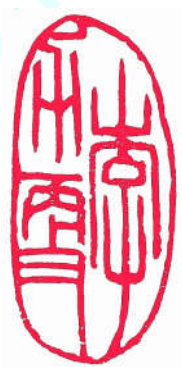

2018~2019 学年第二学期

河北医科大学药学院

2016 级药学专业本科学生实验课教学

天然药物化学实验课 备课教案/讲稿



天然药物化学教研室

2019 年 3 月

天然药物化学实验课教学 详细计划

2018-2019 学年第 2 学期 药学药剂专业本科 16 级 (2019 年 4~7 月)

实验题目	周次	具体实验内容	参考学时	指导教师
实验一	10	①清点仪器、大黄粉中蒽醌苷类的酸水解及干燥	6	霍长虹 (3 组) (周一上午、周四上午, 周五上午阴面实验室) 李力更 (3 组) (周一上午、周四上午, 周五上午, 阳面实验室) 张嫚丽 (3 组) (周一下午、周三下午, 周四下午, 阴面实验室) 吴一兵 (3 组) (周一下午、周三下午, 周四下午, 阳面实验室)
		②制备硅胶 TLC 板 2 块	1	
	11	①预浸泡水解干燥后的大黄粉(提前 1 天)	1	
		②蒽醌苷元的柱色谱分离	5	
		③蒽醌成分的定性检识	1	
实验二	12	芦丁的提取 (碱提酸沉法)	7	
	13	①芦丁的精制 (重结晶法)	6	
		②制备硅胶 TLC 板 2 块	1	
	14	①芦丁的水解 (槲皮素的制备)	3	
		②糖的纸色谱	3	
		③芦丁及槲皮素的 TLC 检识	1	
④预浸泡离子交换树脂		1		
实验三	15	①芦丁及槲皮素的 UV 测定、糖和黄酮类化合物的颜色反应	5	
		②离子交换树脂的活化	3	
		③粉碎苦参药材	1	
实验四	16	①预浸泡苦参药材 (提前 1 天)	1	
		②苦参生物碱的渗漉提取	3	
		③苦参生物碱的离子交换技术分离	4	
	17	①苦参生物碱的索氏技术提取	8	
		②制备硅胶 TLC 板 2 块	1	
	18	①苦参生物碱的精制 (重结晶法)	1	
		②苦参生物碱的 TLC 鉴定	1	
		③生物碱的定性检识	1	
		④清点仪器	1	
		⑤实验理论考核 (笔试)	1	
★实验考核		⑥实验技能考核 (操作)	3	
合计学时			70	

说明: 1. 2016 级学生共计 193 人, 分 6 个实验班; 每个实验班分 2 个组, 分别在 2 个实验室, 每个实验室平均约 18 名学生; 每 2 名学生为 1 个实验小组共用 1 套仪器。共分 12 个实验组。2. 实验地点: 药学院大楼九层西头第 1、2 实验室。3. 实验准备: 杜秀芳 (高级实验师)、师宁宁 (实验师)。

天然药物化学教研室 2019-1-23

一、实验室须知

天然药物化学实验中所用的药品多数是易燃、有毒、腐蚀性、挥发性、刺激性及易爆的药品，实验操作有时在加温加压等情况下进行，需要各种热源、电器或其它仪器，操作不慎易造成火灾、爆炸、中毒、触电等事故。所以应加强安全意识，提高警惕，消除隐患，遵守实验规则，避免事故。

1. 仪器药品都是国家财产，须节约爱护使用；公用物品用完后应立即放回原处。

2. 使用易燃、易挥发及有毒的有机溶剂时，尤其在回流、蒸馏、减压蒸馏等操作过程中，不能明火直接加热，要放沸石；若在加热时发现无沸石则应冷却后再加，防止液体爆沸冲出。减压系统应装有安全瓶。加液或移液时应停火或远离火源。起封易挥发溶剂瓶盖时，脸面要避开瓶口，慢慢启开，以防气体冲向脸部。

3. 接触有毒及强腐蚀药品应小心操作，操作后立即洗手。

4. 实验中，若涉及有毒或腐蚀性气体产生应在通风橱中进行操作，必要时可配戴防护用具。在进行易燃性有机溶剂实验时，一定要按照操作规程进行。不可将易挥发、易燃性有机溶剂倒入水槽，应按老师要求处理，有机废液应倒入废液瓶内。

