



全国中医药行业高等教育“**十三五**”创新教材

# 中药化学与天然药物化学 实验指导

(供中药学、中药制药、药物制剂、制药工程、药学、中药栽培与鉴定等专业用)

**主 编** 杨武德 柴慧芳

全国百佳图书出版单位  
中国中医药出版社



责任编辑 杜素伟  
责任印制 朱 梦



读中医药书，走健康之路



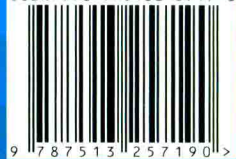
服务号  
(zgyycbs)



医开讲  
(yikajiang)

上架建议：高等中医药教材

ISBN 978-7-5132-5719-0



定价：28.00 元

全国中医药行业高等教育“十三五”创新教材

# 中药化学与天然药物化学 实验指导

(供中药学、中药制药、药物制剂、制药工程、药学、中药栽培与鉴定等专业用)

主 编 杨武德 柴慧芳



中国中医药出版社

· 北 京 ·

## 图书在版编目 (CIP) 数据

中药化学与天然药物化学实验指导/杨武德, 柴慧芳主编. —北京: 中国中医药出版社, 2019. 9

全国中医药行业高等教育“十三五”创新教材

ISBN 978-7-5132-5719-0

I. ①中… II. ①杨… ②柴… III. ①生药学-药物化学-化学实验-中医学院-教材  
②中药化学-化学实验-中医学院-教材 IV. ①R284-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2019) 第 195390 号

---

## 中国中医药出版社出版

北京经济技术开发区科创十三街 31 号院二区 8 号楼

邮政编码 100176

传真 010-64405750

山东百润本色印刷有限公司印刷

各地新华书店经销

开本 787×1092 1/16 印张 8.5 字数 188 千字

2019 年 9 月第 1 版 2019 年 9 月第 1 次印刷

书号 ISBN 978-7-5132-5719-0

定价 28.00 元

网址 [www.cptcm.com](http://www.cptcm.com)

社长热线 010-64405720

购书热线 010-89535836

维权打假 010-64405753

微信服务号 zgzyycbs

微商城网址 <https://kdt.im/LIdUGr>

官方微博 <http://e.weibo.com/cptcm>

天猫旗舰店网址 <https://zgzyycbs.tmall.com>

如有印装质量问题请与本社出版部联系 (010-64405510)

版权专有 侵权必究

全国中医药行业高等教育“十三五”创新教材

《中药化学与天然药物化学实验指导》编委会

主 编 杨武德 柴慧芳  
副主编 刘育辰 罗国勇  
编 委 (按姓氏笔画排序)  
    龙 毅 危 英 吴继春  
    何 康 张水国 张丽丽  
    於 祥

## 编写说明

中药（天然药物）化学是药学、中药学及相关专业的重要专业课，实践性强，且对学生的动手能力和创新能力要求高。中药（天然药物）化学实验则是强化中药（天然药物）化学理论知识的利器，是理论联系实际的重要桥梁，对学生观察、分析、解决问题能力的培养和学生创新能力的提升，发挥着举足轻重的作用。

教材是体现教学内容和教学方法的重要知识载体。以往的中药（天然药物）化学实验教学存在着不少问题，如：内容简单陈旧，主要以验证性实验为主；教学手段单一，长期以老师讲授为主，学生按实验流程操作，缺乏对理论知识的应用和创新能力的培养等。为此，我们课程组结合多年的教改和科研成果，编写了这本实验教材，其中特别增加了“设计性实验流程与方案设计”“苗药木姜子中挥发油的提取与鉴定”等内容，以便学生在掌握中药（天然药物）化学实验基本技能的基础上，使其观察、分析、解决问题能力以及创新能力得到进一步提升。

本教材分为两部分：第一部分介绍常用中药（天然药物）化学成分提取、分离和纯化的基本操作技术；第二部分收录了10个实验，内容涉及常见中药（天然药物）化学成分的提取、分离、纯化、鉴定等。书后附录包括常用有机溶剂的理化常数和精制方法、常用鉴定试剂的配置和应用、常见薄层层析板的规格、国产离子交换树脂和葡聚糖凝胶的型号和技术指标等内容。

