

制药分离 工程实验

◉ ZHIYAO
FENLI GONGCHENG SHIYAN

主编 ◉ 李再新

制药分离工程实验

主 编 李再新

副主编 赵 海 罗容珍 张 智

西南交通大学出版社

· 成 都 ·

图书在版编目 (C I P) 数据

制药分离工程实验 / 李再新主编. —成都: 西南
交通大学出版社, 2016.6
ISBN 978-7-5643-4526-6

I. ①制… II. ①李… III. ①药物—化学成分—分离—实验—高等学校—教材 IV. ①TQ460.6-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 012232 号

制药分离工程实验

主编 李再新

责任编辑	牛 君
封面设计	何东琳设计工作室
出版发行	西南交通大学出版社 (四川省成都市二环路北一段 111 号 西南交通大学创新大厦 21 楼)
发行部电话	028-87600564 028-87600533
邮政编码	610031
网 址	http://www.xnjdcbs.com
印 刷	四川森林印务有限责任公司
成品尺寸	185 mm × 260 mm
印 张	9.75
字 数	241 千
版 次	2016 年 6 月第 1 版
印 次	2016 年 6 月第 1 次
书 号	ISBN 978-7-5643-4526-6
定 价	24.00 元

课件咨询电话: 028-87600533

图书如有印装质量问题 本社负责退换

版权所有 盗版必究 举报电话: 028-87600562

前 言

制药分离工程实验是制药工程专业重要的实验课程，也是制药分离工程理论课程的配套实验。制药分离工程可视为制药的下游加工过程，无论是化学合成、生物技术制备或中药提取而获得的上游原料药，都必须通过提取、浓缩、除杂和纯化等分离步骤才能实现药物的产品化。因此，制药分离工程是制药技术转化为生产力不可缺少的重要环节。

通过制药分离工程实验，可将课程理论与实践训练有机地结合起来，使学生能充分体会和理解分离工程在制药过程中的重要性和意义，理解药品质量及其控制与制药分离技术之间的关系，同时掌握制药分离工程的技术方法、操作技能等知识环节。

本教材根据教学大纲的要求，结合我校制药工程专业多年的教学实践，并吸取其他兄弟院校相关实验教学经验编写而成。本书共分两部分、五章，其中基础理论部分包括两章，实验部分按照药物的来源又分为化学制药分离工程实验、生物制药分离工程实验和中药制药分离工程实验三章，共收录实验 47 个。书中编写的实验比实际教学课时能完成的实验多，因各专业方向、各校的情况不同，这样做的目的是使本书可选用范围更宽，选用本书的院校可根据实际情况选择相应的实验进行教学。

本书编者由多年从事制药工程理论教学和实验教学的老师组成。由李再新任主编，其他编者包括赵海、罗容珍、张智、江海霞等。各位编者在编写和修订过程中付出了辛勤的劳动，在此一并表示感谢！本书的出版得到了四川理工学院教材出版项目的资助，在此表示衷心的感谢！

由于编写时间、编者水平有限，书中存在的错误和疏漏之处恳请专家和读者批评指正。

编 者

2015 年 10 月

目 录

第一部分 基础理论

第一章 绪 论	3
第二章 制药分离工程实验基本知识	5
第一节 制药分离过程的基本原理	5
第二节 实验室安全防护	11

第二部分 实验部分

第三章 化学制药分离工程实验	15
实验 1 从茶叶中提取咖啡碱	15
实验 2 苯甲酸的萃取分离	17
实验 3 超临界二氧化碳流体萃取植物油	19
实验 4 双水相萃取技术—双水相系统制备	22
实验 5 重结晶及过滤	24
实验 6 简单蒸馏及分馏	27
实验 7 膜分离	31
实验 8 吸附实验	37
实验 9 薄层色谱法分离复方新诺明中 SMZ 及 TMP	40
实验 10 葡萄糖酸锌的制备	42
实验 11 快速柱色谱	44
实验 12 离子交换及交换容量的测定	46
实验 13 丙戊酸钠的合成及产物的分离 (设计性实验)	48
实验 14 阿司匹林合成过程中间体及产物的分离 (设计性实验)	49
第四章 生物制药分离工程实验	50
实验 1 猪胰蛋白酶的纯化及其活性测定	50
实验 2 胰弹性蛋白酶的制备及活力测定	54
实验 3 壳聚糖-戊二醛交联吸附法固定胰蛋白酶	57
实验 4 亲和层析法制取胰蛋白酶抑制剂	61
实验 5 SDS-PAGE 蛋白质电泳和蛋白质印迹检测	65
实验 6 碱裂解法制备质粒 DNA	69

