

第一篇 中药化学成分的提取技术

第一章 必备知识

中药的化学成分复杂，通常有糖类、氨基酸、蛋白质、酶、有机酸、油脂、蜡、树脂、色素、生物碱、苷类、挥发油、鞣质、无机盐等。这些成分中能够产生特定药理作用的为有效成分。为了能够将有效成分合理地提取出来，现将这些成分作简要介绍。

1. 糖类

它主要包括单糖、低聚糖、多糖。

单糖是多羟基醛或多羟基酮化合物，通式为 $C_n(H_2O)_n$ 。易溶于水，可溶于含水乙醇，难溶于无水乙醇，不溶于乙醚、苯、氯仿等亲脂性有机溶剂。

低聚糖是由 2~9 个单糖基通过糖苷键聚合而成的直糖链或支糖链的聚糖。易溶于水，难溶于乙醇，不溶于其他有机溶剂。

多糖通常是由 10 个以上乃至几千个单糖缩合而成的高聚物。中药中的多糖主要有淀粉、菊糖、果胶、树胶、黏液质及纤维素等。多可溶于热水，不溶于乙醇及其他有机溶剂。

2. 氨基酸、蛋白质和酶

氨基酸是指分子中同时含有氨基和羧基的物质。可溶于水和稀醇，难溶于有机溶剂。

蛋白质是由 α -氨基酸通过肽键结合而成的高分子化合物。酶绝大部分是生物体内具有催化作用的蛋白质。蛋白质大多能溶于水而成胶体溶液，少数溶于稀醇，不溶于浓醇和其他有机溶剂。

3. 有机酸

有机酸是植物体内的一类含有羧基的化合物。小分子有机酸易溶于水、乙醇，难溶于亲脂性有机溶剂；大分子有机酸则易溶于有机溶剂而难溶于水。

4. 油脂和蜡

油脂为高级脂肪酸的甘油酯。不溶于水和冷乙醇，可溶于热乙醇，易溶于乙醚、氯仿、苯、石油醚等亲脂性有机溶剂。

蜡为饱和及不饱和的高级脂肪酸和高级一元醇结合而成的酯。通常为无效成分。不溶于水和冷乙醇，可溶于热乙醇，易溶于乙醚、氯仿、苯、石油醚等亲脂性有机溶剂。

5. 树脂

树脂是一类复杂的混合物，是植物组织分泌的渗出物。通常为无效成分。不溶于水，溶于乙醇、乙醚等有机溶剂。

6. 色素

色素广泛存在于中药中，可分为脂溶性色素和水溶性色素两类。脂溶性色素包括叶绿素、胡萝卜素等。水溶性色素包括花色素等。

7. 生物碱

生物碱是中药中的一类含氮原子的有机化合物，是一类重要的有效成分。多数游离生物碱溶于氯仿、乙醇、乙醚、苯等有机溶剂，不溶或难溶于水。多数生物碱盐易溶于水和乙醇，不溶或难溶于氯仿、乙醇、乙醚、苯等有机溶剂。

8. 苷类

苷是糖或糖的衍生物和另一非糖物质通过糖的端基碳原子连接而成的化合物。在中药中是一类重要的有效成分，包括黄酮苷、蒽醌苷、皂苷、强心苷等。大多数苷类可溶于水、甲醇、乙醇，难溶于乙醚、氯仿、苯等亲脂性有机溶剂。

9. 挥发油

挥发油是一类可随水蒸气蒸馏的与水不相混溶的油状物的总称。常为有效成分。易溶于乙醚、苯、石油醚等有机溶剂及高浓度的乙醇中，难溶于水。

10. 鞣质

鞣质是一类分子量较大的复杂的多元酚衍生物。能溶于水、乙醇、丙酮、乙酸乙酯等溶剂，不溶于乙醚、氯仿、苯、石油醚等极性小的溶剂。

11. 无机盐

中药中的钾、钠、钙、镁等无机成分与有机酸结合而成的盐类。多为无效成分。易溶于水，难溶于有机溶剂。

中药化学成分常用的提取方法有溶剂提取法、水蒸气蒸馏法、升华法及 CO_2 超临界流体萃取法等提取技术。

(杨红)

第二章 溶剂提取法

一、基本原理

溶剂提取法是依据“相似相溶”原理，选择对有效成分溶解度大而对其他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，是最常用的提取方法。