本教材适用于中药学、中药制药、药物制剂、制药工程、药学、中药栽培与鉴定等专业的实验教学，也可供从事中药（天然药物）化学成分研究者参考。

本教材编写过程中得到了贵州中医药大学领导和各位编委的大力支持，也得到了兄弟院校相关专家的无私帮助，在此致以衷心的感谢！

由于编写时间紧迫，书中若存在不妥和错漏之处，恳请各院校在使用过程中及时提出宝贵意见，以便再版时修订提高。

《中药化学与天然药物化学实验指导》编委会

2019年5月

## 目 录

第一部分 常用中药 (天然药物)	
化学成分提取、分离、 纯化基本操作技术 .....	1
第一节 中药 (天然药物) 化学成分 溶剂提取法操作技术 .....	1
一、浸渍法操作技术 .....	2
二、渗漉法操作技术 .....	2
三、煎煮法操作技术 .....	3
四、回流提取法操作技术 .....	3
五、连续回流提取法操作技术 .....	4
第二节 减压蒸馏 (旋转蒸发器) .....	7
一、旋转蒸发器操作步骤 .....	7
二、小型旋转蒸发器基本操作 流程 .....	8
三、中型旋转蒸发器操作流程 .....	8
第三节 薄层层析操作技术 .....	9
一、概述 .....	9
二、薄层色谱法主要类型和 原理 .....	10
三、薄层色谱法的操作技术 .....	12
四、纸层析操作 .....	26
第四节 常压柱色谱、低压柱色谱、 常用填料前处理及再生操作 技术 .....	28
一、常压柱色谱 .....	28
二、低压柱色谱 .....	31
三、常用填料前处理及再生 .....	32
第五节 结晶操作 .....	33
一、结晶的条件 .....	33
二、制备结晶的操作方法 .....	34
第六节 纯度检验操作 .....	34
一、熔点法 (mp) .....	34
二、薄层层析法 (TLC) .....	35
三、纸层析法 (PC) .....	35
四、气相色谱法 (GC) .....	35
五、高效液相色谱法 (HPLC) .....	36
六、核磁共振氢谱 ( $^1\text{H-NMR}$ ) 和 核磁共振碳谱 ( $^{13}\text{C-NMR}$ ) .....	36
第七节 设计性实验流程与方案 设计 .....	36
一、实验目的 .....	36
二、实验内容 .....	37
三、实例 .....	38
第二部分 常见中药 (天然药物)	
化学成分的提取、分 离、纯化、鉴定 .....	40
实验一 糖和苷类化合物 .....	40
一、苷类的一般性质实验 .....	40
二、苦杏仁苷的提取、分离 .....	41
实验二 醌类化合物 .....	42
一、蒽醌类成分的一般性质 实验 .....	42
二、紫草中醌类成分的提取及 初步分离 .....	43
三、虎杖中蒽醌类化合物的提取、	

分离与鉴定 .....	44	分离与鉴定 .....	75
四、大黄中蒽醌类成分的提取、		三、洋金花中总生物碱的提取、	
分离与鉴定 .....	47	分离与鉴定 .....	78
实验三 香豆素和木脂素 .....	51	四、苦参中氧化苦参碱和苦参碱	
一、香豆素类成分的一般性质		的提取、分离及鉴定 .....	80
实验 .....	51	五、一叶萩碱的提取、分离与	
二、秦皮中七叶苷与七叶内酯的		鉴定 .....	82
提取、分离及鉴定 .....	52	六、延胡索生物碱的系统分离与	
三、连翘苷的提取、分离与		鉴定 .....	85
鉴定 .....	54	实验九 鞣质 .....	87
实验四 黄酮类化合物 .....	56	一、鞣质类化合物的鉴别 .....	87
一、黄酮类成分的一般性质		二、虎杖中鞣质的提取、分离 .....	88
实验 .....	56	实验十 中药(天然药物)化学	
二、槐米中芦丁的提取、分离与		成分的系统预试验 .....	89
鉴定 .....	57	一、目的要求 .....	89
三、沸水法提取黄芩苷 .....	60	二、实验原理 .....	89
实验五 萜类和挥发油 .....	62	三、仪器与试剂 .....	90
一、挥发油的定性鉴别 .....	62	四、实验步骤 .....	90
二、木姜子挥发油的提取及		附录 .....	99
鉴定 .....	63	附录一 常用有机溶剂的理化常数和精制方法 .....	99
三、薄荷中薄荷油及薄荷脑的提取		附录二 乙醇浓度稀释表 .....	105
分离 .....	64	附录三 常用鉴定试剂的配制和应用 .....	105
四、穿心莲内酯的提取、分离与		一、通用试剂 .....	105
鉴定 .....	65	二、生物碱鉴定试剂 .....	107
实验六 皂苷类化合物 .....	67	三、糖类鉴定试剂 .....	108
一、皂苷的定性鉴别 .....	67	四、醌类及蒽醌类衍生物鉴定	
二、薯蓣皂苷元的提取、分离及		试剂 .....	110
鉴定 .....	68	五、香豆素类鉴定试剂 .....	111
三、齐墩果酸的提取、分离及		六、黄酮类鉴定试剂 .....	112
鉴定 .....	69	七、萜类、挥发油、强心苷、	
实验七 强心苷类化合物 .....	71	甾体、皂苷鉴定试剂 .....	113
一、强心苷的定性鉴别 .....	71	八、氨基酸、蛋白质鉴定	
二、黄花夹竹桃中黄夹苷的提取、		试剂 .....	115
分离和鉴定 .....	72	九、酚类、鞣质鉴定试剂 .....	115
实验八 生物碱 .....	74		
一、生物碱的一般鉴别 .....	74		
二、黄连中盐酸小檗碱的提取、			