实验 7	基因工程菌感受态细胞的制备、DNA 片段连接及转化	74
实验 8	重组克隆的筛选、PCR 鉴定与琼脂糖凝胶电泳检测	77
实验 9	重组蛋白类药物的表达、制备及分析 (设计性实验)	80
实验 10	水稀释-盐析法制备鸡免疫球蛋白 (卵黄抗体, IgY)	85
实验 11	酸醇提取法制备猪胰岛素	88
实验 12	超滤法制备胸腺肽	91
实验 13	细胞培养技术实验	93
实验 14	氯化血红素的制备及含量测定	96
实验 15	维生素 B ₂ (核黄素) 的制备	98
实验 16	银耳多糖的制备及分析	100
第五章	中药制药分离工程实验	103
实验 1	浸渍法提取盐酸小檗碱	103
实验 2	连续回流法提取白芷中的香豆素	105
实验 3	pH 梯度萃取分离大黄中蒽醌类成分	107
实验 4	水蒸气蒸馏法提取八角茴香油	110
实验 5	大黄中蒽醌类化合物的超临界 CO ₂ 萃取及鉴别	113
实验 6	有机溶剂沉淀法制备大豆脲酶	116
实验 7	离子交换法分离纯化苦参生物碱	118
实验 8	薄层色谱法分离辣椒红色素	120
实验 9	大孔树脂柱色谱分离纯化白头翁皂苷	123
实验 10	柱层析法对色素的提取与分离	125
实验 11	大枣中多糖的提取分离	127
实验 12	槐花米中芸香苷的提取及槲皮素的制备与检识	129
实验 13	薯蓣皂苷元的提取精制	132
实验 14	果胶的提取分离及精制	135
实验 15	黄连中小檗碱的提取和鉴定 (设计性实验)	137
实验 16	茶叶中茶多酚的提取 (设计性实验)	139
实验 17	不同方法分离纯化山楂提取物中总黄酮 (设计性实验)	140
附 录		142
附录 A	化学试剂的种类和分级	142
附录 B	常用有机溶剂的物理常数	143
附录 C	常用缓冲溶液的配制	145
参考文献		150

第一部分

基础理论

第一章 绪论

一、本教材的编写目的

制药分离工程是制药工程的专业基础，其主要内容是研究药物的提取、分离与纯化的理论与技术。现代药物包括了化学合成药物、生物工程药物、中药及天然药物，所以制药分离工程实验教材既涉及化学药物、生物药物领域，也涉及中药、天然药物领域，集成了这三个领域制药分离的原理与技术。制药分离工程实验教材编写的目的，是通过实验培养学生良好的专业素养，启发其创新思维，同时也是训练学生动手实践能力的重要环节。

二、本教材的主要内容

1. 教材内容的选择

结合制药分离工程实验的各种重要的基础知识和基本操作技能，选择较成熟的、在基本操作和过程类型等方面具有代表性的实验，如萃取分离、沉淀分离、吸附及色谱分离纯化，生物工程药物和天然药物的提取、分离纯化等实验。

2. 教材内容的分布

将化学合成药物、生物工程药物、中药及天然药物相关实验有机地结合，并将制药分离原理及技术与具体实验相结合。如涉及萃取分离原理的实验，既有生物工程药物和天然药物的液-液萃取，也有化学合成药物的固-液萃取纯化等实验。