二、操作技术

(一) 溶剂的选择

应根据欲提取成分的亲水性及亲脂性选择与之相适应的溶剂进行提取。常用溶剂的介电常数见表 2-1，它们的亲水、亲脂性的强弱顺序如下。

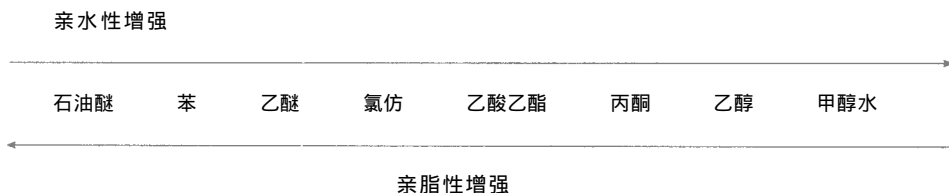


表 2-1 常用溶剂的介电常数

溶剂名称	介电常数/ ϵ	溶剂名称	介电常数/ ϵ
石油醚	1.8	正丁醇	17.5
苯	2.3	丙酮	21.5
无水乙醚	4.3	乙醇	26.0
氯仿	5.2	甲醇	31.2
乙酸乙酯	6.1	水	80.0

因此可以通过对中药化学成分结构的分析来选用适合的溶剂。如欲提取的成分极性较大,则选用亲水性的溶剂进行提取;反之,则选用亲脂性的溶剂进行提取。如欲提取的成分已知,则可依据它的极性大小来选择溶剂;如欲提取的成分未知,则水提取的为水溶性成分,亲脂性的有机溶剂提取的为亲脂性的成分。选择溶剂时应注意溶剂价廉、安全、易得、浓缩方便等特点。

(二) 提取方法

依据被提取成分的性质及所选溶剂的特点不同，有如下提取方法。

1. 浸渍法

(1) 常用溶剂水、乙醇。

(2) 仪器装置 有盖的容器。

(3) 操作过程 将药材粗粉置容器中→加入适量的溶剂→常温或加热(40~80℃)浸泡(注:浸泡时应将容器盖严,并经常搅拌或振摇),一般浸泡3~5日或按规定时间→倾取上清液过滤→提取液。药材可重复浸泡2~3次。

