柱，50%甲醇为洗脱溶剂冲洗，按馏分收集，薄层检测，至洗脱液呈现淡黄色后，换 80%甲醇洗脱，薄层色谱检测，其中补骨脂甲素富集在 50%甲醇溶液中，补骨脂乙素富集在 80%甲醇溶液中。

##### 聚酰胺前处理方法：

聚酰胺以 90-95%乙醇浸泡，不断搅拌，除去气泡后装入柱中。用 3-4 倍体积的 90-95%乙醇洗脱。再依次用 2-2.5 倍体积 5%NaOH 水溶液、1 倍体积的蒸馏水、2-2.5 倍体积的 10%醋酸水溶液洗脱，最后用蒸馏水洗脱至 pH 中性，备用。

#### 六、补骨脂甲素、乙素的薄层色谱、定性鉴别

薄层板：聚酰胺板

点 样：补骨脂甲素、乙素对照品及样品点样。 展开剂：75%乙醇

显色：在可见光下观察，记录黄色斑点出现的位置，喷 5%三氯化铁溶液，观察斑点显色情况。

观察记录：记录图谱并计算 Rf 值

盐酸-镁粉反应：取 1ml 样品，加少许镁粉，加 2 滴浓 HCl 观察颜色变化。

四氢硼钠反应：取 1ml 样品，加入等体积 2%四氢硼钠/甲醇溶液，1 分钟后加盐酸 1 滴，摇匀，观察颜色变化。

## 七、思考题

1. 黄酮化合物定性鉴别反应原理？
2. 黄酮化合物在聚酰胺上洗脱顺序？

## 实验 5 汉防己生物碱的提取、分离和鉴别

实验学时：10 学时

实验类型：验证性实验

教学方式：集中授课，分小组实验

### 一、实验目的

1. 掌握生物碱的一般提取方法。
2. 掌握从总生物碱中分离酚性叔胺碱、非酚性叔胺碱的方法。
3. 巩固柱层析、薄层层析、纸层析、萃取、重结晶等基本操作。

### 二、汉防己的主要化学成分

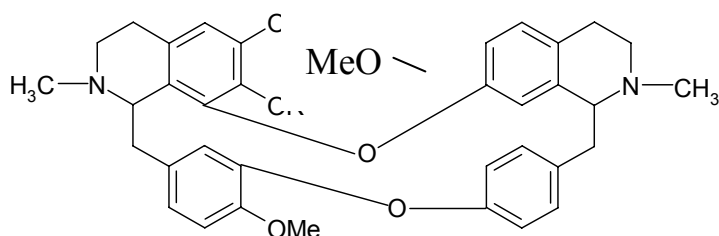
汉防己（粉防己）是防己科千金藤属植物石蟾蜍 *Stephania tetrandra* S. moore 的根，具有解热镇痛作用，中医用于祛风、止痛、利尿、消肿及治疗毒蛇咬伤等。其有效成分是生物碱，总碱含量约为 2%，主要有汉防己甲素、汉防己乙素及轮环藤酚碱。汉防己甲素具有镇痛、消炎、降压、肌松、抗菌、抗肿瘤、抗矽肺、抗结核、抗心律失常（拮抗剂）、抑制血小板凝集等作用。汉防己乙素具有镇痛、消炎、降压、抗肿瘤、抗血小板凝集等作用。轮环藤酚碱具有松弛横纹肌。阻断神经节、降压、抑制胃收缩等作用。

### 汉防己中主要成分的物理性质

1. 汉防己甲素（粉防己碱，tetrandrine）： $C_{38}H_{42}O_6N_2$ ，无色针状结晶（丙酮），有双熔点现象，结晶在  $126^{\circ}\text{C}\sim 127^{\circ}\text{C}$  时熔融， $153^{\circ}\text{C}$  时固化，温度上升至  $217^{\circ}\text{C}\sim 218^{\circ}\text{C}$  时复又熔化。 $[\alpha]_D^{25}$  为  $+297^{\circ}$  ( $c=1.00$ )，与碘甲烷反应生成碘化二甲基汉防己甲素（汉肌松， $C_{40}H_{48}O_6N_2\cdot I_2$ ）。汉防己甲素不溶于水、石油醚，易溶于甲醇、乙醇、乙醚、氯仿和苯中，亦溶于稀酸水溶液中。  $UV\lambda_{\max}^{EtOH} nm$  ( $1g\epsilon$ ): 282.5 (3.88)

2. 汉防己乙素（防己诺林碱，fangchinoline）： $C_{37}H_{40}O_6N_2$ ，本品为细棒状结晶（丙酮），有双熔点现象，熔点为  $134^{\circ}\text{C}\sim 136^{\circ}\text{C}$  和  $238^{\circ}\text{C}\sim 240^{\circ}\text{C}$ ： $[\alpha]_D^{25}$  为  $+275^{\circ}$  ( $c=0.57$ ,  $\text{CHCl}_3$ )。与溴甲烷反应生成溴化二甲基汉防己乙素（汉松敏， $C_{39}H_{46}O_6N_2\cdot Br_2$ ）。本品溶解度与汉防己甲素相似，但极性稍大，故在冷苯中的溶解度小于汉防己甲素，具有隐性酚羟基，不溶于 NaOH 溶液中。  $UV\lambda_{\max}^{EtOH} nm$  ( $1g\epsilon$ ): 282 (3.99)。

3. 轮环藤酚碱（汉己素，cyclanoline）： $C_{20}H_{24}O_4N^+$ ，氯化物为无色八面体结晶， $mp 214^{\circ}\text{C}\sim 216^{\circ}\text{C}$ ，其碘化物为无色丝状结晶， $mp 185^{\circ}\text{C}$ ， $[\alpha]_D^{25}$  为  $-120^{\circ}$  ( $c=0.67$ , MeOH)。易溶于水、甲醇、乙醇，难溶于低极性有机溶剂中。  $UV\lambda_{\max}^{EtOH} nm$  ( $1g\epsilon$ ): 232(4.11), 284(3.83)



汉防己甲素:  $R = \text{CH}_3$

汉防己乙素:  $R = \text{H}$

### 轮环藤酚碱

### 三、基本原理

根据大多数生物碱或生物碱盐均能溶于乙醇的通性，用乙醇回流提取法提取总碱；利用季铵型生物碱易溶于水，不溶于亲脂性有机溶剂的性质，用溶剂萃取法分离脂溶性生物碱和水溶性生物碱。

### 四、提取分离流程

## 五、操作方法

### (一) 提取

称取汉防己粗粉 30g，置于 500ml 圆底烧瓶中，加 85%乙醇 150 ml 回流 1.5h，过滤，滤液回收溶剂得浸膏。

### (二) 纯化

将浸膏用 80ml 1%HCl 分三次于 50℃边水浴搅拌溶解，过滤，滤液用浓氨水调节 pH 值至 9，再用环己烷-乙酸乙酯 (25: 75) 共 60 ml，分三次萃取，取上层溶液，无水硫酸钠脱水，过滤 (过滤装置用丙酮淋洗)，回收溶剂，再用丙酮溶解

### (三) 鉴定

薄层色谱检测：

薄层板：硅胶 G-CMC-Na 板；展开剂：环己烷：乙酸乙酯：二乙胺 (6: 2: 1)，显色剂：碘化铊钾试剂，甲、乙素不能完全分开，呈金葫芦状。

## 六、思考题

1. 举例说明叔胺型生物碱与季胺型生物碱的极性与碱性差异？
2. 从混合物中分离出水溶性生物碱与脂溶性生物碱的常用方法有哪些？



中南民族大学药学院化学生物学与药学实验教学中心

## 《药物化学实验讲义》

杨光忠 戴康 王强 编写

适用专业：药学专业

药物制剂

化学生物学专业

2012年9月

# 目录

实验室基本知识 .....	139
实验一 苯妥英锌 (Phenytoin-Zn) 的合成 .....	142
实验二 磺胺醋酰钠 (Sulfacetamide Sodium) 的合成 .....	144
实验三 苯佐卡因 (Benzocaine) 的合成 .....	146
实验四 香豆素—3—羧酸的合成 .....	149
选做实验 相转移催化方法合成苦杏仁酸 (Mandelic Acid) ..	151
附录: 药物化学实验仪器简图 .....	154



# 实验室基本知识

## 一、实验室安全

药物化学和有机化学一样是一门实践性很强的学科，因此，在进入实验室工作之前，希望参加实验者必须对实验课程的内容，要有充分的准备，而且要通晓实验室的一些基本规则，遵守实验室安全操作须知，才能避免可能发生的一些危险情况。

### (一)眼睛安全防护

在实验室中，眼睛是最容易受到伤害的。飞溅出的腐蚀性化学药品和化学试剂，进入眼睛会引起灼伤和烧伤；在操作过程中，溅出的碎玻璃片或某些固体颗粒，也会使眼睛受到伤害。为了安全起见，在某些实验中，需戴防护目镜。

倘若有化学药品或酸、碱液溅入眼睛，应赶快用大量的水冲洗眼睛和脸部，并赶快到最近的医院进行治疗。若有固体颗粒或碎玻璃粒进入眼睛内，请切记不要揉眼睛，并赶快到最近的医院进行诊治。