3. 教材内容的布局

根据实验原理及操作的不同，每一部分的实验分别选取了一般验证性实验、综合性实验和设计性实验三种类型。一般验证性实验作为基本实验，使学生掌握制药分离工程实验的基本操作和原理；综合性实验作为提高实验，使学生能够综合运用已学的理论知识解决较为复杂的实践问题；设计性实验主要鼓励学生独立思考、大胆创新，培养其独立解决问题的能力。

三、教材特色

(1) 制药分离工程实验是制药工程专业实践教学的重要环节。本书面向制药工程专业学生，作为制药工程专业实验平台建设的配套教材，填补了该方面的空白。

(2) 本教材内容选择依据实验教学和实验室平台建设的特点，以综合实验技能和制药分离理论为中心，从化学合成药物、生物工程药物、中药及天然药物三个领域选择实验，并将

三者有机结合，既保留了制药分离工程的学科特色，又注重学科专业方向的交叉。

(3) 本实验教材重基础与技能、兼顾综合与创新设计，建立了多层次的实验课程内容，即一般验证性实验、综合性实验和设计性实验。这样多层次的实验安排，既有利于培养学生的基本实验操作能力，帮助其建立扎实的理论基础，又可以对学生进行综合能力的培养，同时还有利于对学生创新能力、独立思考能力的培养。

(4) 本教材内容涉及不同的实验方法、实验技术以及相关仪器、设备的应用，有利于学生全面了解和掌握各种制药分离技术以及相关仪器、设备的特点。同时本教材内容及实验项目的选择注重突出工程背景，注重能力的培养，理论联系实际，符合制药工程专业人才培养的需要。

(5) 本教材作为学生实验配套教材，不仅完善了制药工程专业及制药分离工程学科的课程体系，同时还可以作为教师、制药及相关企业员工的辅助资料使用。

第二章 制药分离工程实验基本知识

第一节 制药分离过程的基本原理

一、固-液萃取（浸取）

萃取是分离液体（固体）混合物的一种单元操作，是利用原料中不同组分在溶剂中溶解度的差异，选择一种或多种溶剂作为萃取剂，用来溶解原料混合物中待分离的组分，其余组分则不溶或少溶于萃取剂中，这样在萃取操作中原料混合物中待分离的组分从一相转移到另外一相中，从而使原料被分离。因此，萃取属于传质过程。

当以液态溶剂为萃取剂，而被处理的原料为固体时，则称此操作为固-液萃取，又称浸取或浸出。药材的浸取过程一般认为由湿润、渗透、解析、溶解及扩散、置换等几个相互联系的作用综合组成。药材中有效成分一般存在于细胞内，故在浸提过程中，溶剂首先通过湿润与渗透进入药材组织中，溶解有效成分。提取剂溶解有效成分后，形成的浓溶液具有较高的渗透压，从而形成扩散点，其溶解的成分将不停向周围扩散以平衡其渗透压，形成传质推动力，这样有效成分从高浓度地方向低浓度地方扩散，呈现传质现象。

常见的浸取方法包括浸渍法、煎煮法、渗漉法、回流法和水蒸气蒸馏法等，可根据药材成分及浸取溶剂等的性质加以选择。

二、液-液萃取

当萃取过程以液态溶剂为萃取剂，同时被处理的原料混合物也为液体时，则称此操作为液-液萃取，也常称有机溶剂萃取。液-液萃取是化工和冶金工业常用的分离提取技术，在医药工业中应用也很广泛。液-液萃取过程中常用有机溶剂作为萃取剂，溶剂萃取是通过溶质在两个液相之间的溶解度不同而实现的。