(4) 提取范围 适宜含淀粉、树胶等成分较多的药材以及含挥发性成分、遇热不稳定易分解或被破坏成分的提取。

(5) 提取优缺点 操作简便,但提取时间长、溶剂用量大,提取效率不高。水为溶剂易发霉、变质,必要时需加适量的防腐剂。

2. 渗漉法

(1) 常用溶剂水、乙醇。

(2) 仪器装置 渗漉装置(图2-1)。

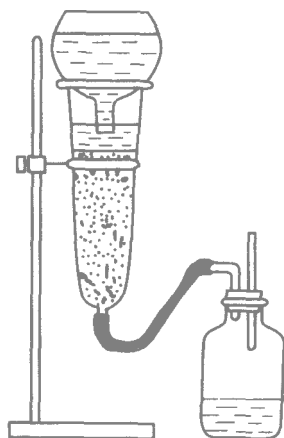


图 2-1 渗漉装置

(3) 操作过程 将药材粉末装于渗漉筒内→上端不断添加新溶剂,使其渗过药粉(溶出可溶性成分)→提取液。

(4) 提取范围 适宜对热不稳定且易分解的成分的提取。

(5) 提取优缺点 由于有较大的浓度差,提取效率较高。但溶剂用量大,操作较繁。

3. 煎煮法

(1) 常用溶剂水。

(2) 仪器装置 砂锅、铝锅等。

(3) 操作过程 将药材饮片或粗粉加适量水→直火加热煮沸1h左右→过滤→提取液。

(4) 提取范围 对含挥发性及遇热不稳定的成分的药材不宜用本法。

(5) 提取优缺点 本法简便易行,提取效率比冷浸法高。但水溶性杂质多,水

煎液易发霉。

4. 回流提取法

(1) 常用溶剂 有机溶剂。

(2) 仪器装置 回流加热装置。

(3) 操作过程 将药材粗粉装于圆底烧瓶中→加入适量溶剂→水浴中加热回流提取 1h→过滤(残渣重复提取两次,合并提取液)→提取液。

(4) 提取范围 不适用于对热不稳定及易分解的成分。

(5) 提取优缺点 提取效率比冷浸法高。但装置较复杂。

5. 连续回流提取法

(1) 常用溶剂 有机溶剂。

(2) 仪器装置 连续回流提取装置(图 2-2)。

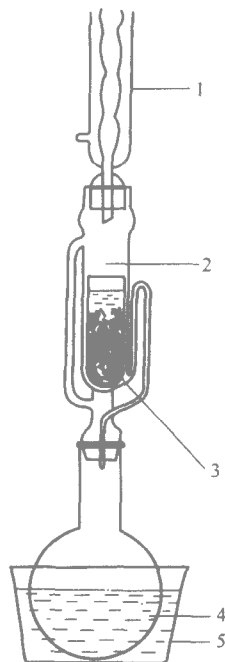


图 2-2 连续回流提取装置
1—冷凝管; 2—索氏提取器; 3—药粉;
4—蒸馏瓶; 5—水浴

(3) 操作过程 将药材装于滤纸袋,放入提取器内→连接装置→水浴加热回流提取适当时间→提取液。

(4) 提取范围 不适于对热不稳定成分的提取。

(5) 提取优缺点 溶剂用量少,提取效率高。但装置设备要求高。

(三) 注意事项

1. 药材的粉碎度

提取时对药材进行适当的粉碎是为了增大与溶剂的接触面积，提高提取效率。但具体提取时粉碎的程度要根据药材质地、提取方法及提取溶剂来决定。通常质地坚硬的药材应粉碎较细，而质地轻薄的药材可用粗粉或不用粉碎。含大量黏液质的药材如果粉碎过细，则提出的杂质量增加。以水为溶剂进行提取时药材易膨胀，可用粗粉；以乙醇为溶剂可粉碎较细。用渗漉法提取时，药粉不可过细，否则，会导致渗漉困难。

2. 提取时间

提取需要一定的时间，但当药材组织内外溶液浓度达到平衡后，成分就不再溶出。此时再增加提取时间也无益于提取。

3. 提取温度

通常升高温度有利于提取。但提取温度升高，杂质的溶出率也相应增大。同时也易导致对热不稳定成分及挥发性成分的损失。

(杨红)

第三章 其他提取技术

一、水蒸气蒸馏法

1. 原理

是将水蒸气通入含有挥发性成分的药材中，使药材中挥发性成分随水蒸气蒸馏出来的提取方法。

2. 适用范围

本法适用于能随水蒸气蒸馏而不被破坏并难溶于水的成分的提取，常用于挥发油的提取，此外挥发性生物碱如麻黄碱和槟榔碱亦可用此法提取。

3. 仪器装置

常用的水蒸气蒸馏装置包括：水蒸气发生器、蒸馏瓶、冷凝管、接收器等几部分(图 3-1)。

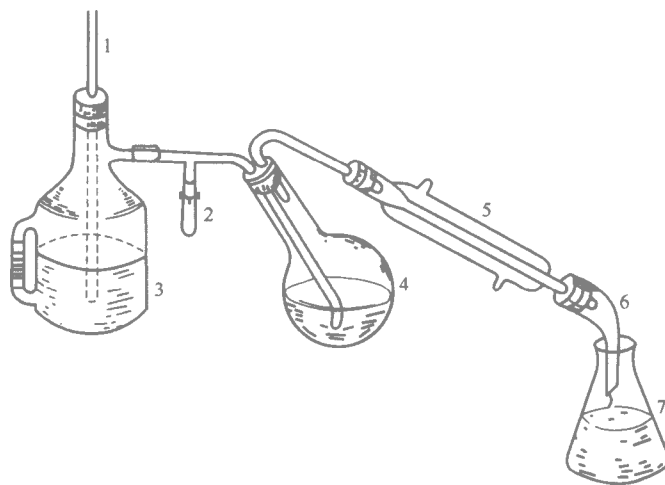


图 3-1 水蒸气蒸馏装置

1—玻璃管；2—螺旋夹；3—水蒸气发生器；4—蒸馏瓶；
5—冷凝管；6—连接管；7—接收器

4. 注意事项

操作时水蒸气发生器内的水量不得超过其容积的 $2/3$ ，安全玻璃管应插到发生器的底部以调节内压。蒸馏器内的药材要先加水湿润，通蒸气的导管应插入蒸馏器内的药材底部。蒸馏结束后，首先应打开水蒸气发生器与蒸馏器之间三通下口的螺旋夹，放入空气后，再停止加热。

二、升华法

1. 适用范围

具升华性的成分，如茶叶中的咖啡因、大黄中游离羟基蒽醌类成分、牡丹皮中的丹皮酚。

2. 仪器装置

升华装置（略）。

3. 注意事项

升华可使某些成分分解，实际生产中较少用。

三、超临界流体萃取法

超临界流体萃取（supercritical fluid extraction, SFE）是一种利用某物质在超临界区域形成的流体，对中药中有效成分进行萃取分离的新型技术，集提取和分离于一体。

