

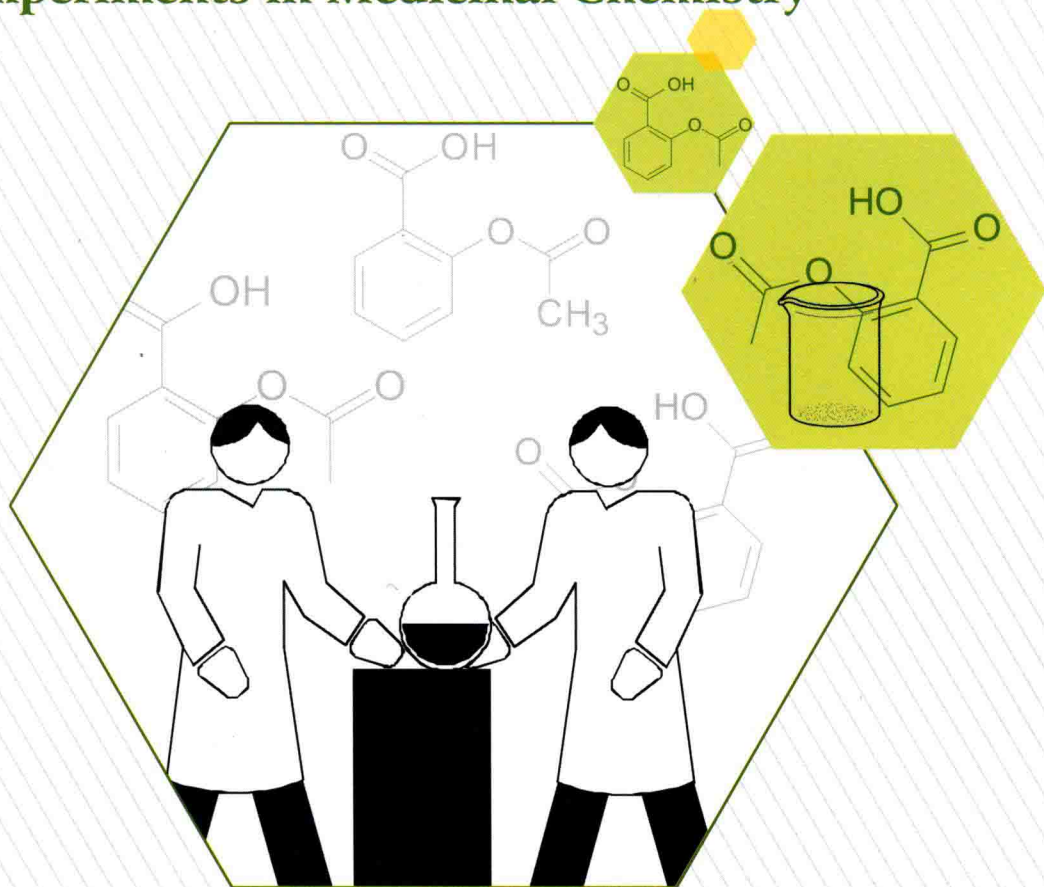
国家级药学实验教学（示范）中心实验系列教材

药物化学实验教程

主 编 袁吕江

副主编 陈 力 朱小康

Experiments in Medicinal Chemistry



科学出版社

国家级药学实验教学(示范)中心实验系列教材

药物化学实验教程

主 编 袁吕江

副主编 陈 力 朱小康

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本教程包括药物化学实验的基本知识、基本操作技能、药物化学基础实验、综合实验、设计性实验和附录 6 部分内容。基本知识和基本操作技能部分介绍了实验安全知识、实验室“三废”处置、常用仪器设备及实验记录和报告要求,强调了基本操作的“规范化”。基础实验部分设计了 11 个实验,涵盖了药物水解变质、特征反应、合成及光学异构体拆分等内容。综合实验部分编排了 13 个合成难度相对较大、后处理相对复杂的药物的合成实验。设计性实验部分列出了 5 个常用药物氯霉素、氟哌酸、盐酸普鲁卡因、硝酸咪康唑和阿昔洛韦的合成实验要求。实验所选药物均为常见药物,涵盖了一般药物合成反应的类型和后处理方法,适合不同层次的教学要求。