### (二)预防火灾

有机药物合成实验室中，由于经常使用挥发性的，易燃性的各种有机试剂或溶剂，最容易发生的危险就是火灾。因此在实验中应严格遵守实验室的各项规章制度，从而可以预防火灾的发生。

在实验室内禁止吸烟。实验室中使用明火时应考虑周围的环境，如周围有人使用易燃易爆溶剂时，应禁用明火。

一旦发生火灾，不要惊慌，须迅速切断电源、熄灭火源，并移开易燃物品，就近寻找灭火的器材，扑灭着火。如容器中少量溶剂起火，可用石棉网、湿抹布或玻璃盖住容器口，扑灭着火；其他着火，采用灭火器进行扑灭，并立即报告有关部门或打 119 火警电话报警。

在实验中，万一衣服着火了，切勿奔跑，否则火借风势会越烧越烈，可就近找到灭火喷淋器或自来水龙头，用水冲淋使火熄灭。

### (三)割伤，烫伤和试剂灼伤处理

#### 1.割伤

遇到割伤时，如无特定的要求，应用水充分清洗伤口，并取出伤口中碎玻璃

或残留固体，用无菌的绷带或创口贴进行包扎、保护。大伤口应注意压紧伤口或主血管，进行止血，并急送医疗部门进行处理。

## 2. 烫伤

因火焰或因触及灼热物体所致的小范围的轻度烫伤、烧伤，可通过立即将受伤部位浸入冷水或冰水中约 5min 以减轻疼痛。重度的大范围的烫伤或烧伤应立即去医疗部门进行救治。

## 3. 化学试剂灼伤

对于不同的化学试剂灼伤，处理方法不一样。

(1)酸 立即用大量水冲洗，再用 3%—5% 碳酸氢钠溶液淋洗，最后水洗 10—15min。严重者将灼伤部位拭干包扎好，到医院治疗。

(2)碱 立即用大量水冲洗，再用 2%醋酸溶液 25%醋酸溶液或 1%硼酸溶液淋洗，以中和碱，最后再水洗 10—15min。

(3)有机物 用酒精擦洗可以除去大部分有机物。然后再用肥皂和温水洗涤即可。如果皮肤被酸等有机物灼伤，将灼伤处浸在水中至少 3h，然后请医生处置。

## 二、化学药品使用中注意的事项

易燃的有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)在室温时有较大的蒸气压，当空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时，遇有明火会即发生燃烧爆炸。而且有机溶剂蒸气都较空气的密度大，会沿着桌面或地面飘移至较远处，或沉积在低洼处。因此，在实验室中用剩的火柴梗切勿乱丢，以免引起火灾。也不要将易燃溶剂倒入废物缸中，更不能用开口容器盛放易燃溶剂。

## 三、废品的销毁

碎玻璃和其他锐角的废物不要丢入废纸篓或类似的盛器中，应该使用专门的废物箱。

不要把任何用剩的试剂倒回到试剂瓶中，因为其一会对试剂造成污染，影响其他人的实验；其二由于操作疏忽导致错误引入异物，有时会发生剧烈的化学反应甚至会引起爆炸。

危险的废品，如会放出毒气或能够自燃的废品(活性镍、磷、碱金属等)，决不能丢弃在废物箱或水槽中。不稳定的化学品和不溶于水或与水不混溶的溶液也禁止倒入下水道。应将它们分类集中后处理。对倒掉后能与水混溶，或能被水分

解或腐蚀性液体，必须用大量的水冲洗。

金属钾或钠的残渣应分批少量地加到大量的醇中予以分解(操作时须戴防护目镜)。**四、实验的预习、记录和报告**

在实验前，对所做的实验应充分做好预习工作。预习工作包括反应的原理，可能发生的副反应、反应机制、实验操作的原理和方法，产物提纯的原理和方法，注意事项及实验中可能出现的危险及处置办法，应给出详细的报告。同时还要了解反应中化学试剂的化学计量学用量，对化学试剂和溶剂的理化常数等要记录在案，以便查询。

做好实验记录和实验报告是每一个科研人员必备的基本素质。实验记录应记在专门的实验记录本上，实验记录应有连续的页码。所有观察到的现象、实验时间、原始数据、操作和后处理方法、步骤均应及时、准确、详细地记录在实验记录本上，并签名，以保证实验记录的完整性、连续性和原始性。

常见实验报告的格式

实验题目

实验人：            实验日期：            天气：            室温：

- 一、实验目的
- 二、反应原理（包括反应方程和可能发生的副反应）
- 三、化学试剂产地（含生产公司名称）、规格及用量
- 四、实验仪器及安装方法
- 五、实验操作及实验现象（详细记录）
- 六、收率计算
- 七、结果讨论和实验心得
- 八、思考题

## 实验一 苯妥英锌 (Phenytoin-Zn) 的合成

实验学时：6 学时

实验类型：验证性实验

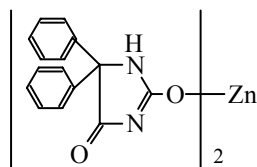
教学方式：集中授课，分小组实验

### 一、实验目的

1. 学习二苯羟乙酸重排反应机理。
2. 掌握用三氯化铁氧化的实验方法。

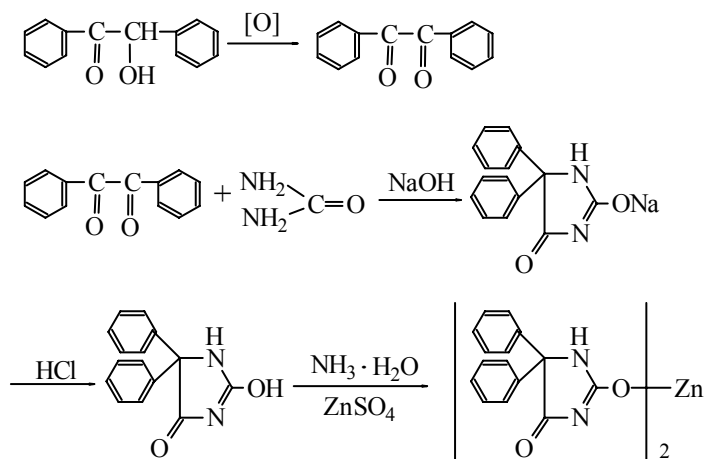
### 二、实验原理

苯妥英锌可作为抗癫痫药，用于治疗癫痫大发作，也可用于三叉神经痛。苯妥英锌化学名为 5,5-二苯基乙内酰脲锌，化学结构式为：



苯妥英锌为白色粉末，mp.222~227°C（分解），微溶于水，不溶于乙醇、氯仿、乙醚。

合成路线如下：



### 三、实验方法

#### (一) 联苯甲酰的制备

在装有球形冷凝器的 250 mL 圆底烧瓶中，依次加入  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  14 g，冰醋酸 15 mL，水 6 mL 及沸石一粒，在石棉网上直火加热沸腾

5 min。稍冷，加入安息香 2.5 g 及沸石一粒，加热回流 50 min。稍冷，加水 50 mL 及沸石一粒，再加热至沸腾后，将反应液倾入 250 mL 烧杯中，搅拌，放冷，析出黄色固体，抽滤。结晶用少量水洗，干燥，得粗品，测熔点，mp.88~90℃，计算收率。

#### (二) 苯妥英的制备

在装有球形冷凝器的 100 mL 圆底烧瓶中，依次加入联苯甲酰 2 g，尿素 0.7 g，20% 氢氧化钠 6 mL，50% 乙醇 10 mL 及沸石一粒，直火加热，回流反应 30 min，然后加入沸水 60 mL，活性炭 0.3 g，煮沸脱色 10 min，放冷过滤。滤液用 10% 盐酸调 pH 6，析出结晶，抽滤。结晶用少量水洗，干燥，得粗品，计算收率。

#### (三) 苯妥英锌的制备

将苯妥英 0.5 g 置于 50 mL 烧杯中，加入氨水 (15 mL  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  + 10 mL  $\text{H}_2\text{O}$ )，尽量使苯妥英溶解，如有不溶物抽滤除去。另取 0.3 g  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  加 3 mL 水溶解，然后加到苯妥英铵水溶液中，析出白色沉淀，抽滤，结晶用少量水洗，干燥，得苯妥英锌，称重，测分解点，计算收率。

### 四、思考题

1. 试述二苯羟乙酸重排的反应机理。
2. 为何不利用第二步反应中已生成的苯妥英钠，直接同硫酸锌反应制备苯妥英锌，而是把已生成的苯妥英钠制成苯妥英后，再与氨水和硫酸锌作用制备苯妥英锌？