常用作超临界流体（SF）的物质有二氧化碳、氧化亚氮、乙烷、乙烯和甲苯等，由于二氧化碳具有无毒、不易燃易爆、安全、价廉、有较低的临界压力（ $p_c = 7.37\text{MPa}$ ）和临界温度（ $T_c = 31.4^\circ\text{C}$ ）、对大部分物质不起反应，可循环使用等优点，故最常用于植物有效成分的提取。

1. 基本原理

超临界流体萃取的原理主要是根据超临界流体对溶质有很强的溶解能力，且在温度和压力变化时，流体的密度、黏度和扩散系数随之变化，溶质的亲和力也随之变化，从而使不同性质的溶质被分段萃取出来，达到萃取、分离的目的。

世界上的物质因压力和温度的不同而以气体、液体、固体等多种形式存在。当气体的温度到达某一数值时，压缩能使它变为液体，此时的温度称为临界温度（ T_c ）。同样，气体也有一个临界压力（ p_c ），即在临界温度下，气体能被液化的最低压力。当物质所处的温度高于临界温度、压力大于临界压力时，就说该物质处于超临界状态。超临界流体的密度与液体相近，黏度与气体相近，其扩散系数约比液体大 100 倍，而溶质的溶解性能与溶剂的密度、扩散系数成正比，与黏度成反比。因此，SF 对很多物质有很强的溶解能力，同时 SF 的高流动性和扩散能力，有助于所溶解的各成分之间的分离，并能加速溶解平衡，提高萃取效率。

超临界流体萃取的主要设备是萃取器和分离器，按照溶剂和溶质分离方法的不同可将超临界流体萃取法分为 3 种。

（1）压力变化法 在一定的温度下，使超临界流体减压、膨胀，从而降低溶剂的密度，进行分离。

（2）温度变化法 即在恒压下提高温度或降低温度从而将超临界流体与溶质分离。至于采取升温还是降温，则要根据压力条件决定，一般多采用升温操作。

(3) 吸附法 在分离器内装填能吸附萃取物的吸附剂。

超临界流体其基本工艺流程如图 3-2 所示。将中药原料放入萃取器中，用 CO_2 反复冲洗两次，排除设备中的空气，操作时先打开阀门 12 及气瓶阀门进气，启动高压泵 4 升压，当升到预定压力时，调节减压阀 9，使分离器 7 内的分离压力为 $5 \times 10^3 \text{ kPa}$ 左右，打开放空阀 10 接转子流量计测流量。通过调节各阀门，使萃取压力、分离器压力及萃取过程中通过的 CO_2 流量均稳定在所需操作条件后，关闭阀门 10，打开阀门 11 进行全循环流程操作，萃取过程中从放油阀 8 将萃取物取出。

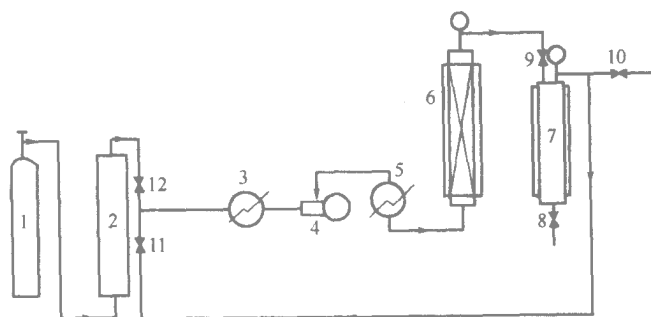


图 3-2 CO_2 -SFE 工艺流程示意

1— CO_2 气瓶；2—纯化器；3—冷凝器；4—高压泵；
5—加热器；6—萃取器；7—分离器；8—放油阀；
9—减压阀；10、11、12—阀门

2. CO_2 -SFE 的特点

目前广泛选用二氧化碳作为超临界萃取溶剂，主要因为二氧化碳具有下列特点。

(1) 可在低温下提取 CO_2 在接近常温（ $35 \sim 40^\circ\text{C}$ ）时达到超临界状态，使中药的化学成分在低温条件和 CO_2 气体笼罩下进行提取，这就防止了“热敏性”物质的氧化和逸散。因此，在萃取物中可保持中药的全部成分，如植物的香气成分等，并且能把高沸点、低挥发度、易热解的物质远在其沸点以下萃取出来。