液-液萃取是分离均相液体混合物的单元操作之一。利用液体混合物中各组分在某溶剂中溶解度的差异，从而达到使混合物分离的目的。所选用溶剂称为萃取剂（S），混合液中被分离出的组分称为溶质（A），原混合液中与萃取剂不互溶或仅部分互溶的组分称为原溶剂（B）。操作完成后所获得的以萃取剂为主的溶液称为萃取相（E），而以原溶剂为主的溶液称为萃余相（R）。除去萃取相中的萃取剂后得到的液体称为萃取液（E'），同样，除去萃余相中的溶剂后得到的液体称为萃余液（R'）。可见，萃取操作包括下列步骤：① 原料液（A+B）与萃取剂（S）混合接触；② 萃取相（E）与萃余相（R）分离；③ 从两相中分别回收溶剂而得到产品 E'、R'。

在溶剂萃取中，萃取剂与溶质之间如果通过发生化学反应生成复合分子而实现溶质向萃取相的分配，则称为化学萃取。萃取过程大多数为物理传质过程，少量伴有化学反应。

工业萃取操作有单级萃取和多级萃取两种方式，多级萃取又可分为多级错流萃取和多级逆流萃取。多级错流萃取是将原料液依次通过各级，新鲜溶剂分别加入各级的混合槽中，萃取相和最后一级的萃余相分别进入溶剂回收设备。错流萃取每级均加新鲜溶剂，故溶剂消耗量大，得到的萃取液中产物平均浓度较低，但萃取较完全。多级逆流萃取则是原料液走向和萃取剂走向相反，只在最后一级中加入萃取剂。与多级错流萃取相比，逆流萃取消耗的萃取剂少，萃取液中产物平均浓度高，产物回收率较高。因此，工业上多采用多级逆流萃取流程。

三、超临界流体萃取

超临界流体 (Supercritical Fluid, SCF) 是指状态超过气液共存时的最高压力和最高温度下物质特有的临界点后的流体。超临界流体是物质介于气体和液体之间的一种特殊的聚集状态。稳定的纯物质几乎都存在超临界状态。超临界流体在密度上接近液体，因此，对固体、液体的溶解度也与液体接近，密度越大，相应的溶解能力也越强；同时，超临界流体在黏度上接近气体，扩散系数比液体大 100 倍，因此渗透性极佳，能够更快地完成传质过程而达到平衡，从而实现高效分离。而超临界萃取 (Supercritical Fluid Extraction, SFE) 就是利用流体在临界点附近所具有的特殊溶解性能而进行的一种萃取分离过程。

超临界流体萃取的特点：

(1) 由于超临界流体的溶解能力随着其密度的增加而提高，因此，通过改变超临界流体的密度，就可以实现待分离组分的萃取与分离。

(2) 在接近临界点处只要温度和压力有微小的变化，超临界流体的密度和溶解度都会有较大变化。

(3) 萃取过程完成后，超临界流体由于状态的改变，很容易从待分离成分中较彻底地脱离，不对产品造成污染。

(4) 超临界流体萃取技术所选用的萃取剂，其临界温度温和并且化学稳定性好，无腐蚀性，因此特别适用于提取热敏性或易氧化的成分。

(5) 溶剂循环密封使用，避免了对外界的污染，环境友好。

(6) 超临界流体萃取需在相应的高压设备中完成，对设备要求高。

所选的超临界流体必须满足如下条件：一是具有良好的溶解性能；二是具有良好的选择性。具体要求：

(1) 作为超临界流体萃取剂，应该化学稳定性好，无毒、无腐蚀，不易燃、不易爆。

(2) 超临界流体的操作温度尽量接近常温，从而节约能源，操作温度低于待分离成分的分解温度。

(3) 超临界流体的操作压力尽可能低，以降低动力消耗。

(4) 对于待分离组分要有较高的选择性和较高的溶解度。

(5) 来源广泛、价格便宜。

(6) 尽量选用环境友好型溶剂。

四、双水相萃取技术

双水相体系是指某些高聚物之间或高聚物与无机盐之间，在水中以适当的浓度溶解后形成的互不相溶的两相或多相水相体系。高聚物-高聚物-水体系的形成主要依靠高聚物之间的不容性，即高聚物分子的空间阻碍作用，促使其分相；高聚物-盐-水体系一般认为是盐析作用的结果。双水相萃取与水-有机相萃取的原理相似，都是依据物质在两相间的选择性分配，但萃取体系的性质不同。当物质进入双水相体系后，由于表面性质、电荷作用和各种力（如憎水键、氢键和离子键等）的存在和环境因素的影响，其在上、下相中的浓度不同。分配系数 K 等于物质在两相中的浓度比，由于各种物质的 K 值不同，可利用双水相萃取体系对物质进行分离。