### 附录

1. 制备联苯甲酰时，直火加热至中沸，通过测其熔点控制质量。
2. 苯妥英锌的分解点较高，测时应注意观察。

## 实验二 磺胺醋酰钠 (Sulfacetamide Sodium) 的合成

实验学时：6 学时

实验类型：验证性实验

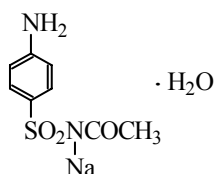
教学方式：集中授课，分小组实验

### 一、实验目的

1. 通过磺胺醋酰钠的合成，了解用控制 pH、温度等反应条件和纯化产品的方法。
2. 加深对磺胺类药物一般理化性质的认识。

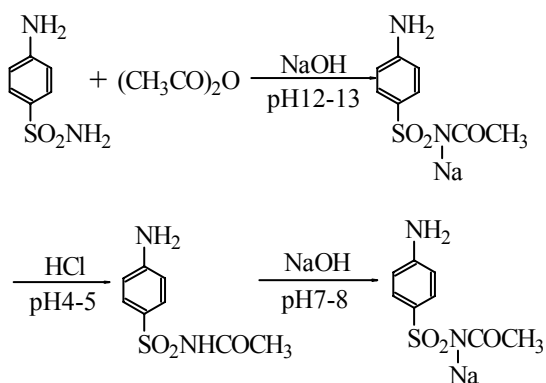
### 二、实验原理

磺胺醋酰钠用于治疗结膜炎、沙眼及其它眼部感染。磺胺醋酰钠化学名为 N-[4-氨基苯基]-磺酰基]-乙酰胺钠-水合物，化学结构式为：



磺胺醋酰钠为白色结晶性粉末；无臭味，微苦。易溶于水，微溶于乙醇、丙酮。

合成路线如下：



### 三、实验方法

#### (一) 磺胺醋酰的制备

在装有搅拌棒及温度计的 100 mL 三颈瓶中，加入磺胺 17.2 g，22.5% 氢氧化钠 22 mL，开动搅拌，于水浴上加热至 50℃ 左右。待磺胺溶解后，分次加入醋酐 13.6 mL，77% 氢氧化钠 12.5 mL（首先，加入醋酐 3.6 mL，77% 氢氧化钠 2.5 mL；随后，每

次间隔 5 min，将剩余的 77% 氢氧化钠和醋酐分 5 次交替加入)。加料期间反应温度维持在 50~55℃；加料完毕继续保持此温度反应 30 min。反应完毕，停止搅拌，将反应液倾入 250 mL 烧杯中，加水 20 mL 稀释，于冷水浴中用 36% 盐酸调至 pH 7，放置 30 min，并不时搅拌析出固体，抽滤除去。滤液用 36% 盐酸调至 pH 4~5，抽滤，得白色粉末。

用 3 倍量 (3 mL/g) 10% 盐酸溶解得到的白色粉末，不时搅拌，尽量使单乙酰物成盐酸盐溶解，抽滤除不溶物。滤液加少量活性炭室温脱色 10 min，抽滤。滤液用 40% 氢氧化钠调至 pH 5，析出磺胺醋酐，抽滤，压干。干燥，测熔点 (mp.179~184℃)。若产品不和格，可用热水 (1:5) 精制。

## (二) 磺胺醋酐钠的制备

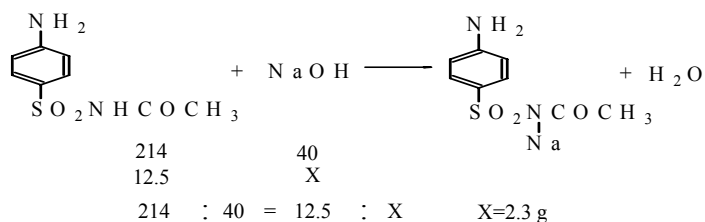
将磺胺醋酐置于 50 mL 烧杯中，于 90℃ 热水浴上滴加计算量的 20% 氢氧化钠至固体恰好溶解，放冷，析出结晶，抽滤 (用丙酮转移)，压干，干燥，计算收率。

## 四、思考题

1. 酰化液处理的过程中，pH 7 时析出的固体是什么？pH 5 时析出的固体是什么？10% 盐酸中的不溶物是什么？
2. 反应碱性过强其结果磺胺较多，磺胺醋酐次之，双乙酰物较少；碱性过弱其结果双乙酰物较多，磺胺醋酐次之，磺胺较少，为什么？

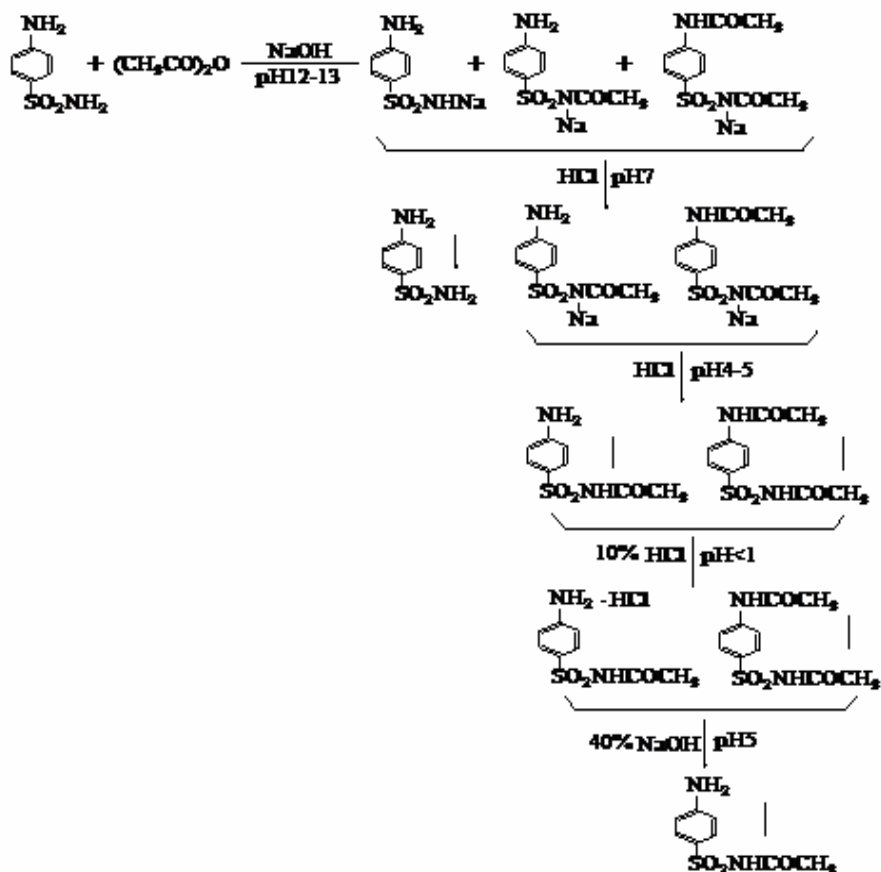
## 附录

1. 在反应过程中交替加料很重要，以使反应液始终保持一定的 pH 值 (pH 12~13)。
2. 将磺胺醋酐制成钠盐时，应严格控制 20% NaOH 溶液的用量，按计算量滴加。



由计算可知需 2.3 g NaOH，即滴加 20% NaOH 11.5 mL 便可。因磺胺醋酐钠水溶性大，由磺胺醋酐制备其钠盐时若 20% NaOH 的量多于计算量，则损失很大。必要时可加少量丙酮，以使磺胺醋酐钠析出。

3. 按实验步骤严格控制每步反应的 pH 值，以利于除去杂质。



### 实验三 苯佐卡因（Benzocaine）的合成

实验学时：12 学时

实验类型：验证性实验

教学方式：集中授课，分小组实验

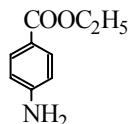
#### 一、实验目的

1. 通过苯佐卡因的合成，了解药物合成的基本过程。
2. 掌握苯环上氧化、酯化和还原反应的原理及基本操作。

#### 二、实验原理

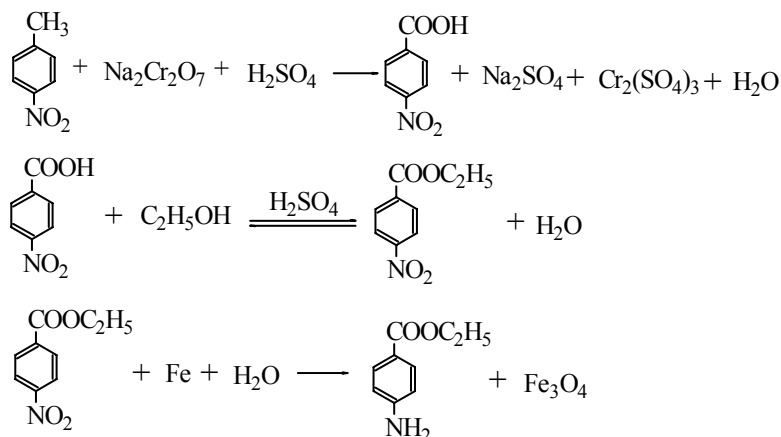
苯佐卡因为局部麻醉药，外用为撒布剂，用于手术后创伤止痛，溃疡痛，一般性痒等。苯佐卡因化学名为对氨基苯甲酸乙酯，化学结构式为：





苯佐卡因为白色结晶性粉末，味微苦而麻；mp.88~90℃；易溶于乙醇，极微溶于水。

合成路线如下：



### 三、实验方法

#### (一) 对硝基苯甲酸的制备（氧化）

在装有搅拌棒和球型冷凝器的 250 mL 三颈瓶中，加入重铬酸钠（含两个结晶水）23.6 g，水 50 mL，开动搅拌，待重铬酸钠溶解后，加入对硝基甲苯 8 g，用滴液漏斗滴加 32 mL 浓硫酸。滴加完毕，直火加热，保持反应液微沸 60-90 min（反应中，球型冷凝器中可能有白色针状的对硝基甲苯析出，可适当关小冷凝水，使其熔融）。冷却后，将反应液倾入 80 mL 冷水中，抽滤。残渣用 45 mL 水分三次洗涤。将滤渣转移到烧杯中，加入 5% 硫酸 35 mL，在沸水浴上加热 10 min，并不时搅拌，冷却后抽滤，滤渣溶于温热的 5% 氢氧化钠溶液 70 mL 中，在 50℃ 左右抽滤，滤液加入活性炭 0.5 g 脱色（5~10 min），趁热抽滤。冷却，在充分搅拌下，将滤液慢慢倒入 15% 硫酸 50 mL 中，抽滤，洗涤，干燥得本品，计算收率。