(2) 完全没有残留溶剂 由于全过程不用或很少使用有机溶剂（作为夹带剂），因此萃取物绝无残留溶剂，同时也防止了提取过程对人体的毒害和对环境的污染。

(3) 提取效率高，节约能耗 CO_2 -SFE 技术集萃取与回收溶剂为一体，当饱和溶解物的 CO_2 -SF 流经分离器时，由于压力降低，使得 CO_2 与萃取物迅速成为两相（气液分离）而立即分开。全过程与用有机溶剂的常规方法相比，不仅效率高且耗能少。

3. 超临界流体萃取法的应用

此法从 20 世纪 50 年代起已开始进入实验阶段,如从石油中脱沥青等。70 年代以来,不断有大量专利涌现出来,如从咖啡豆中脱咖啡因、烟草中脱尼古丁等。70 年代末,SFE 技术在食品工业中的应用日益广泛,其中从啤酒花中提取酒花精已形成了生产规模。80 年代以来,SFE 技术更广泛地用于香精和香辛料成分的提取。据报道,有人从菊花、梅花、栀子花、米兰花、玫瑰花中提取天然花香剂,从胡椒、肉桂、芫荽、月桂、薄荷等中提取香辛料,对绿茶和红茶进行全成分提取等。

从药用植物中提取有效成分,是近几年才开始的。如原联邦德国学者利用 SFE 技术从植物原料中提取大麻醇、香豆素和咖啡因,日本学者宫地洋等从药用植物蛇床子、茵陈蒿、桑白皮、甘草根和紫草中萃取有效成分。

$\text{CO}_2\text{-SF}$ 对不同成分的溶解能力相差很大,这与成分的极性、沸点和分子量密切相关。通常脂溶性成分可在低压条件下萃取,如挥发油、烃、酯、内酯、醚、环氧化合物等;若成分的极性基团增多则要在较高的压力下才能被萃取;而高分子物(如蜡、蛋白质、树胶等)则很难萃取。因此近年来对超临界萃取中的夹带剂进行了研究。

夹带剂就是在萃取物和超临界流体组成的二元系中加入第三组分,可使原来成分的溶解度得以改善。例如,在 $2 \times 10^4 \text{ kPa}$ 和 70°C 条件下,棕榈酸在 $\text{CO}_2\text{-SF}$ 中的溶解度是 0.25% (质量分数);在同样条件下,于体系中加入 10% 乙醇,棕榈酸的溶解度可提高到 5.0% 以上。又如罗汉果中的罗汉果昔 V(是一种三萜昔)在 $40 \sim 45^\circ\text{C}$ 、 $3 \times 10^4 \text{ kPa}$ 的 $\text{CO}_2\text{-SF}$ 中不能被萃取出来,使用夹带剂乙醇后则能在萃取液中有一定量罗汉果昔 V。由此可见,夹带剂的研究和应用不但能扩大超临界流体萃取法对中药化学成分的萃取分离。还可以有效地改变流体的选择性溶解作用。一般来说,具有很好溶解性能的溶剂,也往往是很好的夹带剂,例如,甲醇、乙醇、丙酮等。通常夹带剂的用量不超过 15%。

四、微波辅助提取法

是利用微波加热的特性来对物料中目标成分进行选择提取的方法。此法具有快速、高效、高度选择性、对环境无危害等特点。例如,微波辅助提取鹰爪豆碱及其代谢产物可将产率由传统的 52.3% 提高到 80.3%,且省时、省溶剂。

五、加压逆流提取法

此法是将若干提取装置串联,溶剂与药材逆流通过,并保持一定接触时间的方法。用此法可使冬凌草提取浓度增加 19 倍,而溶剂及热能单耗降低。

六、酶解法

中药制剂中的杂质大多为淀粉、果胶、蛋白质等,可选择相应的酶予以分解除去。针对根中脂溶性、难溶于水或不溶于水的成分含量多的特点,通过加入淀粉部

分水解产物及葡萄糖苷酶或转化糖苷酶，使脂溶性、难溶于水或不溶于水的有效成分转移到水溶性糖苷中，通过酶反应较温和地将植物组织分解，可较大幅度地提高效率。

七、旋流提取法

采用搅拌机搅拌，一定的搅拌速度、水提温度、提取时间的提取方法。如提取侧金盏花，对提取液中黄酮类化合物、皂苷、有机酸等进行分析测定，结果表明旋流法的提取效率高。

八、半仿生提取法

即从生物药剂学的角度，将整体药物研究法与分子药物研究法相结合，模拟口服给药后经胃肠道转运的环境，为经消化道给药的中药制剂设计的一种新的提取工艺。即将药粉以一定 pH 的碱水提取，提取用水的最佳 pH 和其他工艺参数的选择，可用一种或几种有效成分结合主要药理作用指标，采用比例分割法来优选。如以芍药苷、甘草次酸为指标，比较芍药苷止痛颗粒半仿生提取法和传统水煎煮法的提取率，结果半仿生提取法优于传统水煎煮法。