十、有机酸鉴定试剂·····	116	规格·····	121
附录四 缓冲液的配制·····	117	附录九 国产层析滤纸的性能与	
附录五 常用干燥剂的选择和		规格·····	121
使用·····	118	附录十 国产离子交换树脂的型号	
附录六 恒沸点混合物·····	120	和技术指标·····	122
附录七 常用酸碱的浓度·····	120	附录十一 国产葡聚糖凝胶的规格	
附录八 常见薄层层析板的		及技术数据·····	123

# 第一部分 常用中药(天然药物)化学成分提取、分离、纯化基本操作技术

## 第一节 中药(天然药物)化学成分溶剂提取法操作技术

中药(天然药物)所含的成分十分复杂,既有有效成分,又有无效成分。有效成分的提取就是将目标成分从细胞内释放,经细胞膜扩散到溶剂中,并最大限度地提取出药材中的目标成分,最低限度地浸出无效甚至有害成分,且避免有效成分的分解流失,以提高药物的治疗效果,降低不良反应。有效成分一般含量甚微,且往往多种有效成分共存。化学成分的提取是中药(天然药物)化学研究的基础。

溶剂提取法是依据“相似相溶”的原理,根据中药(天然药物)中各种成分在溶剂中的溶解性质,选用对活性成分溶解度大,对无效成分或毒性成分溶解度小的溶剂,将有效成分从药材组织中溶解出来的方法。

溶剂选择依据:所需成分的溶解度大,对杂质溶解度小;沸点适中,易回收;低毒、安全。提取溶剂根据极性的不同,大体上可以分成三类,即水、亲水性及亲脂性溶剂。水为强极性溶剂,可溶解极性较大的成分,其优点为来源广、价廉、使用安全,缺点是提取物杂质较多、易霉变等;一般提取盐(无机盐、有机盐)、糖(单糖、多糖)、氨基酸、蛋白质、鞣质、苷类等成分时可选择水。亲水性溶剂包括甲醇、乙醇、丙酮等,这类溶剂兼有水和亲脂性溶剂的特点,所以溶解范围较广,毒性较小,但易燃;植物中大多数成分均可溶于醇,如许多苷、苷元、生物碱及其盐等。亲脂性溶剂为极性较小的溶剂,如三氯甲烷、苯、石油醚、乙醚等,此类溶剂溶解范围窄、选择性强、毒性大、价格昂贵、穿透组织的能力较弱,适于提取极性较小的脂溶性成分。

药材中化学成分在所选溶剂中的溶解度大小取决于其化学成分的结构,而化学成分在溶剂中的扩散速度则与温度、溶剂黏度、扩散面积及两相间的浓度差等有着密切的关系。药材的粉碎度,提取时的温度、压力、时间、溶剂性质及提取次数等,均对提取效率有着不同的影响。各类因素相互间的影响比较复杂,在提取过程中,应根据药材的特性、提取的目的及待提取成分的类型、特点等,优选提取条件,从而达到有效提取中药(天然药物)化学成分的目的。