双水相体系萃取具有如下特点：

(1) 含水量高（70%~90%），在接近生理环境的温度和体系中进行萃取，不会引起生物活性物质失活或变性。

(2) 分相时间短，自然分相时间一般为 5~15 min。

(3) 界面张力小（ $10^{-7} \sim 10^{-4}$ mN/m），有助于强化不同相之间的质量传递。

(4) 不存在有机溶剂残留问题。

(5) 大量杂质能与所有固体物质一同除去，使分离过程更经济。

(6) 易于工程放大和连续操作。

由于双水相萃取具有上述优点，因此，被广泛用于生物化学、细胞生物学和生物化工等领域的产品分离和提取。

五、非均相分离

物系内部有隔开两相的界面存在且界面两侧的物质性质截然不同的混合物称为非均相物系。非均相物系的分离方法常用的有过滤和沉降。由于分散相和分散介质的密度不同，分散相粒子在力场（重力场或离心力场）作用下发生定向运动。沉降的结果是使分散体系发生相分离，可利用悬浮在流体（气体或液体）中的固体颗粒下沉而与流体分离。利用悬浮的固体颗粒本身的重力而获得分离的称为重力沉降（Gravitational Settling）。利用悬浮的固体颗粒的离心力作用而获得分离的称为离心沉降（Centrifugal Settling）。

过滤是最常用的固液分离方法，是利用重力或人为造成的压差使悬浮液通过某种多孔性过滤介质，将悬浮液中的固、液两相有效地加以分离的过程。其本质上是流体流过固体颗粒床层的流动。其过程推动力为压差，在压差的作用下，悬浮液中的液体穿过滤介质的过滤介质，得到滤液，而悬浮液中的固体颗粒则被截留于过滤介质（滤布）上，逐渐形成滤饼，从而使固体颗粒与滤液分离。

在过滤操作过程中，随着饼层的形成，清液在同固体颗粒分离时，将受到过滤介质、滤饼层性质等多种因素的影响。一般来讲，过滤速度由过滤压差及过滤阻力决定，而过滤阻力则由滤布阻力和滤饼阻力两部分组成。这其中固体颗粒对流动提供了很大的阻力，一方面使流体沿床截面的速度分布均匀；另一方面又造成了很大的压降，后者是工程技术人员感兴趣的。过滤过程的特点：流体通过过滤介质和滤饼空隙的流动是流体经过固定床流动的一种具

体情况。因流体通过颗粒层的流动多为爬流状态，故单位体积床内层所具有的颗粒表面积对流动阻力起决定性的作用。

六、蒸馏技术

蒸馏是利用各组分的挥发度（沸点）不同而分离均相液体混合物的一种广泛应用的技术。蒸馏分为简单蒸馏、精馏、特殊精馏三种。简单蒸馏就是在蒸馏釜中装入一定量的混合液，在一定压力下，利用间接饱和水蒸气加热到沸腾，使混合液中的易挥发组分得以部分汽化的过程。简单蒸馏只能使混合液部分分离，在工业生产中一般用于混合液的初步分离、粗分离或用来除去混合液中不挥发的物质。若要求得到高纯度的产品，则必须进行精馏操作，利用液体混合物在一定压力下各组分挥发度不同的性质，在塔内经过多次部分汽化与多次部分冷凝，使各组分得以完全分离。