#### (二) 对硝基苯甲酸乙酯的制备（酯化）

在干燥的 100 mL 圆底瓶中加入对硝基苯甲酸 6 g，无水乙醇 24 mL，逐渐加入浓硫酸 2 mL，振摇使混合均匀，装上附有氯化钙干燥管的球型冷凝器，油浴加热回流 80 min（油浴温度控制在 100~120℃）；稍冷，将反应液倾入到 100 mL 水中，抽滤；滤渣移至乳钵中，研细，加入 5% 碳酸钠溶液 10 mL（由 0.5 g 碳酸钠和 10 mL 水配成），

研磨 5 min，测 pH 值（检查反应物是否呈碱性），抽滤，用少量水洗涤，干燥，计算收率。

### （三）对氨基苯甲酸乙酯的制备（还原）

A 法：在装有搅拌棒及球型冷凝器的 250 mL 三颈瓶中，加入 35 mL 水，2.5 mL 冰醋酸和已经处理过的铁粉 8.6 g，开动搅拌，加热至 95~98℃ 反应 5 min，稍冷，加入对硝基苯甲酸乙酯 6 g 和 95% 乙醇 35 mL，在激烈搅拌下，回流反应 90 min。稍冷，在搅拌下，分次加入温热的碳酸钠饱和溶液（由碳酸钠 3 g 和水 30 mL 配成），搅拌片刻，立即抽滤（布氏漏斗需预热），滤液冷却后析出结晶，抽滤，产品用稀乙醇洗涤，干燥得粗品。（采用）

B 法：在装有搅拌棒及球型冷凝器的 100 mL 三颈瓶中，加入水 25 mL，氯化铵 0.7 g，铁粉 4.3 g，直火加热至微沸，活化 5 min。稍冷，慢慢加入对硝基苯甲酸乙酯 5 g，充分激烈搅拌，回流反应 90 min。待反应液冷至 40℃ 左右，加入少量碳酸钠饱和溶液调至 pH 7~8，加入 30 mL 氯仿，搅拌 3~5 min，抽滤；用 10 mL 氯仿洗三颈瓶及滤渣，抽滤，合并滤液，倾入 100 mL 分液漏斗中，静置分层，弃去水层，氯仿层用 5% 盐酸 90 mL 分三次萃取，合并萃取液（氯仿回收），用 40% 氢氧化钠调至 pH 8，析出结晶，抽滤，得苯佐卡因粗品，计算收率。

### （四）精制

将粗品置于装有球形冷凝器的 100 mL 圆底瓶中，加入 10~15 倍 (mL/g) 50% 乙醇，在水浴上加热溶解。稍冷，加活性炭脱色（活性炭用量视粗品颜色而定），加热回流 20 min，趁热抽滤（布氏漏斗、抽滤瓶应预热）。将滤液趁热转移至烧杯中，自然冷却，待结晶完全析出后，抽滤，用少量 50% 乙醇洗涤两次，压干，干燥，测熔点，计算收率。

## 四、思考题

1. 氧化反应完毕，将对硝基苯甲酸从混合物中分离出来的原理是什么？
2. 酯化反应为什么需要无水操作？
3. 铁酸还原反应的机理是什么？

### 附录

1. 氧化反应一步在用 5% 氢氧化钠处理滤渣时，温度应保持在 50℃ 左右，若温度过低，对硝基苯甲酸钠会析出而被滤去。
2. 酯化反应须在无水条件下进行，如有水进入反应系统中，收率将降低。无水操

作的要点是：原料干燥无水；所用仪器、量具干燥无水；反应期间避免水进入反应瓶。

3. 对硝基苯甲酸乙酯及少量未反应的对硝基苯甲酸均溶于乙醇，但均不溶于水。反应完毕，将反应液倾入水中，乙醇的浓度降低，对硝基苯甲酸乙酯及对硝基苯甲酸便会析出。这种分离产物的方法称为稀释法。

4. 还原反应中，因铁粉比重大，沉于瓶底，必须将其搅拌起来，才能使反应顺利进行，故充分激烈搅拌是铁酸还原反应的重要因素。A 法中所用的铁粉需预处理，方法为：称取铁粉 10 g 置于烧杯中，加入 2% 盐酸 25 mL，在石棉网上加热至微沸，抽滤，水洗至 pH 5~6，烘干，备用。

## 实验四 香豆素—3—羧酸的合成

实验学时：6 学时

实验类型：验证性实验

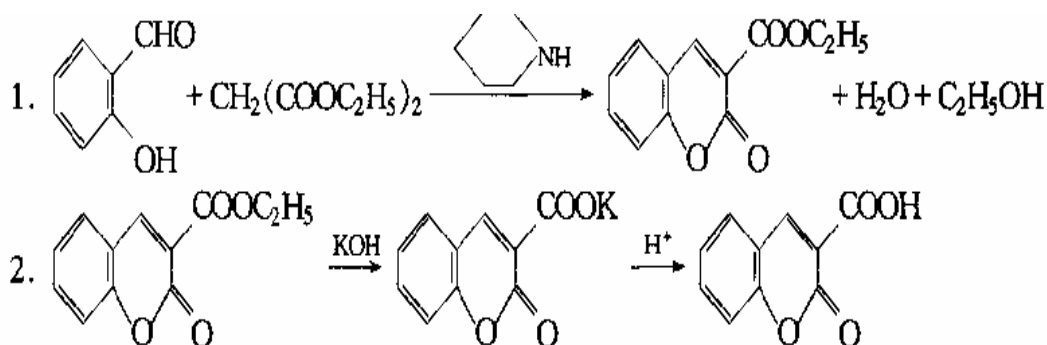
教学方式：集中授课，分小组实验

### 一、实验目的

1. 学习诺文葛耳(Knoevenagel)缩合反应；
2. 了解酯水解法制羧酸。
3. 了解天然产物结构修饰合成反应的特点

### 二、实验原理

水杨醛和丙二酸二乙酯在六氢吡啶存在下发生诺文葛耳缩合反应制得香豆素—3—羧酸酯，然后在碱性下水解成酸。



### 三、实验方法

#### (一) 香豆素—3—羧酸酯的制备

100ml 圆底烧瓶中加入 4.2ml(5g, 0.041mol)水杨醛和 6.8ml(0.045mol)丙二酸二乙酯和 25mL 无水乙醇和 0.5ml 六氢吡啶和 10 滴冰乙酸. 装上带有无水氯化钙干燥管的冷凝管。在水浴上回流搅拌 1. 5h, 稍冷后拿掉干燥管, 从冷凝管顶端加入约 30ml 冷水, 待结晶析出后抽滤并用 4ml 冰水浴冷却过的 50% 乙醇洗二次, 粗产品可用 25% 乙醇重结晶, 干燥后得产品约 4-5g 纯香豆素—3—羧酸乙酯的熔点为 93℃。

#### (二). 香豆素—3—羧酸的制备

在 10mL 圆底烧瓶中加入 4g 香豆素—3—羧酸乙酯, 3g 氢氧化钾, 20ml 乙醇和 10ml 水, 装上冷凝管加热回流约 15min。得到皂化产物。趁热将皂化产物加入到 100ml 浓盐酸和 50ml 水混合物, 立即有白色结晶析出。冰浴冷却后过滤, 用少量冰水洗涤滤饼, 抽干, 干燥, 粗产品约 2-3g。粗产品可用水重结晶。纯香豆素—3—羧酸熔点 190℃(分解)。

### 四、思考题

1. 试写出用水杨醛制备香豆素—3—羧酸的反应机理。
2. 按酸盐在酸化得羧酸沉淀析出的操作中应如何避免酸的损失, 如何提高酸的纯度。

### 附录

1、实验中除加入有机碱六氢吡啶外, 还加入少量冰乙酸。反应很可能是水杨醛与六氢吡啶在酸催化下形成亚胺基化合物, 然后再与丙二酸二乙酯的碳负离子发生反应。

2、用 50% 乙醇洗涤可减少酯在乙醇中的溶解。

## 选做实验 相转移催化方法合成苦杏仁酸 (Mandelic Acid)

实验学时：6 学时

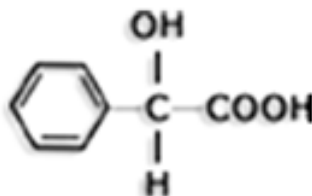
实验类型：验证性实验

教学方式：集中授课，分小组实验

### 一、实验目的

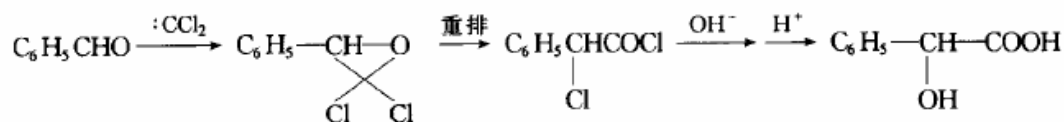
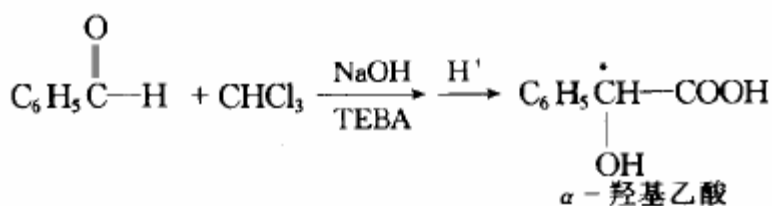
- 1、掌握相转移催化剂的制备方法。
- 2、掌握相转移催化反应的原理和方法。
- 3、了解相转移催化反应在药物合成中的应用