九、超声提取法

是一种利用超声波浸提有效成分的方法。其基本原理是利用超声波的空化作用，破坏植物药材的细胞，使溶剂易于渗入细胞内，同时超声波的强烈振动能传递巨大能量给浸提的药材和溶剂，使它们做高速运动，加强了胞内物质的释放、扩散和溶解，加速了有效成分的浸出，大大提高了提取效率。具有提取时间短、提取效率高、无需加热等优点。既适用于遇热不稳定的成分提取，亦适用于各种溶剂的提取。但此法对设备要求较高，目前尚为实验室小规模使用，大规模生产有待于解决设备问题。

十、中药动态逆流提取法

采用动态罐组式逆流提取工艺、单罐循环提取工艺和中药三效节能蒸发器与喷雾干燥装置，并将其组合起来，可实现从药材煎煮、浓缩、醇沉、过滤至浸膏或干粉的过程，适用于多种溶剂连续或间歇提取。

实验一 溶剂提取法的操作技术——用浸渍法、渗漉法提取小檗碱

实验原理：小檗碱属于季铵碱，其游离型在水中的溶解度最大，而它们的盐类以含氧酸盐在水中溶解度较大，不含氧酸盐难溶于水，其盐酸盐在水中溶解度更小。利用该性质结合盐析法，可从三颗针中提取小檗碱。另据黄柏富含黏液质的特点，利用小檗碱的溶解性和黏液质能被石灰乳沉淀的性质，可从黄柏中提取小檗碱。

一、用浸渍法从三棵针中提取小檗碱

具体操作：称取三颗针粗粉 500g，用 5 倍量 0.2%（体积分数）硫酸水浸渍 3 次，每次 24h，不断搅拌，滤取浸出液，加石灰粉调 pH9~11，滤取沉淀。滤液加溶液量 10%（质量浓度）的固体食盐，搅拌使其溶解，放置过夜，滤布吊滤。滤取沉淀加少量水洗 1~2 次，除去多余的盐。吊干后，80℃ 干燥得小檗碱粗品。

二、用渗漉法从黄柏中提取小檗碱

具体操作：称取黄柏粗粉 200g 置大蒸发皿中，加入石灰乳搅拌均匀，常法装渗漉筒，加入饱和石灰水浸泡 6h 后渗漉（pH 在 10 以上）控制流速 5~6ml/min，收集渗漉液 2000ml，加入渗漉液体积 7%（质量浓度）的固体食盐，搅拌后放置过夜，过滤、沉淀，用热水溶解，趁热过滤。滤液加盐酸调 pH 为 2，放置过夜，过滤，沉淀用蒸馏水洗至中性，抽干后于 80℃ 干燥，即得盐酸小檗碱粗品。

实验二 溶剂提取法的操作技术——用回流提取法及连续回流提取法提取粉防己中的总碱

实验原理：利用生物碱的通性提取粉防己中的总碱。

一、回流提取法提取粉防己中的总碱

具体操作：取粉防己粗粉 300g，置于 2000ml 圆底烧瓶中，加 95% 的乙醇，将药粉淹没为度，水浴上加热回流 2~3h（随时振摇），滤出提取液，药渣再加 600ml 95% 乙醇提取 2h，滤取提取液，合并两次滤液，放冷后如有絮状沉淀析出，过滤除去，澄清液减压浓缩至糖浆状，至无醇味为止，得总碱提取物。

二、连续回流提取法提取粉防己中的总碱

具体操作：精密称取 105℃ 干燥的粉防己细粉（20~40 目）5g，置索氏提取器中加乙醚-氯仿-乙醇-1%氨水（25:8:2.5:1）混合溶液，回流提取至无生物碱反应，将提取液于水浴上回收至干，残留物用少量无水乙醇微热溶解后，小心定量转移到蒸发皿中，蒸干且除尽氨后，即得总提取物。