用普通精馏方法还无法分离或难以分离的混合物可考虑采用特殊精馏。特殊精馏方法包括恒沸精馏和萃取精馏。恒沸精馏是在被分离的恒沸液中加入第三组分，该组分与原料液中的一个或两个组分形成新的恒沸液，从而使原混合液能够通过一般精馏方法进行分离。萃取精馏是在被分离的混合液中加入第三组分萃取剂，使之与混合液中的某一组分形成沸点较高的溶液，从而加大被分离组分间的相对挥发度，使混合液易于用一般精馏方法分离。除特殊精馏外，一些较新型的精馏技术，如分子精馏、真空精馏等的应用也在不断地深入和扩大。

七、膜分离

膜分离技术，是借助于一定孔径的薄膜，将不同大小、不同形状和不同特性的物质颗粒或分子进行分离、提纯或浓缩的新型分离技术。它已被公认为 21 世纪极具发展前途的生产技术，也是世界各国研究的热点。除了制药行业，膜分离还广泛应用于生物工程、化学、饮料、海水淡化、资源再生等领域。

常规的膜分离是采用天然或人工合成的选择性透过膜作为分离介质，在浓度差、压力差或电位差等推动力的作用下，原料中的溶质或溶剂选择性地透过膜而进行分离、分级、提纯或富集。通常原料一侧称为膜上游，透过一侧称为膜下游。膜分离法可以用于液-固（液体中的超细微粒）分离、液-液分离、气-气分离以及膜反应分离耦合和集成分离技术等方面。其中液-液分离包括水溶液体系、非水溶液体系、水溶胶体系以及含有微粒的液相体系的分离。不同的膜分离过程所使用的膜不同，而相应的推动力也不同。目前已经工业化的膜分离过程包括微滤（MF）、反渗透（RO）、纳滤（NF）、超滤（UF）、渗析（D）、电渗析（ED）、气体分离（GS）和渗透汽化（PV）等，而膜蒸馏（MD）、膜基萃取、膜基吸收、液膜、膜反应器和无机膜的应用等则是目前膜分离技术研究的热点。

根据材料的不同，膜可分为无机膜和有机膜。无机膜只有微滤级别的膜，主要是陶瓷膜和金属膜；有机膜是由高分子材料做成的，如醋酸纤维素、芳香族聚酰胺、聚醚砜、聚氟聚合物等。依据其孔径的不同（或称为截留分子量），可将膜分为微滤膜、超滤膜、纳滤膜和反渗透膜等。

膜分离操作有死端操作和错流操作两种方式。死端操作是使所有原料液强制通过膜，原

料液流向与膜面垂直。膜面被截流组分不断增加，渗透通量不断减少。死端操作目标物回收率高，但渗透通量衰减严重。微滤常采用该方式。错流操作则是使原料进入膜组件，平行流过膜表面。沿膜组件不同位置，原料组成逐渐变化。错流操作有利于控制膜污染，绝大多数膜分离采用该种方式。

膜分离单元操作装置称为膜组件，常用的膜组件有板框式膜组件、螺旋卷式膜组件、管式膜组件和中空纤维式膜组件等。当待分离的混合物料流过膜组件孔道时，某组分可穿过膜孔而被分离。通过测定料液浓度和流量可计算被分离物的脱除率、回收率及其他有关数据。

八、吸 附

吸附是指流体（气体或液体）与固体多孔物质接触时，流体中的一种或多种组分传递到多孔物质外表面和微孔内表面，并附着在这些表面上，形成单分子层或多分子层的过程。其中：被吸附的流体称为吸附质；多孔固体颗粒称为吸附剂，是具有很大比表面积的多孔结构。吸附达到平衡时，吸附剂内的流体称为吸附相，剩余的流体本体相称为吸余相。