### 二、实验原理

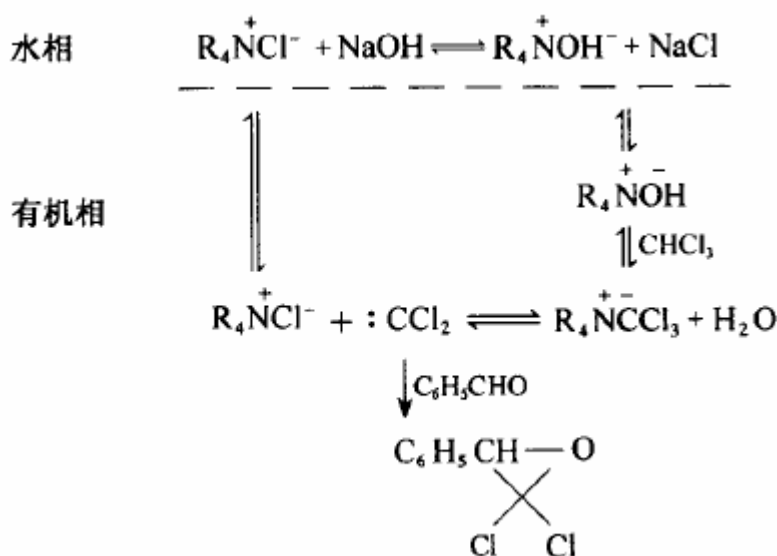


苦杏仁酸(Mandelic Acid)属于第一代果酸，分子量为 152.14，由于其化学结构式类似抗生素，对于大肠杆菌、链球菌、厌氧杆菌都有良好的抗菌效果，因此在早期苦杏仁酸主要被应用于治疗泌尿道感染的问题上。苦杏仁酸是目前唯一的亲脂性果酸，与皮肤的亲和力高，容易渗透角质层并深入皮肤发挥作用，不仅针对油性肤质和青春痘肤质能达到抗菌、改善阻塞等良好效果，对于日旋光性老化、尤其是黑色素沉着亦有明显之疗效。此外，其抗菌效果在国外亦被应用于美容雷射术后，以预防革兰氏阴性菌产生与色素沉淀等并发症。根据医学文献中的实验结果，以苦杏仁酸作为换肤材料可以有效解决青春痘的困扰，尤其是伴随产生的发炎性脓疱、丘疹等症状，通常在使用苦杏仁酸后都有明显的改善。同时，对于松弛、皱纹、日旋光性老化等皮肤问题，苦杏仁酸亦有不错的效果。值得注意的是，苦杏仁酸在面对一些黑色素问题，包括肤色不均、暗沉、黑斑、雀斑、发炎后色素沉淀等等，均有明显的疗效，这是其它果酸所无法达到的效果。

在本实验中主要通过二氯苯乙酮的水解反应获得，其机理如下：



TEBA 为其中氯化苄基三乙铵，作为相转移催化剂，其催化机理如下：



### 三、实验方法

#### (一) TEBA 的制备

在装有搅拌器、回流冷凝管的三颈烧瓶中，加入 5.5ml (6.4g, 0.05mol) 苄基氯，7ml (0.05mol) 三乙胺和 19ml 的 1, 2-二氯乙烷，回流搅拌 1.5h。将反应物冷却，析出结晶，抽滤，用少量二氯甲烷或无水乙醚洗涤，干燥后产量约 10g。季铵盐易吸潮，干燥后产品应置于干燥器中保存。

#### (二) 苦杏仁酸的制备

在 250ml 装有回流冷凝管，温度计和电动搅拌器的三口烧瓶中，加入 13.6ml (0.134mol) 的苯甲醛，1.4g TEBA 和 24ml 氯仿。开动搅拌，待水浴温度上升至 50-60 度时，加入自冷凝管口滴加 50% 氢氧化钠溶液 (26g 氢氧化钠溶解于 26ml 水中)，约

45 分钟到 1 小时滴加完成，然后，在剧烈搅拌下反应约一个小时，检查反应体系的 pH 值应为中性，如不为中性，则须延长反应时间，直至反应体系到达中性为止。

反应液倒入 280ml 水中稀释，用乙醚 30ml 萃取两次，乙醚倒入回收瓶中，然后用 50% 的硫酸酸化至 pH 为 1~2，用 60ml 的乙醚萃取两次，合并乙醚层，并用无水硫酸钠干燥，用减压蒸馏蒸干乙醚，可获得粗产物 12-14g。粗产物用甲苯—无水乙醇（8: 1）重结晶（每克粗产物加 3ml 溶剂），趁热抽滤，在室温下慢慢析出结晶，冷却后抽滤，并用少量石油醚洗涤以促使其干燥。产品为白色结晶，熔点为 118~119℃。

#### 四、思考题

- 1、为什么在第二步合成反应中需要剧烈搅拌。
- 2、在苦杏仁酸的合成中，两步乙醚萃取的步骤各有什么作用？
- 3、请你说出苦杏仁酸的反应过程中 pH 变化的趋势。

#### 附录

- 1、TEBA 的合成中，溶剂可能很快蒸干，留下的白色结晶就是。
- 2、TEBA 的合成中尽量避免接触水，合成完了以后放入干燥箱中保存。
- 3、TEBA 的合成中，结晶过程步骤很慢，要有耐心。
- 4、苦杏仁酸的合成过程中，加入碱后，温度会上升，要注意控制温度。
- 5、浓碱液腐蚀很强，要注意安全。

## 有机实验基本仪器

### 1. 有机基本仪器 (1) (磨口)



球形冷凝管



直形冷凝管



空气冷凝管



干燥管



接液管



真空接液管



蒸馏头



克氏蒸馏头



圆底烧瓶



三颈瓶 (三口瓶)



锥形瓶



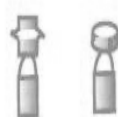
平底烧瓶



梨形瓶



14# 19# 大小接头



14# 19# 温度计套管



14# 19# 空心塞



# 有机实验基本仪器

## 2. 有机基本仪器 (2) (磨口)



恒压滴液漏斗



滴液漏斗



分水器



刺形分馏柱 (韦氏分馏柱)



蒸馏弯管



多尾接液管



脂肪提取器



分液漏斗



分液漏斗顶塞



蛇形冷凝管



霍氏漏斗

# 有机实验基本仪器

## 3. 有机基本仪器 (3) (非磨口)



B形管 (提勒管)



层析缸



布氏漏斗



抽滤瓶



平底烧瓶



圆底烧瓶



锥形瓶



烧杯



长短颈漏斗



蒸发皿



表面皿



干燥管



量筒



量杯

中南民族大学药学院化学生物学与药学实验教学中心

## 《药物分析实验讲义》

赵丹 王少兵 林亲雄 编写

适用专业： 药学专业  
药物制剂  
化学生物学专业

2012年9月

## 目 录

实验一 阿司匹林肠溶片的鉴别和含量测定 .....	159
实验二 异烟肼的杂质检查和异烟肼片的含量测定 .....	162
实验三 葡萄糖注射液的分析 .....	164
实验四 复方磺胺甲噁唑片的含量测定 .....	166
实验五 高效液相色谱法测定天麻药材的天麻素含量 .....	169

## 实验一：阿司匹林肠溶片的鉴别和含量测定

实验学时：6 学时

实验类型：验证性实验

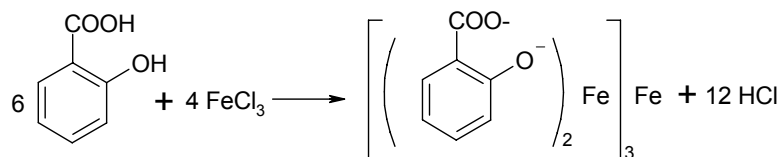
教学方式：集中授课，分小组实验

### 一、实验目的

1. 掌握水杨酸类药物的鉴别反应实验原理。
2. 掌握比色法检查阿司匹林片剂中游离水杨酸的实验原理。
3. 掌握两步滴定法测定阿司匹林片剂中药物含量的实验原理。

### 二、实验原理

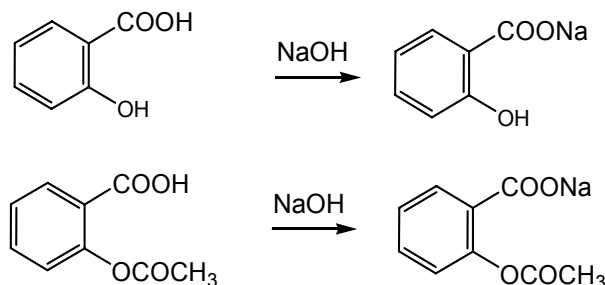
**1. 鉴别：**阿司匹林加热水解后导致游离水杨酸产生，水杨酸及其盐在中性或弱酸性条件下（pH 值 4.0-6.0），可以用三氯化铁溶液鉴别。