实验三 溶剂提取法的操作技术——用煎煮法提取槐米中的芦丁

实验原理：利用芦丁在冷热水中溶解度相差较大的性质进行。

具体操作：称取槐米 20g，压碎，置 500ml 烧杯中，加沸蒸馏水 200ml，继续加热煮沸 30min，及时补充失去的水分，趁热倾出上清液，用脱脂棉过滤，药渣再加水重复提取一次，趁热过滤。合并两次提取液，放置过夜。抽滤，沉淀用少量蒸馏水抽洗 2~3 次，抽干，自然干燥，得粗芦丁。

实验四 水蒸气蒸馏法操作技术——用水蒸气蒸馏法提取陈皮挥发油

实验原理：利用挥发油随水蒸气蒸馏提取陈皮中的挥发油。

具体操作：取陈皮 50g 剪碎，置 1000ml 蒸馏瓶中，加蒸馏水 500ml，振摇混合后，连接挥发油测定器及冷凝管，自冷凝管上端加水使充满测定器的刻度部分，并溢流入蒸馏瓶为止。直火回流至测定器中油量不再增加，静置，分层。开启测定器下端活塞，使油层下降至其上端与刻度“0”齐平，读取挥发油量，计算百分含量，缓缓放出水分，接收挥发油。

（杨红）

第二篇 中药化学成分的分离技术

第四章 常规分离技术

中药经过各种方法提取后所得的提取液仍是包含诸多成分的混合物，需要进一步的分离精制和纯化处理，才能得到所需成分或单体化合物。但提取液一般体积较大，所含成分浓度较低，因此为了提高浓度，有利于分离精制，首先需要对提取液进行浓缩。

浓缩可通过蒸发或蒸馏来完成，所采用的方法视溶剂和有效成分的性质而定，具体的方法有常压蒸发、减压蒸馏、薄膜蒸发、反渗透法、超滤法等。

1. 常压蒸馏法

适用于溶剂沸点低、有效成分受热不易分解的提取液的浓缩，如氯仿、乙醚、石油醚等的提取液。

操作注意事项：处理乙醚提取液时，需用电热板或没有明火的其他装置水浴加热，禁止用明火或电炉加热。

2. 减压蒸馏法

适用于溶剂沸点高，有效成分受热易分解的提取液的浓缩。一般当溶剂沸点超过 70°C 时，在可能条件下应采用减压浓缩。实验室用的减压蒸馏装置见图 4-1，其中常用的抽气减压装置（真空泵）有水泵和油泵。

操作注意事项：当真空泵采用水泵时，需在水泵和蒸馏装置间装安全瓶，以防止水压变动引起倒吸，当真空泵采用油泵时，需在油泵和蒸馏装置间装安全瓶和干燥、吸收装置，以防止挥发性物质及腐蚀性气体侵入油泵；蒸馏结束后应按顺序先撤热源，关闭压力计活塞，慢慢打开安全瓶活塞，使整个系统与大气相通后，再关上水泵或油泵；减压蒸馏时会产生大量泡沫的水提液如皂苷、多糖等，需在蒸馏瓶与冷凝器之间装防泡球来消除泡沫。

