

中药化学成分分离法两相溶剂萃取法药师资格考试 PDF转换
可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/547/2021_2022__E4_B8_AD_E8_8D_AF_E5_8C_96_E5_c23_547545.htm

1.萃取法：两相溶剂提取又简称萃取法，是利用混合物中各成分在两种互不相溶的溶剂中分配系数的不同而达到分离的方法。萃取时如果各成分在两相溶剂中分配系数相差越大，则分离效率越高、如果在水提取液中的有效成分是亲脂性的物质，一般多用亲脂性有机溶剂，如苯、氯仿或乙醚进行两相萃取，如果有效成分是偏于亲水性的物质，在亲脂性溶剂中难溶解，就需要改用弱亲脂性的溶剂，例如乙酸乙酯、丁醇等。还可以在氯仿、乙醚中加入适量乙醇或甲醇以增大其亲水性。提取黄酮类成分时，多用乙酸乙酯和水的两相萃取。提取亲水性强的皂甙则多选用正丁醇、异戊醇和水作两相萃取。不过，一般有机溶剂亲水性越大，与水作两相萃取的效果就越不好，因为能使较多的亲水性杂质伴随而出，对有效成分进一步精制影响很大。两相溶剂萃取在操作中还要注意以下几点：1) 先用小试管猛烈振摇约1分钟，观察萃取后二液层分层现象。如果容易产生乳化，大量提取时要避免猛烈振摇，可延长萃取时间。如碰到乳化现象，可将乳化层分出，再用新溶剂萃取；或将乳化层抽滤，或将乳化层稍稍加热；或较长时间放置并不时旋转，令其自然分层。乳化现象较严重时，可以采用二相溶剂逆流连续萃取装置。2) 水提取液的浓度最好在比重1.1~1.2之间，过稀则溶剂用量太大，影响操作。3) 溶剂与水溶液应保持一定量的比例，第一次提取时，溶剂要多一些，一般为水提取液的1/3，以后的用量可以少一些，一

般1/4-1/6. 4) 一般萃取3~4次即可。但亲水性较大的成分不易转入有机溶剂层时, 须增加萃取次数, 或改变萃取溶剂。萃取法所用设备, 如为小量萃取, 可在分液漏斗中进行; 如系中量萃取, 可在较大的适当的下口瓶中进行。在工业生产中大量萃取, 多在密闭萃取罐内进行, 用搅拌机搅拌一定时间, 使二液充分混合, 再放置令其分层; 有时将两相溶液喷雾混合, 以增大萃取接触, 提高萃取效率, 也可采用二相溶剂逆流连续萃取装置。

2. 逆流连续萃取法: 是一种连续的两相溶剂萃取法。其装置可具有一根、数根或更多的萃取管。管内用小瓷圈或小的不锈钢丝圈填充, 以增加两相溶剂萃取时的接触面。例如用氯仿从川楝树皮的水浸液中萃取川楝素。将氯仿盛于萃取管内, 而比重小于氯仿的水提取浓缩液贮于高位容器内, 开启活塞, 则水浸液在高位压力下流入萃取管, 遇瓷圈撞击而分散成细粒, 使与氯仿接触面增大, 萃取就比较完全。如果一种中草药的水浸液需要用比水轻的苯、乙酸乙酯等进行萃取, 则需将水提浓缩液装在萃取管内, 而苯、乙酸乙酯贮于高位容器内。萃取是否完全, 可取样品用薄层层析、纸层析及显色反应或沉淀反应进行检查。

3. 逆流分配法 (CounterCurrentDistribution, CCD): 逆流分配法又称逆流分溶法、逆流分布法或反流分布法。逆流分配法与两相溶剂逆流萃取法原理一致, 但加样量一定, 并不断在一定容量的两相溶剂中, 经多次移位萃取分配而达到混合物的分离。本法所采用的逆流分布仪是由若干乃至数百只管子组成。若无此仪器, 小量萃取时可用分液漏斗代替。预先选择对混合物分离效果较好, 即分配系数差异大的两种不相混溶的溶剂。并参考分配层析的行为分析推断和

选用溶剂系统，通过试验测知要经多少次的萃取移位而达到真正的分离。逆流分配法对于分离具有非常相似性质的混合物，往往可以取得良好的效果。但操作时间长，萃取管易因机械振荡而损坏，消耗溶剂亦多，应用上常受到一定限制。

4.液滴逆流分配法：液滴逆流分配法又称液滴逆流层析法。为近年来在逆流分配法基础上改进的两相溶剂萃取法，对溶剂系统的选择基本同逆流分配法，但要求能在短时间内分离成两相，并可生成有效的液滴。由于移动相形成液滴，在细的分配萃取管中与固定相有效地接触、摩擦不断形成新的表面，促进溶质在两相溶剂中的分配，故其分离效果往往比逆流分配法好。且不会产生乳化现象，用氮气压驱动移动相，被分离物质不会因遇大气中氧气而氧化。本法必须选用能生成液滴的溶剂系统，且对高分子化合物的分离效果较差，处理样品量小（1克以下），并要有一定设备。应用液滴逆流分配法曾有效地分离多种微量成分如柴胡皂甙原小檗碱型季铵碱等。液滴逆流分配法的装置，近年来虽不断在改进，但装置和操作较繁。目前，对适用于逆流分配法进行分离的成分，可采用两相溶剂逆流连续萃取装置或分配柱层析法进行。

100Test 下载频道开通，各类考试题目直接下载。详细请访问
www.100test.com