与吸附相对应的逆向过程称为解吸，即被吸附的溶质从吸附剂上洗脱下来。依靠吸附、解吸过程进行物质分离的操作称为吸附分离。

根据吸附质与吸附剂表面分子间结合力的性质，吸附可分为物理吸附和化学吸附。物理吸附由吸附质与吸附剂分子间引力所引起，结合力较弱，吸附热比较小，容易脱附，如活性炭对气体的吸附。化学吸附则由吸附质与吸附剂间的化学键所引起，犹如化学反应。吸附常是不可逆的，吸附热通常较大，如气相催化加氢中镍催化剂对氢的吸附。在化工生产中，吸附专指用固体吸附剂处理流体混合物，将其中所含的一种或几种组分吸附在固体表面，从而使混合物组分分离，是一种属于传质分离过程的单元操作，所涉及的主要是物理吸附。吸附分离广泛应用于化工、石油、食品、轻工和环境保护等领域。

当液体或气体混合物与吸附剂长时间充分接触后，系统达到平衡，吸附质的平衡吸附量（单位质量吸附剂在达到吸附平衡时所吸附的吸附质的量），首先取决于吸附剂的化学组成和物理结构，同时与系统的温度和压力以及该组分和其他组分的浓度或分压有关。对于只含一种吸附质的混合物，在一定温度下吸附质的平衡吸附量与其浓度或分压间的函数关系的曲线，称为吸附等温线。对于压力不太高的气体混合物，惰性组分对吸附等温线基本无影响；而液体混合物的溶剂通常对吸附等温线有影响。同一体系的吸附等温线随温度而改变，温度越高，平衡吸附量越小。当混合物中含有几种吸附质时，各组分的平衡吸附量不同，被吸附的各组分浓度之比，一般不同于原混合物组成，即分离因子（见传质分离过程）不等于 1。吸附剂的选择性越好，越有利于吸附分离。分离只含一种吸附质的混合物时，过程最为简单。当原料中吸附质含量很低，而平衡吸附量又相当大时，混合物与吸附剂一次接触就可使吸附质完全被吸附。吸附剂经脱附再生后可循环使用，同时得到吸附质产品。但是工业上经常遇到的一些情况是混合物中含有几种吸附质，或是吸附剂的选择性不高，平衡吸附量不大，若混合物与吸附剂仅进行一次接触不能满足分离要求，或吸附剂用量太大，必须用多级的或微分接触的传质设备。

九、离子交换

应用合成的离子交换树脂等离子交换剂作为吸附剂，将溶液中的物质，依靠库仑力吸附在树脂上，发生离子交换过程后，再用合适的洗脱剂将吸附物从树脂上洗脱下来，达到分离、浓缩、提纯的目的。

离子交换树脂是一种具有活性交换基团的不溶性高分子共聚物，由惰性骨架、固定基团、可交换离子组成。其主体骨架由高分子碳链构成，是一种三维的海绵不规则网状结构；固定基团是连接在骨架上的功能基团；可交换离子是活性基团所携带的带相反电荷的离子。

离子交换分离包括：① 带相反电荷的离子从溶液主体扩散到树脂颗粒外表面（膜扩散、外扩散）；② 离子经微孔扩散到树脂内表面的活性基团上（颗粒分散、内扩散）；③ 离子在活性基团上进行离子交换反应；④ 被置换下来的离子从树脂微孔扩散到颗粒外表面；⑤ 被置换下来的离子从颗粒外表面扩散到溶液主体。

工业上离子交换操作方式常分为静态交换和动态交换。① 静态交换：操作简单，但是分批操作，交换不完全。② 动态交换：交换、洗脱、再生等步骤均在离子交换柱内进行，也称为离子交换层析法。操作连续、交换完全，适用于多组分分离。动态交换又分为固定床式和模拟移动床式。

十、色谱分离过程

色谱法（或称层析法，Chromatography）是分离、纯化和鉴定多组分混合物的重要方法之一。1906年，俄国植物学家 Tsweet 将碳酸钙装在竖立的玻璃柱中，从顶端倒入植物色素的石油醚浸取液，并用石油醚冲洗，在柱的不同部位形成色带，因而将其命名为色谱。色谱法不断发展，不仅用于有色物质的分离，而且大量用于各类物质的分离，色谱名词仍沿用至今。