3. 薄膜蒸发法

特别适用于浓缩以水或稀醇作溶剂的提取液，该法使溶液以液膜状态迅速通过

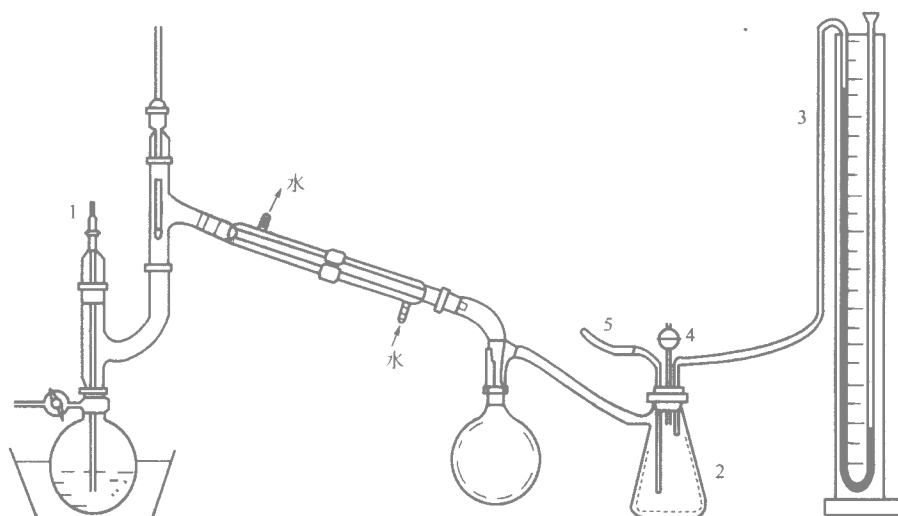


图 4-1 减压蒸馏装置

1—毛细管；2—安全瓶；3—压力表；4—活塞；5—接真空泵

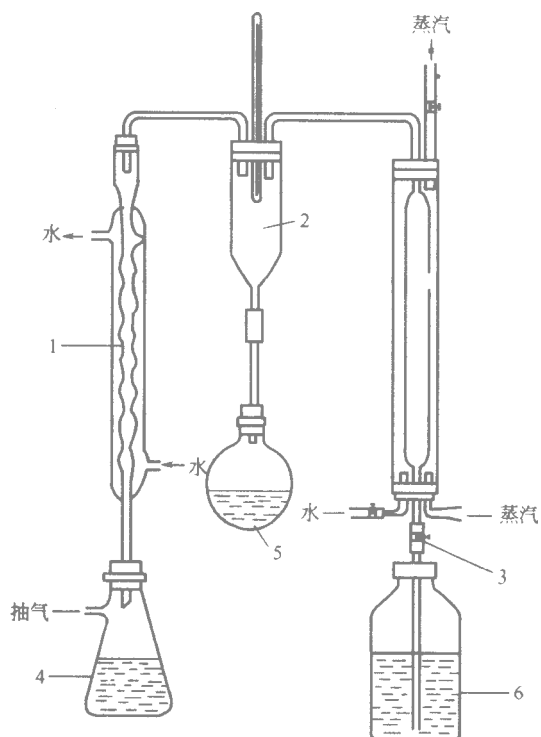


图 4-2 薄膜蒸发装置

1—冷凝器；2—气液分离器；3—螺旋夹；
4—回收溶剂；5—浓缩液；6—提取液；

加热管，由于受热表面积大，从而缩短了加热时间，提高了浓缩效率。

操作注意事项：如果提取液浓缩到小体积放置后，有固体或结晶析出，可将析出物滤出，供进一步分离；滤液再浓缩，放置，再观察和处理，直到母液蒸干为止。如含叶药材用 70% 乙醇提取，在回收乙醇至含醇量近 15%~20% 时，置于冰箱中，绝大部分叶绿素可沉淀出来。滤除后，可进一步浓缩至近稠膏状时，趁热转移至较小的圆底烧瓶内，水浴加热，直接减压抽气，使提取物发泡成干燥疏松状，待进一步处理。薄膜蒸发装置见图 4-2。

总之，浓缩过程中应注意尽量避免不必要的损失，防止热敏性成分被破坏。浓缩后的提取液就可以根据中药成分的性质如溶解度、在两相溶剂中的分配比、分子大小、吸附性、解离程度等的差异选择恰当的方法进行进一步的分离和精制。

中药化学成分常规分离精制方法主要有系统溶剂分离法、两相溶剂萃取法、沉淀法、结晶法、盐析法、透析法、分馏法、升华法等。

第一节 系统溶剂分离技术

一、原理

天然药物提取液中常含有极性不同的各种化学成分，系统溶剂分离法就是根据它们在不同极性溶剂中溶解度的差异，选用 3~4 种不同极性的溶剂组成溶剂系统，由低极性到高极性分步对浓缩后的总提取物进行提取分离。

系统溶剂分离技术关键是溶剂的选择。依据“相似相溶”原理，常用的溶剂与用该溶剂提取出的中药化学成分的对应关系见表 4-1。

表 4-1 常用的溶剂与用该溶剂提取出的中药化学成分的对应关系

选用的溶剂	提取出的中药成分
石油醚、己烷	挥发油、脂肪油、蜡、脂溶性色素、甾醇类、某些苷元（强亲脂性）
乙醚、氯仿	生物碱、树脂、醛、酮、醇、酯、苷元、有机酸、某些苷类
氯仿：乙醚（2：1）	某些苷类，如强心苷
乙酸乙酯	某些苷类，如黄酮苷
正丁醇	某些苷类，如皂苷、蒽醌苷
丙酮、乙醇	极性很大的苷、糖类、氨基酸、某些生物碱盐
水	蛋白质、黏液质、果胶、糖类、氨基酸、无机盐类（强亲水性）

二、适用范围

此法是早年研究天然产物有效成分的一种最主要的方法，主要用于分离提纯含有极性不同的各种化学成分的中药提取液。目前仍是作为研究成分不明天然产物的最常用方法之一。但此法在微量成分、结构性质相似成分的分离纯化上受到很大限制。