本教程可供高等院校相关专业的专科、本科学生使用,也可用作药学、制药工程、化工与制药等专业的培训教材。

图书在版编目(CIP)数据

药物化学实验教程 / 袁吕江主编. —北京: 科学出版社,
2015.10

国家级药理学实验教学(示范)中心实验系列教材

ISBN 978-7-03-045848-3

I. ①药… II. ①袁… III. ①药物化学-实验-教材

IV. ①R914-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 230356 号

责任编辑: 杨 岭 华宗琪 / 责任校对: 宁 倩 贺江艳

责任印制: 余少力 / 封面设计: 墨创文化

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

成都创新包装印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2015 年 10 月第 一 版 开本: 787×1092 1/16

2015 年 10 月第一次印刷 印张: 9 1/2

字数: 230 千字

定价: 28.00 元

西南大学 国家级药学实验教学（示范）中心
国家级药学虚拟仿真实验教学中心

实验系列教材编委会

主 任	黄承志			
副主任	陈章宝	胡昌华	罗永煌	
委 员	黄承志	陈章宝	胡昌华	罗永煌
	付爱玲	邹 祥	陈 敏	袁吕江
	邓 君	刘艳飞	刘 伟	杨星钢
	廖国建	祝慧凤		

《药物化学实验教程》编委会

主 编	袁吕江		
副主编	陈 力	朱小康	
编 委	袁吕江	陈 力	朱小康
	任 巧	秦绪荣	

总 序

创新是以新思维、新发明和新描述为特征的一种概念化过程,创新是一个民族发展的灵魂,是一个民族进步的不竭动力,提高自主创新能力,建设创新型国家,是国家发展战略的核心,是提高综合国力的关键,创新更是引领发展的第一动力。因此,培养大学生创新能力是 21 世纪高等教育适应经济社会发展需要,是提高人才培养质量的必然要求,但这也是目前高校人才培养中普遍存在的薄弱环节。实验教学是理论教学的一种延续,既能让学生对课堂上所学知识进行消化和吸收,又能有效地训练学生的实验技能,培养学生的观察能力、实践能力、创新能力、创新精神和科学素养。因此,实验教学作为教学活动的有机组成部分,是培养高素质创新型人才的重要教学环节,其地位无可替代。实验教材则是体现实验内容、教学方法和人才培养思想的载体,是培养高素质创新型人才的重要保证。因此,强化以培养创新能力为目标的实验教材建设,对改革实验教学体系、提高实验教学质量、实现人才培养目标具有重大的作用。

为了加强大学生实践能力和创新能力的培养,西南大学国家级药学实验教学(示范)中心在教学实践中坚持“以学生为本,将知识传授、能力培养和素质提高贯穿于实验教学始终”的指导思想,秉持“实践创新,能力至上”的实验教学理念,按照“能力培养,虚实结合、从基础到专业,从认知训练到创新应用,从学校到社会”的原则建立和完善实验教学体系。中心结合多年开展实践教学的有益经验和实验教学体系,组织长期从事本科实践教学的教师编写本套实验教材,旨在与国内药学领域的专家和兄弟院校交流,分享中心取得的点滴经验和成果,也为药学类专业的实践教学和人才培养提供实践教学指导。为了进一步促进大学生实践创新能力的培养,我们推出了本套药学创新实验系列教材。教材按照实验的基本要求、验证性实验、综合性实验、设计性实验和虚拟仿真实验等层次进行编写。