色谱分离过程的实质是溶质在不互溶的固定相和流动相之间进行的一种连续多次的交换过程，它借助溶质在两相间分配行为的差别而使不同的溶质分离。当流动相推动多成分混合物中的组分通过固定相时，由于不同的组分在流动相和固定相中有着不同的分配，在流动过程中进行多次分配，从而形成差速移动，达到分离。不同组分在色谱过程中的分离情况取决于各组分在两相间的分配系数、吸附能力、亲和力等是否有差异。

色谱分离的特点：① 应用范围广；② 分离效率高；③ 操作模式多样，可选操作参数多；④ 在线检测快速、灵敏度高；⑤ 分离过程自动化操作。

色谱分离的分类。

（1）按两相状态分类：① 气体为流动相的色谱称为气相色谱（GC），根据固定相是固体吸附剂还是固定液（附着在惰性载体上的一薄层有机化合物液体），又可分为气-固色谱（GSC）和气-液色谱（GLC）。② 液体为流动相的色谱称液相色谱（LC）。同理，液相色谱也可分为液-固色谱（LSC）和液-液色谱（LLC）。

（2）按固定相形状分类：① 柱色谱：填充柱色谱和毛细管柱色谱；② 平面色谱：纸色谱、薄层层析和薄膜色谱。

（3）按作用机理分类：① 吸附色谱；② 分配色谱；③ 离子交换色谱；④ 凝胶色谱（空间排阻色谱）。

第二节 实验室安全防护

一、实验室安全

1. 实验室常用危险品

- (1) 可燃气体：氢气、甲烷、乙烯、液化石油气、一氧化碳等。
- (2) 可燃液体：乙醚、丙酮、汽油、苯、乙醇等。
- (3) 可燃性固体：石蜡、镁粉、合成纤维、三硫化磷、五硫化磷等。
- (4) 爆炸性物质：过氧化物、硝基化合物、亚硝基化合物、乙炔等。
- (5) 遇水燃烧物质：钾、钠、锂及金属氢化物等。
- (6) 腐蚀性物质：强酸、强碱等。
- (7) 有毒物品：芳香类化合物、醇类化合物、苯胺、氯气、酸类蒸气、亚硝基胍等。

2. 水、电、蒸汽的正确使用

- (1) 实验室用水：自来水、去离子水、蒸馏水、重蒸馏水。
- (2) 废水排放：有毒废水应按有关规定进行处理。
- (3) 实验室用电：电气设备接地，安装漏电保护，严禁湿手接触电器按钮，特殊设备要专人负责。
- (4) 蒸汽的正确使用：根据要求选择蒸汽压力和用量。

3. 实验室防火防爆

可燃化学物质气体（蒸汽）爆炸极限：氢 4%；一氧化碳 12.5%；氨 16%；乙烯 3.1%；苯 1.4%；乙醇 3%；乙醚 1%。

做实验时要严格按照操作规程进行，防止可燃性气体或蒸气逸散在室内空气中，保持室内通风良好。当大量使用可燃性气体时，应严禁使用明火和可能产生电火花的电器。强氧化剂和强还原剂必须分开存放，使用时轻拿轻放，远离热源。

二、实验室规则

(1) 每个同学都应该自觉地遵守课堂纪律，维护课堂秩序，不迟到，不早退，保持室内安静，不大声谈笑。

(2) 在实验过程中要听从教师的指导，严肃认真地按操作规程进行实验，并简要、准确地将实验现象、实验结果和数据记录在实验记录本上。完成实验后经教师检查同意，方可离开。课后写出简要的报告，由课代表收齐，交给教师。

(3) 环境和仪器的清洁整齐是做好实验的重要条件。实验台面、试剂、药品架上必须保持整洁，仪器、药品要井然有序。公用试剂用毕应立即盖严，放回原处。勿使试剂、药品洒在实验台面和地上。实验完毕，需将药品、试剂排列整齐，仪器要洗净倒置放好，将实验台面抹拭干净，经教师验收仪器后，方可离开实验室。

(4) 使用仪器、药品、试剂和各种物品必须注意节约，不要使用过量的药品和试剂。应