## 一、浸渍法操作技术

浸渍法系将中药（天然药物）粉末或碎块装入适当的容器中，加入适宜的溶剂（如乙醇、稀醇或水），浸渍药材以溶出其中成分的方法，浸渍流程及方法见图 1-1。本法比较简单易行，但浸出率较差，且如用水为溶剂，其提取液易于发霉变质，须注意加入适当的防腐剂。

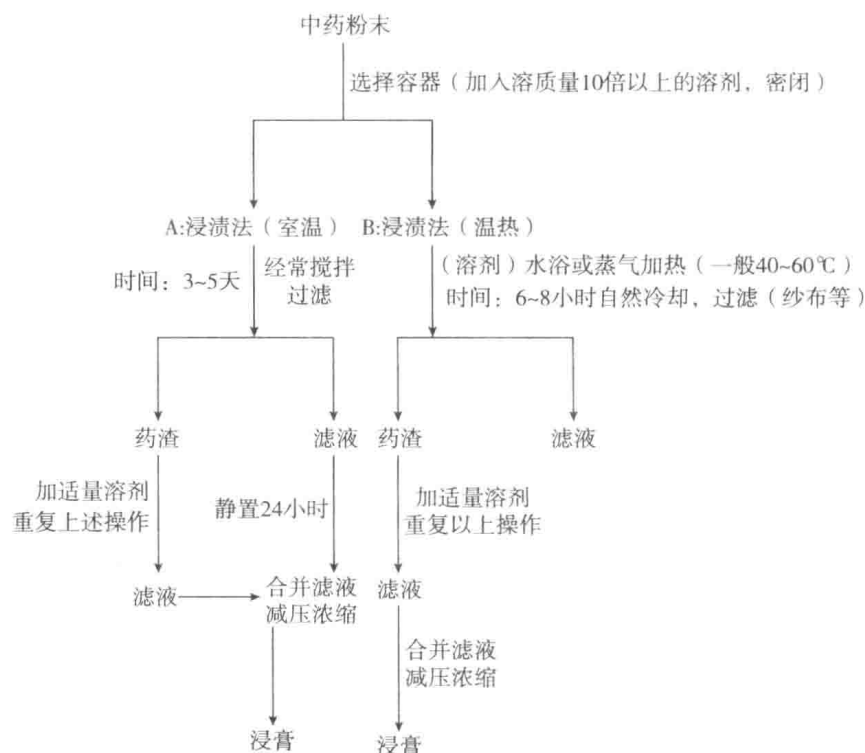


图 1-1 浸渍提取流程图

## 二、渗漉法操作技术

渗漉法是将中药（天然药物）药粉末装在渗漉器中，不断添加新溶剂，使其渗透过药材，自上而下从渗漉器下部流出浸出液的一种浸出方法，渗漉提取流程见图1-2。当溶剂渗进药粉溶出成分比重加大而向下移动时，上层的溶液或稀浸液便置换其位置，形成良好的浓度差，使扩散能较好地进行，故浸出效果优于浸渍法。但应控制流速，在渗漉过程中随时补充新溶剂，至药材中有效成分充分浸出为止；或当渗漉液颜色极浅或渗漉液的体积相当于原药材重的 10 倍时，便可认为基本上已提取完全。在大量生产中常将收集的稀渗漉液作为另一批新原料的溶剂使用。