西南大学国家级药学实验教学(示范)中心(<http://etcp.swu.edu.cn/>)由真实实验教学和虚拟仿真实验教学组成,是西南大学开展药学类专业及相关专业人才培养、科研服务和文化遗产的核心平台之一,她承担着西南大学药学类及相关专业的实验教学及研究任务,并面向社会开放,承担着全国高校、院所和企业的实验技能培训、大学生夏令营和冬令营的实验教学工作。中心自 2003 年开始建设以来,不断整合校内药学类相关实验教学资源进行建设,于 2007 年成为西南大学校级药学实验教学示范中心,2009 年成为重庆市市级药学实验教学示范中心,2012 年经教育部批准为“十二五”国家级药学实验教学(示范)中心。作为实验教学的一个重要补充,西南大学国家级药学虚拟仿真实验教学中心(<http://yxxf.swu.edu.cn/>)于 2014 年被教育部批准为全国首批 100 个虚拟仿真实验教学中心之一,也是全国首批 3 个药学/中药学虚拟仿真实验教学中心之一。

西南大学实验教学的发展得到了国内外各兄弟院校和同仁的支持与帮助，在此向他们表达诚挚的谢意。同时，也希望在各方的支持与帮助下，中心的实践教学得到更好的发展。

药学创新实验教材编委会

2015 年 2 月于重庆北碚

目 录

第一章 实验室基本知识	1
第二章 药物化学实验基本操作技能	15
第三章 药物化学基础实验	48
实验一 药物水解变质实验	48
实验二 心血管系统药物的特征反应	51
实验三 磺胺类药物的特征反应	53
实验四 托烷生物碱类、芳香伯胺类、丙二酰脲类药物的特征反应	55
实验五 乙酰水杨酸的制备	57
实验六 对乙酰氨基酚的制备	59
实验七 L-精氨洛芬的制备	61
实验八 阿魏酸哌嗪盐和阿魏酸川芎嗪盐的制备	63
实验九 D, L-苯甘氨酸的拆分	65
实验十 硝苯地平的合成	68
实验十一 丙戊酸钠的合成	71
第四章 药物合成实验(综合)	74
实验十二 扑炎痛的合成	74
实验十三 水杨酰苯胺的合成	76
实验十四 阿司匹林铝的合成	79
实验十五 阿司匹林镁脲的制备	81
实验十六 磺胺醋酰钠的合成	83
实验十七 联苯丁酮酸的合成	86
实验十八 苯佐卡因(Benzocaine)的合成	88
实验十九 琥珀单酰诺氟沙星的合成	92
实验二十 外消旋苦杏仁酸的制备和拆分	93
实验二十一 盐酸金刚乙胺的合成	97
实验二十二 氟哌酸聚乙二醇酯的合成	99
实验二十三 双氯芬酸胆碱的合成	102
实验二十四 氯霉素(Chloramphenicol)的合成	104

第五章 设计性实验	110
实验二十五 氯霉素的合成	112
实验二十六 氟脲酸的合成	113
实验二十七 盐酸普鲁卡因的合成	114
实验二十八 硝酸咪康唑的合成	115
实验二十九 阿昔洛韦的合成	115
附录 I 限制使用和避免使用的溶剂	117
附录 II 常用试剂规格、选用试剂的参考原则	118
附录 III 药物合成中常用溶剂的纯化及使用	120
附录 IV 药物合成中常用试剂的纯化及使用	126
附录 V 主要基团的红外特征吸收峰	132
附录 VI 各种类型质子(H)化学位移代表值	134
附录 VII 部分常用药物中英文名称	137
主要参考文献	140

第一章 实验室基本知识

一、实验室规章制度

(1)实验前必须预习实验内容,了解实验原理、实验装置、步骤和操作规程,填写预习报告,无预习报告不得开始实验。

(2)实验前应清点并检查仪器是否完整,装置是否正确,检查合格后方可进行实验。实验时不准做与实验无关的事情,严禁吸烟、吃饭等,不得擅自离开,并应随时注意实验反应情况,仪器是否漏气、破裂等。