5. 实验台上不得放无用的药品仪器。在实验时要保持水槽、仪器、桌面、地面清洁整齐。

6. 万一不慎着火，要沉着冷静积极抢救，立即切断室内电源和火源，用石棉布将着火部位盖严，使其断绝空气而熄灭；或视火势情况选用适当灭火器材进行灭火。在实验室宜使用二氧化碳灭火器。消防器材，如沙箱、石棉布、灭火器等应放在方便固定的地点，不能随意移动且处于备用状态。

二、学生须知

1. 第一次实验前须清点所有仪器，如有缺损向教师报告并填单补充。此后实验中如有损坏须立即向教师报告，填单补充并按学校规定比例赔偿。最后一次实验课结束后在教师监督下再次清点所有仪器。

2. 每次实验前要求预习实验内容，了解实验原理和操作过程。实验中随时做好记录，检查仪器装置正确后方可进行实验。实验完毕后认真总结，写好报告，提取纯化所得单体产物包好，交给老师。

3. 实验中不准做与实验无关的事情，严禁吸烟、饮食、大声喧哗，未经允许不得擅自离开，并应随时注意观察实验异常情况。

4. 实验结束后，应将实验室清扫干净，门、窗、水、电关好，经老师检查许可后方可离去。

学生实验总成绩评定标准

(2006 年制订)

学生实验总成绩根据以下七项内容综合评定，总分 30 分：

1. 学生课前预习情况 (1.5 分)；
2. 实验过程中的合理安排 (1.5 分)；
3. 实验中的科学素养 (3.0 分)；
4. 仪器的操作规范与熟练程度 (9.0 分)；
5. 实验记录、结果及实验报告 (9.0 分)；
6. 实验理论笔试 (3.0 分)；
7. 实验专项技能考核 (3.0 分)。

学生实验报告成绩打分标准 (参考)

每次实验报告成绩对应分值 (满分 9 分)：

A ⁺	8.5~9.0
A	8.0~8.4
A ⁻	7.5~7.9
B ⁺	7.0~7.4
B	6.5~6.9
B ⁻	6.0~6.4
C	< 6.0

最终实验报告成绩为四次报告成绩相加除以 4。

本科生天然药物化学实验成绩打分修正意见

(2018 年 7 月)

2006 年制订的本科学生天然药物化学实验成绩打分过程过于烦琐，现修改意见如下：

天然药物化学实验成绩占总成绩的 30%，即 30 分。目前学生完成的天然药物化学实验共 5 个(项)，建议每个(项)实验满分是 6 分，5 个(项)实验共计： $5 \times 6 = 30$ 。

每个(项)实验完成后上课教师给学生打分，根据以下 5 项内容综合评定：

1. 学生课前预习情况
2. 实验过程中的合理安排
3. 实验中的科学素养
4. 仪器的操作规范与熟练程度
5. 实验记录、结果及实验报告

附：学生实验项目

1. 实验一 大黄中蒽醌苷元的提取、分离及蒽醌类化合物的检识 (满分 6 分)
2. 实验二 芦丁的提取、精制，槲皮素的制备，黄酮类、糖化合物的检识 (满分 6 分)
3. 实验三 芦丁、槲皮素的紫外光谱测定 (满分 6 分)
4. 实验四 苦参生物碱的提取，生物碱的定性 (满分 6 分)
5. 实验五 实验理论笔试 (满分 3 分)，实验技能考核 (满分 3 分)

实验一 大黄中蒽醌苷元的提取、分离和蒽醌类化合物的检识

第 1 次课

- 1、简要自我介绍。
- 2、简要介绍实验室布局。
- 3、学生分组。2 人一组，共用一套仪器，做同一实验。实验内容、数据相同，但分别完成实验报告。
- 4、要求学生认真阅读实验讲义中“前言”、“实验室须知”、“学生须知”、实“验成绩评定标准”等事项。强调安全、科学素养、卫生值日。
- 5、讲解本实验的原理：“酸水解-有机溶剂萃取-硅胶柱色谱分离”。
- 6、实验具体步骤中做到酸水解大黄粉后，过滤，药材放在培养皿中自然干燥，并准备一个带塞的三角瓶（干燥）。
- 7、要求学生按照硅胶 TLC 操作规范制备硅胶 TLC 板。
- 8、要求学生预习下次实验内容及硅胶 TLC、硅胶柱色谱操作规范。