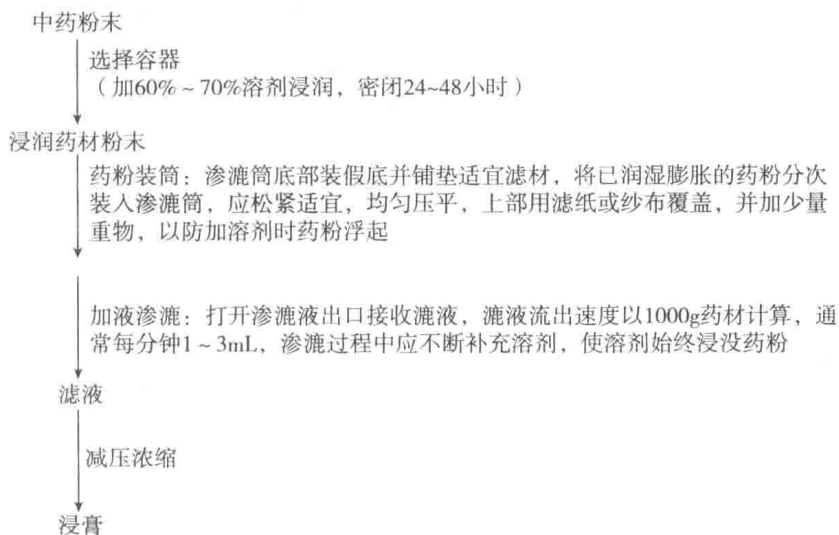


图 1-2 渗漉提取流程图

### 三、煎煮法操作技术

煎煮法是我国最早使用的传统的浸出方法, 所用容器一般为陶器、砂罐或铜制、搪瓷器皿, 不宜用铁锅, 以免药液变色。直火加热时最好时常搅拌, 以免局部药材受热太高, 容易焦糊。有蒸汽加热设备的药厂, 多采用大反应锅、大铜锅、大木桶, 或水泥砌的池子中通入蒸汽加热。还可将数个煎煮器通过管道互相连接, 进行连续煎浸。

### 四、回流提取法操作技术

回流提取法指采用回流提取装置对药材有效成分进行加热提取的一种常用方法。该法提取效率高, 但是由于提取液受热时间较长, 故只适用于对热稳定的药材成分的提取。且溶剂消耗量仍然较大, 操作较麻烦。

#### (一) 回流提取基本原理

用乙醇等易挥发性有机溶剂提取原料成分, 将浸出液加热蒸馏, 其中挥发性溶剂馏出后又被冷却, 重复流回浸出容器中浸提原料, 这样循环往复的气化-液化过程称为回流; 这样周而复始, 直至有效成分回流提取完全。常用回流装置由热源、烧瓶和回流冷凝管组成。

#### (二) 回流提取法操作步骤

提取前, 要对实验材料进行预处理。将其粉碎成粗粉, 以增加药材的表面积, 提高提取效率。但粉碎不宜过细, 因为过细会使药材表面积太大, 表面吸附作用也随着增加, 反而影响溶剂扩散速度, 也会影响药材与提取液的分离; 同时, 杂质的提出率也随之增高。因此, 一般以能通过二号筛的粒度为宜。应用有机溶剂加热提取时, 需采用回

流加热装置,以免溶剂挥发损失。一般小量操作时,可将药材粗粉装入大小适宜的烧瓶中(药材的量为烧瓶容量的 $1/3\sim 1/2$ ),加溶剂使其浸过药面 $1\sim 2\text{cm}$ ,烧瓶上接冷凝管和通水胶管,实验室多采用水浴加热,沸腾后溶剂蒸气经冷凝管冷凝又流回烧瓶中,如此回流1小时,滤出提取液,加入新溶剂重新回流 $1\sim 2$ 小时。如此再反复两次,合并提取液,蒸馏回收溶剂得浓缩提取物。大量生产有时也采用类似的装置。此法提取效率较冷渗法高,但受热易破坏的成分不宜用此法,且溶剂消耗量大,操作麻烦。由于操作的局限性,大量生产中较少被采用。

### (三) 回流提取操作注意事项

回流装置应当自下而上依次安装,各磨口对接处应连接严密、不漏气、不受侧向作用力,但一般不涂凡士林,以免其在受热时熔化流入烧瓶。药材及溶剂应事先加入瓶中,所选烧瓶的大小应使装入的回流液体积不超过其容积的 $2/3$ ,也不少于 $1/3$ 。开启冷却水,即可开始加热。回流结束,先移去热源,待冷凝管中不再有冷凝液滴下时关闭冷却水,拆除装置。使用常压过滤或减压过滤装置,滤出提取液。

回流时,为了使挥发性物质能充分冷凝下来,切勿沸腾过为剧烈,应控制蒸气的上升高度不超过冷凝管有效长度的 $1/3$ 。

### (四) 回流提取的工艺特点

本质上,回流法是一种热浸法,但因为溶剂的循环使用,回流法较渗漉法的溶媒用量少,浸提较完全。由于回流提取需要连续加热,浸出受热时间较长,故不适用于热敏感性有效成分的浸出。

## 五、连续回流提取法操作技术

连续回流提取法也叫索氏提取法,是提取药材有效成分的常用提取方法。选用合适的提取溶剂,如甲醇、乙醇,可用于提取药材化学成分。由于中药(天然药物)化学成分研究中,提取分离所需要的药材及溶剂用量比较大,受索氏提取器容量的限制,因此在中药(天然药物)的提取中较少采用;实际工作中,常用于提取中药(天然药物)或浸膏的小极性有效成分,也用于中药(天然药物)或浸膏除去小极性色素、脂类成分的操作。由于提取效率高,还常用于药材质量分析评价的批量提取。

