

天然药物化学基本操作技能

一. 玻璃仪器的洗涤和干燥

(1) 玻璃仪器的洗涤是实验室中经常进行的一项工作，玻璃仪器洗涤是否干净，可直接影响到实验结果。所以洗涤玻璃仪器也是一项重要的实验技术。玻璃仪器的洗涤方法，应根据实验要求、仪器污染程度以及污物的性质来选择。常用的洗涤方法有自来水刷洗、合成洗涤剂洗、酸碱溶液洗、铬酸洗液洗等。如果粘附物是硝酸银，可用稀硝酸或碘-碘化钾（碘 1g, 碘化钾 2g，先混溶于适量水中，再加水至 100mL）洗涤。如果是油污，可用有机溶剂洗，再少量多次地用乙醇脱去有机溶剂。如果是氯化银，可用氨水洗。凡用洗液洗涤后的仪器，要用水冲洗干净，最后用少量蒸馏水清洗 2~3 遍。玻璃仪器是否洗涤干净，可在用蒸馏水清洗之前进行检查，即将容器盛一定量水，慢慢倒出（不要甩），水均匀流出后，容器壁无挂水珠的现象，示已洗干净。

(2) 仪器的干燥：仪器是否需要干燥以及干燥的程度，根据实验要求的不同而定。

1. 自然干燥：对于不急用的，不耐高温的，干燥要求不高的以及容量仪器等，在用蒸馏水清洗后，可直接将仪器倒置于洁净的仪器架或柜中，任其自然晾干。

2. 加温干燥：将已洗涤干净的仪器尽量甩出余水（不要用抹布或纸擦拭），置烘箱（或红外线干燥箱）中 0.5~110℃烘烤 40 分钟

左右，关闭电源后，待烘箱自然冷却后才能取用。量器、遇热易炸裂仪器不宜烘烤。

3.吹风干燥：对于急用的或烘箱不能搁置的仪器可用电吹风机吹风干燥，干燥时先用热风吹，再用冷风吹。也可用乙醇、丙酮将基本上无水的仪器，荡洗一遍，倒出溶剂后，先用冷风吹，再用热风吹，最后用冷风吹。

二. 加热

天然药物有效成分提取、溶剂的回收、提高化学反应的温度条件等，都需要用加热。实验加热仪器有煤气炉、酒精灯、电炉、水浴恒温箱、电热板、电热套等。

(1) 酒精灯加热：酒精灯一般用于小型仪器的实验加热，如试管、蒸发皿的加热。用试管加热液体时，液体体积一般不能超过试管体积的 $\frac{2}{5}$ ，加热时使液体受热均匀。蒸发浓缩少量液体，一般在蒸发皿中进行（量很少时可在试管中进行）。操作时，蒸发皿应放置在石棉网上，不能直接在火焰上灼烧。

(2) 热浴：加热时间长，需要控制温度的液体加热，应用热浴。常用的热浴介质是水、砂、油等。Bp.在 80°C 以下的物质加热用水浴， $80\sim 180^{\circ}\text{C}$ 用油浴， 180°C 以上用砂浴。水浴多用水浴恒温箱。砂浴、油浴的热源可用煤气炉或电炉，使用煤气炉或电炉加热，要注意使用安全。加热时，明火不能越出隔热容器底部外缘。控制好热浴的温度。更换提取溶剂或停止加热时，先关闭热源，等冷却后再拆卸装置。如须趁热过滤，也要稍等片刻，再拆卸装置，并用干抹布包裹提取容器。

三. 滤过分离

滤过分离有常压滤过和减压滤过（也叫抽滤）。实验室中常压滤过器一般用玻璃漏斗，滤材有滤纸、纱布、棉花、细布等。减压滤过器一般用布氏漏斗，滤材同常压滤过。接收滤液的容器是抽滤瓶。减压抽气用水泵或油泵，需要负压大的用油泵

操作步骤：安装仪器 → 在布氏漏斗中铺放滤纸（一般放两层，内径略小于漏斗内径） → 开启抽滤泵 → 吸贴滤纸（先用溶剂湿润或用吸管滴加溶剂湿润） → 加溶液（滤过至完毕） → 旋松安全瓶上安全管的螺旋夹 → 停泵。

注意事项：1.漏斗下端斜口应正对向抽滤瓶内抽气管口，以免滤液被吸出。2.为防止有机溶剂气体、酸、碱蒸气以及热水蒸气进入油泵，在安全瓶与油泵之间，可串装冷阱或吸收器（塔）。冷阱所用冷却剂常为冰-水、冰-盐或干冰。吸收器所用吸收剂为浓硫酸，无水氯化钙、氢氧化钠固体、活性炭颗粒、石蜡片、分子筛等。如抽滤皂苷等易起泡性物质时，可在抽滤瓶与安全瓶之间安装一防泡球。