第 2 次课

- 1、点评上次学生实验情况。
- 2、讲解硅胶柱色谱操作注意事项。
- 3、讲解硅胶 TLC 操作注意事项。
- 4、提醒学生大黄粉中 5 个蒽醌类化合物的极性判断方法和顺序。
- 5、简要讲解蒽醌类与碱液反应（Borntrager 反应）、乙酸镁反应的化学原理。
- 6、本次实验报告书写要求。
- 7、要求学生预习下一题目实验内容。

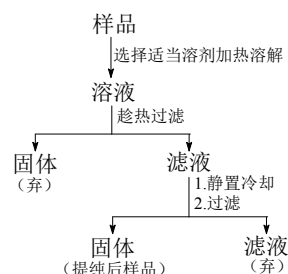
实验二 芦丁的提取、精制和槲皮素的制备；黄酮类、糖类化合物的检识反应

第 3 次课

- 1、点评上次题目实验，重点是科学素养以及实验报告的规范、格式、文字表达等。
- 2、简要讲解黄酮的基本定义和结构特点。
- 3、简要讲解从槐米中提取芦丁的原理。
原理：热稀碱水提取-提取液酸化-冷却-析出芦丁沉淀。
- 4、告知下次实验内容。
- 5、要求学生预习重结晶的原理及操作规范、薄层硅胶色谱板的制作及使用方法。

第 4 次课

- 1、点评上次实验情况。
- 2、讲解重结晶的原理及流程。



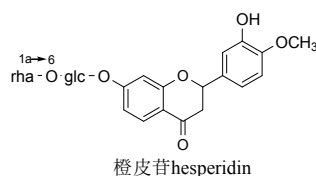
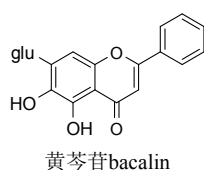
- 3、提问：重结晶所选用溶剂的原则？

原则：①与样品不发生化学反应；②样品在溶剂中热时溶解度大、冷时溶解度小；③不易挥发、无毒、易得、便宜等。

- 4、简要讲解硅胶薄层色谱板制作及使用注意事项。
- 5、要求学生预习径向（圆形）纸色谱操作规范。

第 5 次课

- 1、点评上次实验情况。
- 2、提（问）示苷类水解的几种常用方法：酸水解、碱水解、氧化裂解、酶解等。
- 3、简要讲解径向（圆形）纸色谱、硅胶 TLC、聚酰胺 TLC 操作规范及注意事项。
- 4、提示做定性实验时取放试剂时注意事项。
- 5、要求学生写本次实验报告及讲解书写要求。
- 6、要求学生预习下次实验内容以及有关黄酮的紫外知识。要求学生提前预习实验三的内容



- 7、预浸泡离子交换树脂。要求学生提前预习实验四的内容。

实验三 芦丁和槲皮素的紫外光谱测定

第 6 次课（注：此次实验为完成实验三，开始实验四的部分实验）

- 1、点评上次题目实验，科学素养以及实验报告的规范、格式、文字表达等。
- 2、简要讲解黄酮类化合物的共轭体系及带 I（300-400nm）、带 II（200-280nm）的 UV 吸收范围。

- 3、要求学生认真体会并记忆黄酮~UV 光谱变化与结构关系表。
- 4、学生 4 人一组做 UV 测定，其他学生在实验室进行黄酮的定性反应实验。
- 5、要求学生写本次实验报告及书写要求。
- 6、讲解 T6-紫外仪器使用注意事项。
- 7、要求学生预习下一题目实验内容。

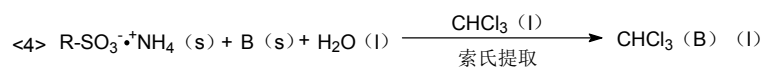
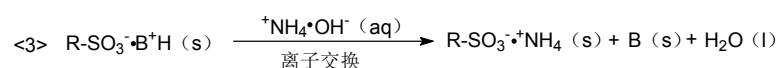
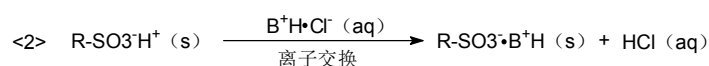
实验四 苦参生物碱的提取、分离及生物碱的检识反应

- 8、讲解离子交换技术操作及活化注意事项。本次实验主要是离子交换树脂的活化处理。
- 9、粉碎苦参药材，并要求在下周实验的前一天来实验室安装渗漉筒，浸泡药材。简要提醒安装渗漉筒的注意事项。配置稀盐酸：3.5ml 浓盐酸 + 1500ml 蒸馏水 \approx 0.1% 稀盐酸 1500ml
- 10、粉碎苦参药材，称量备用。