实验室常用的索氏提取器型号有 $25\text{mL}$ 、 $50\text{mL}$ 、 $100\text{mL}$ 、 $250\text{mL}$ 、 $500\text{mL}$ 、 $1000\text{mL}$ 索氏提取器,可根据提取分离方式选用不同型号。

### (一) 连续回流提取法的基本原理

液-固萃取是利用溶剂对固体混合物中所需成分的溶解度大、对杂质的溶解度小来达到提取分离的目的。一种方法是把固体物质放于溶剂中长期浸泡而达到萃取的目的,但是这种方法时间长,消耗溶剂,萃取效率也不高。另一种是采用索氏提取器的方法。

索氏提取器又称脂肪抽取器，由提取瓶、提取管、冷凝器三部分组成（图 1-3），提取管两侧分别有虹吸管和连接管，各部分连接处要严密不能漏气。它是利用溶剂的回流和虹吸原理，对固体混合物或药材中所需成分进行连续提取；当提取筒中回流下的溶剂的液面超过索氏提取器的虹吸管时，提取筒中的溶剂流回圆底烧瓶内，即发生虹吸，达到提取目的。提取时，将待测样品包在脱脂滤纸包内，放入提取管内。提取瓶内加入石油醚等沸点低的溶剂，加热提取瓶，石油醚气化，由连接管上升进入冷凝器，凝成液体滴入提取管内，浸提样品中的脂类物质（或化学成分）。待提取管内石油醚等沸点低的溶剂液面达到一定高度，溶有粗脂肪（或化学成分）的石油醚等沸点低的溶剂经虹吸管流入提取瓶。流入提取瓶内的石油醚等沸点低的溶剂继续被加热气化、上升、冷凝，再次回流开始，每次虹吸前，固体物质或药材都能被纯的热溶剂所萃取，溶剂反复利用，缩短了提取时间，所以提取效率较高，如此循环往复，直到抽提完全为止。

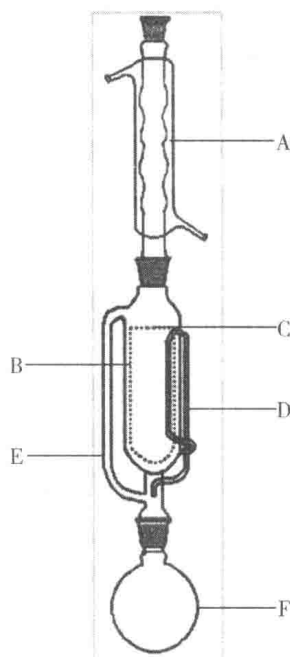


图 1-3 索氏提取器

A. 冷凝管；B. 脂肪提取器；C. 滤纸筒；  
D. 虹吸管；E. 蒸气管；F. 提取瓶（圆底烧瓶）

## （二）连续回流提取法的操作步骤

提取前先将固体物质研碎，以增加固液接触的面积。然后，将固体物质放在滤纸包内，置于提取器中，提取器的下端与盛有浸出溶剂的圆底烧瓶相连，上面接回流冷凝管。加热圆底烧瓶，使溶剂沸腾，蒸气通过连接管上升，进入到冷凝管中，被冷凝后滴入提取器中，溶剂和固体接触进行萃取，当提取器中溶剂液面达到虹吸管的最高处时，含有萃取物的溶剂虹吸回到烧瓶，因而提取出一部分物质。然后圆底烧瓶中的浸出溶剂继续蒸发、冷凝、浸出、回流，如此重复，使固体物质不断为纯的浸出溶剂所提取，将提取出的物质富集在烧瓶中。液-固萃取是利用溶剂对固体混合物中所需成分的溶解度大，对杂质的溶解度小来达到提取分离的目的。

例如：用滤纸制作圆柱状滤纸筒，称取约 10g 药材，用研钵或粉碎机制成粉末，按要求过筛，装入滤纸筒中，将开口端折叠封住，放入提取筒中。将 150mL 圆底烧瓶安装于电热套（或水浴）上，放入 2 粒沸石，安装好索氏提取装置，从仪器上部的回流冷凝管中加入够两次虹吸量的 95%乙醇（或其他溶剂），当流入索氏提取器中的液体量超过虹吸管的高度时，液体会沿着虹吸管全部被虹吸至下边的烧瓶中，完成一次虹吸。打开电源，加热回流 2 小时。