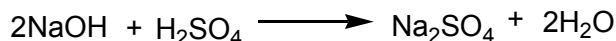
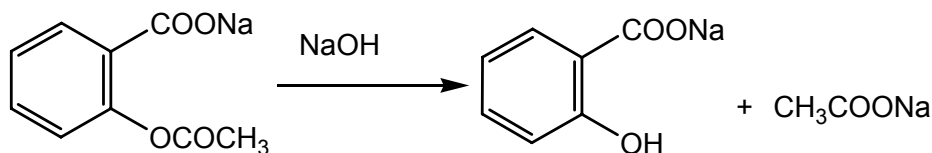
**2. 杂质检查：**游离水杨酸含有酚羟基，可与高铁盐反应显紫堇色，因此，将适量阿司匹林供试品溶液与一定量水杨酸对照品溶液生成的色泽对比，即可控制阿司匹林中游离水杨酸的含量（比色法）。

**3. 含量测定：**通过两步滴定法完成，由于阿司匹林中存在酸性的稳定剂，所以不能用氢氧化钠直接滴定，必须使用两步滴定法。

首先用氢氧化钠滴定液中中和制剂中其它的酸性物质和阿司匹林上游离的羧酸：



然后在加入过量的氢氧化钠滴定液，加热水解，氢氧化钠中和水解所产生的醋酸，然后用硫酸回滴，测得中和醋酸所消耗的氢氧化钠的量。该消耗量和阿司匹林的摩尔比为 1:1。



### 三、实验方法

#### 1. 鉴别

取本品的细粉适量（约相当于阿司匹林 0.1g），加水 10ml，煮沸，放冷，加三氯化铁试液 1 滴，即显紫堇色。

#### 2. 检查（游离水杨酸）

取本品 5 片，研细，用乙醇 30 ml 分次研磨，并移入 100 ml 量瓶中，充分振摇，用水稀释至刻度，摇匀，立即滤过，精密量取滤液 6 ml，置 50 ml 纳氏比色管中，用水稀释至 50 ml，立即加新制的稀硫酸铁铵溶液 3ml（硫酸铁铵溶液配置：取 1 mol/L 盐酸溶液 1ml，加硫酸铁铵指示液 2 ml 后再加水适量使成 100 ml），摇匀，30 秒钟内如显色，与对照液（精密量取 0.01% 水杨酸溶液 4.5 ml，加乙醇 3 ml，0.05% 酒石酸溶液 1 ml，用水稀释至 50 ml，再加上上述新制的稀硫酸铁铵溶液 3ml，摇匀）比较，不得更深(1.5%)。

#### 3. 含量测定

取本品 40 片，研细，用中性乙醇 70 ml，分数次研磨，并移入 100 ml 量瓶中，充分振摇，再用水适量洗涤研钵数次，洗液合并于 100 ml 量瓶中，再用水稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取滤液 10 ml（相当于阿司匹林 0.3 g），置锥形瓶中，加中性乙醇（对酚酞指示液显中性）20 ml，振摇，使阿司匹林溶解，加酚酞指示液 3 滴，滴加氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）至溶液显粉红色，再精密加氢氧化钠滴定液（0.1 mol/L）40 ml，置水浴上加热 15 分钟并时时振摇，迅速放冷至室温，用硫酸滴定液（0.05 mol/L）滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硫酸滴定液（0.05 mol/L）相当于 18.02 mg C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub>。

### 四、计算

片剂按标示量计算的百分含量定义是：

$$\text{标示量}(\%) = \frac{\text{每片药物量}}{\text{标示量}} \times 100\%$$

$$\text{标示量}(\%) = \frac{(V_0 - V) \cdot F \cdot T \cdot \bar{W}}{W \cdot \text{标示量}} \times 100\%$$

上式中， $V_0$ 和 $V$ 分别为空白试验和样品试验时消耗硫酸滴定液的体积（ml）， $F$ 为硫酸滴定液浓度（0.05mol/L）校正因数； $T$ 为氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）的滴定度； $W$ 为供试品片粉的称取量（g）， $\bar{W}$ 为平均片重（g），标示量为片剂“规格”项下的标示值（mg）。

## 五、实验结果与讨论

记录鉴别、检查和含量测定的结果，并对其讨论。

## 六、思考题

- 1) 请写出阿司匹林肠溶片含量测定中含量的计算公式。
- 2) 含量测定中为什么要在水浴上加热。

## 附录：滴定液的标定

**氢氧化钠滴定液(0.1mol/L):** 取在 105℃干燥至恒重的基准邻苯二甲酸氢钾约 0.6g, 精密称定, 加新沸过的冷水 50ml, 振摇, 使其尽量溶解; 加酚酞指示液 2 滴, 用本液滴定; 在接近终点时, 应使邻苯二甲酸氢钾完全溶解, 滴定至溶液显粉红色。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 20.42mg 的邻苯二甲酸氢钾。

**硫酸滴定液(0.05mol/L):** 取在 270~300℃干燥至恒重的基准无水碳酸钠约 0.25g, 精密称定, 加水 50ml 使溶解, 加甲基红—溴甲酚绿混合指示液 10 滴, 用本液滴定至溶液由绿色转变为紫红色时, 煮沸 2 分钟, 冷却至室温, 继续滴定至溶液由绿色变为暗紫色。1ml 硫酸滴定液(0.05mol/L)相当于 5.30mg 的无水碳酸钠。

## 实验二：异烟肼的杂质检查和异烟肼片的含量测定

实验学时：6 学时

实验类型：验证性实验

教学方式：集中授课，分小组实验

### 一、实验目的

1. 掌握薄层色谱检查杂质的实验原理和操作技能。
2. 掌握溴酸钾法测定异烟肼含量测定原理和操作方法。

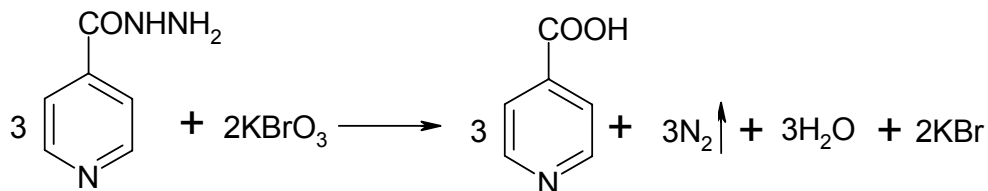
### 二、实验原理

#### 1. 游离肼的检查

异烟肼是一种不稳定的药物，可能会在制备时由原料引入游离肼，或在贮藏过程中降解产生游离肼，肼是一种诱变剂和致癌物质，因此应对其进行限量检查。本实验采用薄层色谱法检查，利用药物与杂质用异丙醇-丙酮（3 : 2）展开后，肼能与对二甲氨基苯甲醛反应生成棕显色，进行比较检查。

#### 2. 片剂的含量测定

异烟肼结构中的酰肼基团具有还原性，在强酸性介质中可与溴酸钾定量反应，反应式如下：



### 三、实验方法

#### 1. 异烟肼中游离肼杂质检查

取本品，加水制成 50 mg/ml 的异烟肼水溶液，作为供试品溶液。另取硫酸肼加水制成每 1 ml 中约含有 0.20 mg（相当于游离肼 50 μg）的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法，吸取供试品溶液 10 μl 和对照品溶液 2 μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以异丙醇-丙酮（3 : 2）为展开剂，展开，晾干，喷以乙醇制的对-二甲氨基苯甲醛试液，放置 15 分钟后检视。在供试品溶液主斑点前方与对照品溶液主斑点相应位置，不得显黄色斑点。



## 2. 异烟肼片的含量测定

取异烟肼片 20 片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于异烟肼 0.2 g），置于 100 ml 容量瓶中，加水适量，振摇使异烟肼溶解并稀释至刻度，摇匀，用干燥滤纸滤过，精密量取续滤液 25 ml，加水 50 ml，稀盐酸 20 ml 与甲基橙指示剂 1 滴，溴酸钾滴定液（0.01667mol/L）缓缓滴定（温度保持在 18~25℃）至粉红色消失，每 1 ml 溴酸钾滴定液（0.01667mol/L）相当于 3.429 mg 的 C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>O。滴定结果用空白实验校正。

中国药典（2010 版）规定，本品含异烟肼（C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>O）应为标示量的 95.0-105.0%。

## 四、计算

异烟肼片剂的标示量百分含量计算公式为：

$$\text{标示量}\% = \frac{F \cdot T \cdot \Delta V \cdot W_{\text{干燥}} \cdot \text{稀释倍数}}{W_{\text{g}} \cdot \text{标示量}} \times 100\%$$

上式中， $F$  为浓度校正因数，本实验中指溴酸钾滴定液（0.01667 mol/L）的浓度校正因数； $T$  为溴酸钾滴定液（0.01667 mol/L）对异烟肼的滴定度； $V$  为供试品消耗滴定液的校正体积数；标示量为片剂“规格”项下的标示值。