第 7 次课

0、实验的前一天来实验室安装渗漉筒，浸泡药材。

- 1、点评上次实验情况。
- 2、详细讲解酸水提取苦参根中生物总碱的化学原理。



- 3、讲解渗漉操作注意事项。
- 4、讲解离子交换操作注意事项。
- 5、提醒学生碘化铋钾显色反应跟踪检查生物的提取、交换情况。
- 6、要求学生预习下次实验及索氏提取技术操作规范。

第 8 次课

- 1、总结上周所做渗漉、离子交换实验的问题。

- 2、讲解索氏提取仪器的使用注意事项。特别提醒：仪器应无水、包树脂的滤纸不能漏、加沸石。仪器安装完后，必须经老师检查合格后才能添加提取溶剂。
- 3、强调浓缩用蒸馏仪器也要无水。
- 4、下周最后一次实验，提醒学生准备实验考核。

第9次课

- 1、点评上次实验情况。
- 2、提醒学生用冷丙酮做溶剂进行粗品苦参总碱的提纯精制即可。
- 3、生物碱的定性试管实验要注意规范取用试剂。
- 4、要求写本次实验报告。
- 5、安排实验考核注意事项及顺序。
- 6、对本学期天然药物化学实验简要总结，重点提示本课程实验中学到的几个新实验技术。
- 7、进行实验理论考核（笔试）和实验技能考核。

★ 实 验 考 核

1 目标要求

- 1.1 公正、合理地评价学生的实验水平。
- 1.2 对发现的问题进行重点指导及教学改进。

2 考核方式及内容

- 2.1 分为实验理论考核（笔试）和实验技能考核（实际操作）二项，要求学生独立完成。
- 2.2 实验理论考核（笔试）考核内容：有关天然药物化学实验基本理论等。
- 2.3 实验技能考核（实际操作）考核内容：天然药物化学实验所涉及实验仪器的规范操作等。
- 2.4 实验指导教师负责出题、监查、记录、打分等。

附：

T6 紫外可见分光光度计

紫外光谱测定快速操作指南

1、开机

- (1) 开启电脑主机；
- (2) 开启紫外仪器电源，提示“是否运行 PC 软件联机”界面；
- (3) 点击电脑显示屏图标“UVWin5 紫外软件 V5.1.0”进行联机并初始化(约需要 5min)；
- (4) 初始化结束后出现测定主界面菜单。

2、设置

- (1) 点击测定主界面菜单左上角“光谱扫描”进入光谱扫描界面；
- (2) 在“测量”菜单选项中的“参数设置”设置参数，参数包括：
“M 测量”选项中“光度方式”为“Abs”，显示范围：**0.00~1.00**，“扫描参数”中的“起点和终点”：**500~200nm**
- (3) 在“附件”菜单上选择光路“五连池”，光路选“池 1”，
- (4) 参数设置后，点“确定”。

3、测量

- (1) 将空白溶液石英皿置于光路池 1 中，盖上盖，【测量】菜单下【**基线校正**】；
- (2) 取出空白溶液，再光路池 1 上放进样品溶液石英皿，点击界面上边菜单中圆形绿色开始按钮，开始扫描；

4、数据处理与保存

【图形】菜单下选【**峰值检出**】即可显示峰谷的波长值。

5、关机

- (1) 关闭 UV Win5 紫外软件；
- (2) 关闭仪器主机电源；
- (3) 从样品池中取出所有比色皿，清洗干净以便下一次使用；
- (4) 关闭计算机电源。

天然药物化学 实验课 学生成绩记录表-1

学期_____ 年级_____ 专业_____ 班级_____ 指导教师_____

№	学号	姓名	实验一	实验二	实验三	实验四	考核成绩	总成绩
1								
2								
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9								
10								
11								
12								
13								
14								
15								
16								
17								
18								
19								
20								

天然药物化学 实验课 学生成绩记录表-2

学期_____ 年级_____ 专业_____ 班级_____ 指导教师_____

№	学号	姓名	实验一	实验二	实验三	实验四	考核成绩	总成绩
1								
2								
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9								
10								
11								
12								
13								
14								
15								
16								
17								
18								
19								
20								

天然药物化学 实验课 学生成绩记录表-3

学期_____ 年级_____ 专业_____ 班级_____ 指导教师_____

№	学号	姓名	实验一	实验二	实验三	实验四	考核成绩	总成绩
1								
2								
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9								
10								
11								
12								
13								
14								
15								
16								
17								
18								
19								
20								