实验时能够观察到,随着回流的进行,当提取筒中回流的乙醇液的液面稍高于索氏提取器的虹吸管顶端时,提取筒中的乙醇液(或其他溶剂)发生虹吸并全部流回到烧瓶内。然后再次回流,虹吸,记录虹吸次数。虹吸5~6次后,当提取筒中提取液颜色变得很浅时,说明被提取物已大部分被提取,停止加热,移去电热套(或水浴),冷却提取液。拆除索氏提取器,如提取筒中仍有少量提取液,倾斜使其全部流到圆底烧瓶中,即完成提取。

### (三) 连续回流提取法的操作规范

#### 1. 索氏提取器的安装操作

- (1) 先确定圆底烧瓶的位置。
- (2) 搭建实验装置时应按照从下向上、从左到右原则,逐个装配。
- (3) 观察铁架台重心,铁夹、十字夹正确使用。
- (4) 实验装置要求做到严密、正确、整齐、稳妥。磨口连接处要呈一直线。
- (5) 常压下回流时,回流体系必须与大气相通。
- (6) 用后应及时拆卸洗净,否则若放置过久,磨口连接处易粘牢而难以拆开。
- (7) 拆卸时,则按从右到左、从上到下的原则,逐个拆除。

#### 2. 索氏提取器使用的注意事项

- (1) 搭铁架台装置的时候,一定要让索氏提取器垂直,否则可能不能实现虹吸。
- (2) 使用时要特别小心,虹吸部分的毛细管特别容易破碎。
- (3) 加溶剂时(最多3/4溶剂)一定要加到能够虹吸一次以上方可达到提取的效果。
- (4) 用滤纸包药材末时要严实,防止药材末漏出堵塞虹吸管;滤纸包大小要合适,既能紧贴套管内壁,又能方便取放,且其高度不能超出虹吸管高度否则将会影响虹吸。
- (5) 因提取溶剂为易燃物,热源一般选择水浴。
- (6) 开始加热的时候应该有专人负责在旁边观察虹吸情况,观察项目包括:冷却循环水是否稳定、是否虹吸、每分钟大概多少滴或多长时间虹吸一次、加热设备是否稳定、样品是否“漂浮”等,尤其注意安全问题。
- (7) 当提取筒中提取液颜色变得很浅时,说明被提取物已大部分被提取,停止加热,提取完成。

### (四) 连续回流提取法的优点

#### 1. 选择性好

索氏提取的选择性主要取决于目标物质和溶剂性质的相似性,提取剂可用二硫化碳、苯、甲醇等。通常的做法是将提取剂按照极性不同的顺序进行多级提取,从而提高产品的提取纯度,将不同类的物质分别提取出来。

#### 2. 能耗低

由于索氏提取是直接对提取剂进行加热,且选用的提取剂一般沸点都较低,从根本

上保证了能量的快速传导和充分利用。而且提取剂是在索氏提取器中循环利用的,这既减少了溶剂用量,又缩短了操作时间,大大降低了能耗。

### 3. 设备简单、操作简便

不同的分离方法有不同的操作方法,对应的实验设备也各有不同。索氏提取的设备简单、操作简便,且其造价低、体积小,适于实验室应用。

## 第二节 减压蒸馏(旋转蒸发仪)

减压蒸馏是中药(天然药物)提取、分离常见的基本操作,分离流分至单体化合物时也常采用减压蒸馏;由于减压蒸馏过程使蒸馏体系的压力减小,物质的沸点也相应减小,有效控制了提取、分离中药(天然药物)有效成分因热而发生的化学反应。此外,减压蒸馏可以快速减少并有效回收提取或分离的溶剂。要达到上述目的,旋转蒸发仪是实验室进行减压蒸馏最广泛的一种仪器,主要适用于大量溶剂的快速蒸发、微量组分的浓缩和结晶、干燥等过程。

其工作原理是在减压条件下,蒸发瓶在恒温水浴锅中旋转,溶液在瓶壁上形成薄膜,增大了溶剂的蒸发面积,溶剂蒸气在高效冷却器作用下冷凝为液体回流到收集瓶中,达到迅速蒸发溶剂的目的。