## 五、实验结果和讨论

- 1) 绘制薄层检查结果示意图，并进行讨论。
- 2) 计算标示量百分含量并进行讨论。

### 附注：

1. 乙醇制的对-二甲氨基苯甲醛试液的配制：取对-二甲氨基苯甲醛 1 g，加乙醇 9.0 ml 与盐酸 2.3 ml 使之溶解，再加乙醇至 100 ml，即得。
2. 溴酸钾滴定液(0.01667mol/L) 的配制：取溴酸钾 2.8g，加水溶解成 1000 ml，摇匀。
3. 溴酸钾滴定液（约 0.01667mol/L）的标定：精密量取本液 25 ml，置于碘瓶中，加入碘化钾 2.0 g 与稀硫酸 5ml，密塞，摇匀，暗处放置 5 分钟，加水 100 ml（18~25℃）然后用硫代硫酸钠滴定液（0.1 mol/L）滴定，临近终点时加入淀粉指示液 2 ml，继续滴定至蓝色消失，并将滴定的结果用空白实验校正，根据硫代硫酸钠滴定液消耗的体积计算本液的实际浓度。

$$C_{\text{溴酸钾}} = \frac{(V - V_0)}{6 \times V} C_{\text{硫代硫酸钠}}$$

### 实验三： 葡萄糖注射液的分析

实验学时： 6 学时

实验类型： 验证性实验

教学方式： 集中授课， 分小组实验

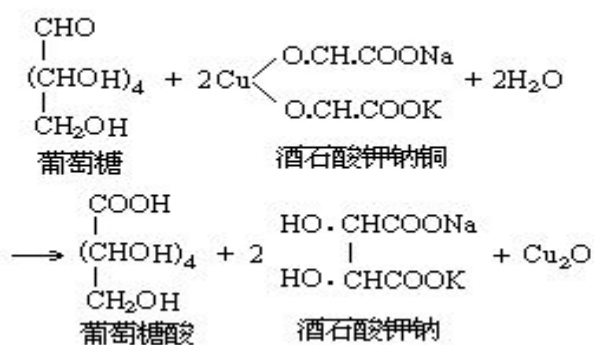
#### 一、 实验目的

- 1.掌握注射液性状， 杂质检查以及含量测定的方法。
- 2.掌握剩余碘量法测定含量的方法。

#### 二、 实验原理

##### 1. 鉴别（Fehling 反应）

葡萄糖分子中的醛基可以将 Fehling 试剂（碱性酒石酸铜试液）还原， 生成了氧化亚铜红色沉淀， 用于葡萄糖的定性鉴别。



##### 2. 含量测定（碘量法）

碘在碱性溶液中可将葡萄糖氧化成葡萄糖酸， 剩余的碘液用硫代硫酸钠滴定液滴定。 碘与 NaOH 作用可生成次碘酸钠(NaIO)， 葡萄糖(C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>)能定量地被次碘酸钠(NaIO)氧化成葡萄糖酸(C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>7</sub>)。 在酸性条件下， 未与葡萄糖作用的次碘酸钠可转变成碘(I<sub>2</sub>)析出， 因此只要用 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 标准溶液滴定析出的 I<sub>2</sub>， 便可计算出 C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub> 的含量。 其反应如下：

1. I<sub>2</sub> 与 NaOH 作用： I<sub>2</sub> + 2NaOH = NaIO + NaI + H<sub>2</sub>O
2. C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub> 和 NaIO 定量作用： C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub> + NaIO = C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>7</sub> + NaI
3. 总反应式： I<sub>2</sub> + C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub> + 2NaOH = C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>7</sub> + 2NaI + H<sub>2</sub>O
4. C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub> 作用完后， 剩下未作用的 NaIO 在碱性条件下发生歧化反应： 3NaIO = NaIO<sub>3</sub>

+2NaI

5. 在酸性条件下： $\text{NaIO}_3 + 5\text{NaI} + 3\text{H}_2\text{SO}_4 = 3\text{I}_2 + 3\text{Na}_2\text{SO}_4 + 3\text{H}_2\text{O}$

6. 析出过量的  $\text{I}_2$  可用标准  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  溶液滴定： $\text{I}_2 + 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6 + 2\text{NaI}$

### 三、实验方法

1. 鉴别：取本品缓缓滴入温热的碱性酒石酸铜试液中，即生成氧化亚铜的红色沉淀。

#### 2. 检查

(1) pH 值 应为 3.2~5.5。

(2) 5-羟甲基糠醛 精密量取本品适量（约相当于葡萄糖 1.0 g），置 100 ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，照分光光度法，在 284 nm 的波长处测定，吸收度不得大于 0.32。

#### 3. 含量测定（剩余碘量法）

精密量取本品适量 0.5 ml（约相当于葡萄糖 50 mg），置碘瓶中，加蒸馏水 10 ml，精密加入碘滴定液（0.05 mol/L）10 ml，分四次加入 0.1 mol/L 的氢氧化钠溶液 20 ml，每次 5 ml，每次加入时密塞振摇约 10 s，加完后密塞，暗处放置 10 min，加稀硫酸 2 ml，用硫代硫酸钠滴定液（0.1 mol/L）滴定至近终点（呈微黄色），加淀粉指示剂 1 ml，继续滴定至蓝色消失，并将滴定结果用空白试验校正。每 1 ml 碘滴定液（0.05 mol/L）相当于 9.908 mg 的葡萄糖（ $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）。

中国药典（2010 版）规定，本品为葡萄糖或无水葡萄糖的灭菌水溶液，含葡萄糖（ $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）应为标示量的 95.0~105.0%。

### 四、实验结果与讨论

记录各项实验结果，并针对实验结果和实验过程中的特殊现象进行讨论。

0.5 ml 的 10%葡萄糖注射液相当于 50 mg 的葡萄糖（ $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ），应消耗碘滴定液

（0.05 mol/L）体积为：
$$\frac{50 \text{ mg}}{9.908 \text{ mg/ml}} = 5.05 \text{ ml}$$

允许 5% 的误差，碘消耗体积应该为  $5.05 \text{ ml} \pm 5\%$ ，即为 4.80~5.30 ml。

### 五、思考题

1) 写出剩余碘量法的化学方程式。

附注：

1. 硫代硫酸钠滴定液（0.1 mol/L）取硫代硫酸钠约 26 g 与无水碳酸钠（ $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ）0.20g，

加新沸过的冷水适量定容成 1000 ml，摇匀，放置 1 个月后滤过。

2. 硫代硫酸钠滴定液(0.1 mol/L)标定 取在 120℃干燥至恒重的基准重铬酸钾 0.15g，精密称定，置碘量瓶中，加水 50ml 使溶解，加碘化钾 2g，轻轻振摇使溶解，加稀硫酸 40ml，摇匀，密塞，暗处放置 10 分钟，用水 250ml 稀释，用本液滴定至近终点时，加淀粉指示液 3ml，继续滴定至蓝色消失而显亮绿色，并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 的硫代硫酸钠滴定液 (0.1 mol/L) 相当于 4.903 mg 的重铬酸钾，根据本液的消耗量与重铬酸钾的取用量算出本液的浓度，即得。

## 实验四 复方磺胺甲噁唑片的含量测定

实验学时：6 学时

实验类型：验证性实验

教学方式：集中授课，分小组实验

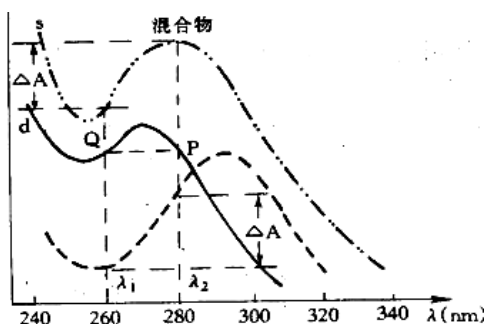
### 一、实验目的

1. 掌握双波长分光光度法的基本原理。
2. 掌握利用双波长分光光度法测定药物含量的操作方法。

### 二、实验原理

双波长分光光度法（又称等吸光度双波长消去法）：是在两个不同波长处测定供试品溶液和对照品溶液的吸光度，以两波长处吸光度的差值 ( $\Delta A$ ) 作为定量依据来测定药物含量的方法。

双波长的选定原则：一般选择待测组分的最大吸收波长作为测定波长 ( $\lambda_2$ )，选择参比波长 ( $\lambda_1$ ) 使干扰组分在  $\lambda_2$  和  $\lambda_1$  处具有相等吸光度，从而采用  $\Delta A$  计算消除干扰组分的影响。其示意图如下：



假设样品在  $\lambda_2$  和  $\lambda_1$  处的吸光度分别为  $A_2$  和  $A_1$ ，测定组分（以 X 表示）在  $\lambda_2$  和  $\lambda_1$  处的吸光度分别为  $A_2^X$  和  $A_1^X$ ；干扰组分（以 Y 表示）在  $\lambda_2$  和  $\lambda_1$  处的吸光度分别为  $A_2^Y$  和  $A_1^Y$ ：

$$\begin{aligned}\Delta A &= A_2 - A_1 \\ &= (A_2^X + A_2^Y) - (A_1^X + A_1^Y) \\ &= A_2^X - A_1^X = (E_2^X - E_1^X) \cdot C \cdot l \\ &= \Delta E \cdot C \cdot l\end{aligned}$$