旋转蒸发器与普通减压蒸馏最大的不同就是通过旋转增大溶剂的蒸发面积,使蒸发更加顺畅,并可以通过减压补充待蒸发的液体,而不需要停止蒸馏操作。

使用旋转蒸发器浓缩中药提取液,可有效避免成分的分解破坏,提高浓缩效率。

### 一、旋转蒸发仪操作步骤

#### 1. 抽真空

打开真空泵后,发现真空度上不去,应检查各瓶口是否密封好,真空泵自身是否漏气,主轴与密封圈之间是否密封完好。

#### 2. 加料

利用系统真空负压,料液可在料口上用软管吸入旋转瓶,料液不要超过旋转瓶的一半。当进行少量或微量组分浓缩时,也可在常压下将旋转瓶取下,直接向其中加入料液,同样料液不要超过旋转瓶的一半。本仪器可连续加料,加料时需注意:停止旋转方可加料。

#### 3. 加热

本仪器配用专门设计的水浴锅,必须先加水后通电,温度可根据需要进行设定,但范围为0~99℃。但由于热惯性的存在,实际水温要比设定温度上浮2℃左右,使用时可随时调整设定值。使用完毕须及时关闭电源并拔去电源插头。

(1) 旋转 接通冷凝水,打开电控箱开关,调节旋钮至最佳蒸发转速。注意避免转速过大使水浴锅中的水波振动溢出。

(2) 回收溶媒 浓缩完毕后,先打开加料开关放气,然后关掉真空泵,取出收集

瓶中的溶媒。

#### 4. 操作注意事项

- (1) 所用磨口安装前均涂一层真空脂。
- (2) 玻璃零件安装时要轻拿轻放。
- (3) 水浴锅需先加水后插电源，禁止无水干烧。
- (4) 在最初的加热蒸发时，应经常关注，以免加热过快引起突沸。
- (5) 工作结束时，一定要将蒸馏烧瓶提升上来，冷却后方能将系统放空，然后将烧瓶拆下，及时关闭电热、电机开关，拔下电源插头。
- (6) 遇到紧急情况需撤离时，必须终止正在进行的工作，关闭电源。

## 二、小型旋转蒸发仪基本操作流程

1. 打开旋转蒸发仪电源开关，调节水浴锅温度（不许无水干烧）。
2. 打开冷凝水开关，调节适宜流速。
3. 在旋蒸瓶中装入需要浓缩的样品，装量不得超过旋蒸瓶一半。
4. 连接旋蒸瓶，装上旋蒸瓶后不要立即松手，待瓶内达到一定的负压后再松手，以免旋蒸瓶落入水浴锅污染样品；调整旋蒸瓶高度（浓缩过程可以随时调整），使旋蒸瓶内样品液面与水浴锅液面相平，避免旋转轴因承受过大的力而折断。
5. 关闭放气旋钮，打开真空泵电源开关，当真空度大于或等于 0.04MPa 时，松手，打开旋转按钮，调整转速。
6. 仪器运转时，人员不得离开，随时观察样品状态，如有爆沸，轻轻旋放气旋钮再立即关闭。
7. 旋蒸结束后，先关闭旋转旋钮，右手固定旋转瓶再打开放气旋钮，待放气完全，关闭真空泵电源，升高旋转瓶，缓慢取下旋转瓶。
8. 旋蒸出的溶剂倒入相应溶剂的空瓶中并标记回收。
9. 关闭水浴锅及旋转蒸发仪电源，关闭冷凝水。

## 三、中型旋转蒸发仪操作流程

1. 打开旋转蒸发仪电源开关，调节水浴锅温度（不许无水干烧）。
2. 打开冷凝水开关，调节适宜流速。
3. 在旋转瓶中装入需要浓缩的样品，装量不得超过旋转瓶一半。
4. 连接旋转瓶（由于中型旋转蒸发仪旋转瓶较大此过程需要两个人进行），先将螺丝刀插入接口槽孔固定，一人托住旋转瓶，另一人将旋转瓶口对准接口拧紧，调整水浴锅高度（浓缩过程可以随时调整），使旋转瓶内样品液面与水浴锅液面相平，避免旋转轴因承受过大的力而折断。
5. 关闭放气旋钮，打开真空泵电源开关，打开旋转按钮，调整转速。
6. 仪器运转时，人员不得离开，随时观察样品状态，如有爆沸，轻轻旋放气旋钮再立即关闭。