在相同测定条件下， $\Delta E$  为一常数，因此  $\Delta A$  和浓度  $C$  有线性关系，因此可以用对照品比较法测定药物的含量。

### 三、实验方法

供试品溶液的制备：取本品 10 片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于磺胺甲噁唑 50mg 与甲氧苄啶 10mg），置 100ml 量瓶中，加乙醇适量，振摇 15 分钟使磺胺甲噁唑与甲氧苄啶溶解，加乙醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；

对照品溶液 A：精密称取干燥至恒重的磺胺甲噁唑 50mg，置于 100ml 量瓶中，加乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液 A。

对照品溶液 B：精密称取干燥至恒重的甲氧苄啶 10 mg，置于 100 ml 量瓶中，加乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液 B。

#### 磺胺甲噁唑的含量测定：

##### 1 供试品及对照品 A、B 测定液的配制：

精密量取供试品溶液和对照品溶液 A、B 各 2 ml，分别置于 100 ml 量瓶中，加 0.4%NaOH 溶液稀释至刻度，摇匀。同时配制空白参比溶液。

##### 2 磺胺甲噁唑含量测定参比波长的确定(磺胺甲噁唑的含量测定波长为 257nm)：

1) 基线描扫：设置描扫参数，描扫波长范围 200~320nm；描扫波长间隔 0.2 nm；对空白参比溶液进行基线描扫，扣除溶剂系统的光吸收。

2) 对照品 B(甲氧苄啶)测定液描扫：以上述设置的描扫参数对照品 B 测定液进行光吸收描扫，得到描扫曲线与各设定波长处的光吸收强度，在波长 304nm 附近找出与  $A_{257}$  光吸收强度相同（相差小于 5%）的测定参比波长，即  $\Delta A = A_{\text{测定}} - A_{\text{参比}} = 0$ 。

3 测定供试品、对照品 A 测定液在测定波长与参比波长处的光吸收强度：以上述设置的描扫参数对测定供试品、对照品 A 测定液进行描扫，得到两者在测定波长与参比波长处的光吸收强度。

#### 甲氧苄啶的含量测定：

1 供试品及对照品 A、B 测定液的配制：

精密量取供试品溶液和对照品溶液 A、B 各 5ml，分别置于 100 ml 量瓶中，加 HCl-KCl 溶液稀释至刻度，摇匀。同时配制空白参比溶液。

2 甲氧苄啶含量测定参比波长的确定(甲氧苄啶的含量测定波长为 239nm)：

1) 基线描扫：设置描扫参数，描扫波长范围 200~320nm；描扫波长间隔 0.2 nm；对空白参比溶液进行基线描扫，扣除溶剂系统的光吸收。

2) 对照品 A(磺胺甲噁唑)测定液描扫：以上述设置的描扫参数对照品 B 测定液进行光吸收描扫，得到描扫曲线与各设定波长处的光吸收强度，在波长 295nm 附近找出与  $A_{239}$  光吸收强度相同（相差小于 5%）的测定参比波长，即  $\Delta A = A_{\text{测定}} - A_{\text{参比}} = 0$ 。

3 测定供试品、对照品 B 测定液在测定波长与参比波长处的光吸收强度：

以上述设置的描扫参数对测定供试品、对照品 B 测定液进行描扫，得到两者在测定波长与参比波长处的光吸收强度。

#### 四、计算

采用测定  $\Delta A$  值，利用对照品对照法来进行含量计算： $\frac{\Delta A_{\text{对}}}{\Delta A_{\text{样}}} = \frac{C_{\text{对}}}{C_{\text{样}}}$ ；因为对照品

和供试品配置的体积相等，所以  $\frac{\Delta A_{\text{对}}}{\Delta A_{\text{样}}} = \frac{m_{\text{对}}}{m_{\text{样}}}$ ；药物每片测定的标示含量为：

$$\text{标示量}\% = \frac{\Delta A_{\text{样}} \cdot m_{\text{对}} \cdot \bar{W}}{\Delta A_{\text{对}} \cdot \bar{W}} / \text{每片标示量} * 100\%$$

#### 五、实验结果与讨论

- 1 测定原始数据；
- 2 磺胺甲噁唑标示量百分数的计算；
- 3 甲氧苄啶标示量百分数的计算；
- 4 对测定结果的讨论与分析；

附注：HCl-KCl 溶液配制：13.0 ml 0.2 mol/L HCl 与 25.0 ml 0.2 mol/L KCl 混合均匀后，加水稀释至 100 ml。

## 实验五 高效液相色谱法测定天麻药材的天麻素含量

**实验学时：**6 学时

**实验类型：**设计性实验

**教学方式：**集中授课，分小组设计实验

### 一、实验目的

1. 了解高效液相色谱仪的基本结构、工作原理和操作方法。
2. 熟悉样品制备对高效液相色谱法测定物质含量的影响。
3. 掌握高效液相色谱测定天麻素含量的定量方法（外标法）。

### 二、实验原理

高效液相色谱法是色谱法的一个重要分支，以液体为流动相，采用高压输液系统，将具有不同极性的单一溶剂或不同比例的混合溶剂、缓冲液等流动相泵入装有固定相的色谱柱。当试样随着流动相进入色谱柱中后，由于样品中的不同组分在色谱柱中的流动相和固定相间的分配系数不同，各组分在两相间经过反复多次的分配（吸附—脱附—放出），经过一定的柱长后，便彼此分离，先后从色谱柱上洗脱下来，离开色谱柱进入检测器，在记录器上描绘出各组分的色谱峰。

在确定的色谱条件下，特定物质成分在色谱柱上有固定的保留时间，即特定的出峰时间，并且在一定浓度范围内，特定物质成分的含量与其色谱峰面积成正比，通过测定特定物质成分与其标准品的色谱峰面积，便可计算出试样中特定物质成分的绝对含量。高效液相色谱法由于简便、准确、重现性好，在药典中广泛应用于药物含量测定。

本实验通过设计不同的天麻素提取方法，获得天麻药材天麻素含量测定的样品，再用药典采用的 HPLC 法测定各样品的天麻素含量，考察样品制备方法对天麻药材中天麻素含量测定的影响。

### 三、学生设计实验方案的要点与要求

实验设计不同提取溶剂与超声提取方法制备测试样品，考察溶剂与超声方法对天麻药材中天麻素含量测定的影响。实验过程中将学生分为不同的组别，每组采用不同的天麻素提取方法制备测定样品，再用中国药典的 HPLC 法进行麻素含量测定。使学

生明确样品制备方法与条件对 HPLC 法测定药材或药物中特定成分含量的影响，引导学生通过优化条件达到更好的测定效果，培养学生的科学思维能力与探索精神。

#### 四、实验方法

##### 1. 对照品溶液的制备：

将天麻素标准品在真空干燥箱中 80℃干燥 1h，精密称取天麻素对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 50μg 的溶液，即得。

##### 2. 供试品溶液的制备：

设计 1：采用稀乙醇作为提取溶剂制备供试品溶液(2010 版药典方法)：见附件。

设计 2：采用 60%甲醇作为提取溶剂制备供试品溶液：制备方法同药典方法，仅提取溶剂不同。

设计 3：取本品粉末(过三号筛，50 目)约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 25ml 密封，在 70℃温度条件下，分别用 400w 的功率超声提取 30min，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，滤过，精密量取续滤液 10ml，浓缩至近干，添加乙腈—水(3:97)混合溶液溶解，转移至 25ml 量瓶中。用乙腈—水(3:97)混合溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

设计 4：取本品粉末(过三号筛，50 目)约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 60%的甲醇 25ml 密封，在 70℃温度条件下，分别用 400w 的功率超声提取 30min，放冷，再称定重量，用 60%的甲醇补足减失的重量，滤过，精密量取续滤液 10ml，浓缩至近干，添加乙腈—水(3:97)混合溶液溶解，转移至 25ml 量瓶中。用乙腈—水(3:97)混合溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液即得。

##### 3. 天麻样品天麻素含量的测定：

2012 年药典方法：见附件。

#### 五、实验结果与讨论

- 1 列出测定数据，计算本小组供试药材天麻素的含量；
- 2 附上其它设计组的供试药材天麻素含量测定结果，进行比较分析；
- 3 附本小组天麻素含量测定的 HPLC 图谱；

#### 六、思考题

1. 简述高效液相色谱使用的注意事项。
2. 影响高效液相色谱法对药材中特定成分含量测定的主要因素有哪些？



**附件：2010 版中国药典天麻素含量测定方法：**

**【含量测定】**照《高效液相色谱法检验标准操作程序》测定。

色谱条件与系统适用性试验以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈—0.05%磷酸溶液(3 : 97)为流动相；检测波长为 220nm。理论板数按天麻素峰计算应不低于 5000。

对天麻素对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 50 $\mu$ g 天麻素的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品粉末(过三号筛, 50 目)约 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 50ml 称定重量，加热回流 3 小时，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10ml，浓缩至近干，渣加乙腈—水(3:97)混合溶液溶解，转移至 25ml 容量瓶中。用乙腈—水(3:97)混合溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法：分别精密吸取对照品溶液 10 $\mu$ l 与供试品溶液 5~10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含天麻素(C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>O<sub>7</sub>)不得少于 0.20%。

**稀乙醇：**无水乙醇 529ml 加到 1000 毫升水中即得。20℃时浓度 49.5-50.5%。