(3)药品、仪器都是国家财产,须节约爱护使用,用完公用物品后立即放回原处。不可调换错拿瓶塞,以免污染,仪器要洗刷干净。

(4)易燃性有机溶剂进行回流、蒸馏、减压蒸馏时,不能使用明火直接加热,要放入沸石或一端封死的毛细管,若在加热时发现无沸石则应冷却后再加,以防溶剂暴沸冲出。减压系统应装有安全瓶。加液时应停火或远离火源,一般无漏气开口,冷凝水要通畅。

(5)启封易挥发溶剂存储容器瓶盖时,面部要远离瓶口并慢慢开启瓶盖,以防气体喷至面部。

(6)有毒、具腐蚀性药品应妥善保管,操作后要立即洗手。勿接触五官和创口,以免中毒。含有有毒气体或腐蚀性气体的实验应在通风橱中进行。必要时可戴好防护用具进行工作。

(7)将玻璃管插入塞中时,可在塞孔中涂些水和甘油等润滑剂,用布包住玻璃管使其旋转而入,以防止玻璃管折断而被割伤。

(8)实验台上不放无用的药品、仪器,在实验时要做到水槽、仪器、桌面、地面清洁整齐。

(9)实验结束后严格按照废品的处置及销毁制度处理废弃物,合成的产品(药物)交由实验指导老师处理。

(10)实验结束时,应将门、窗、水、电、煤气关好,将室内打扫干净,清点仪器后方可离去。

二、实验室安全

(一)火灾预防与着火处理

在使用苯、乙醇、乙醚、丙酮等易挥发、易燃烧的有机溶剂时如操作不慎,易引起火灾事故。为了防止事故发生,必须随时注意以下几点:

(1)操作和处理易燃、易爆溶剂时,应远离火源。对易爆炸固体的残渣,必须小心销毁(如用盐酸或硝酸分解金属快化物)。不要乱丢未熄灭的火柴梗。对于易发生自燃的物质(如加氢反应用的催化剂雷尼镍)及沾有它们的滤纸,不能随意丢弃,以免其作为新的

火源而引起火灾。

(2)实验前应仔细检查仪器装置的安装是否正确、稳妥与严密。操作要正确、严格,常压操作时,切勿使系统密闭,否则可能会发生爆炸事故。对沸点低于 80 ℃ 的液体,一般蒸馏时应采用水浴加热,不能直接用火加热。实验操作中,应防止有机物蒸气泄漏,更不要用敞口装置加热。若要进行除去溶剂的操作,则必须在通风橱里进行。

(3)实验室里不允许储放大量易燃物。

(4)实验中一旦发生火灾,切不可惊慌失措,应保持镇静。首先立即切断室内一切火源和电源,然后根据具体情况正确地进行抢救和灭火。常用的方法有以下几种:

a. 在可燃液体燃着时,应立即拿开着火区域内的一切可燃物质,关闭通风器,防止燃烧扩大。

b. 酒精及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火。

c. 汽油、乙醚、甲苯等有机溶剂着火时,应用石棉布或干砂扑灭。绝不能用水灭火,否则会扩大燃烧面积。

d. 金属钾、钠或锂着火时,绝不能用水、泡沫灭火器、二氧化碳、四氯化碳等灭火,可用干砂、石墨粉扑灭。

e. 电器设备导线等着火时,不能用水及二氧化碳灭火器(泡沫灭火器)灭火,以免触电。应先切断电源,再用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火。

f. 衣服着火时,千万不要奔跑,应立即用石棉布或厚外衣盖熄,或者迅速脱下衣服;火势较大时,应卧地打滚以扑灭火焰。

g. 发现烘箱有异味或冒烟时,应迅速切断电源,使其慢慢降温,并准备好灭火器。千万不要急于打开烘箱门,以免突然通入空气助燃(爆),引起火灾。

h. 发生火灾时应注意保护现场。较大的着火事故应立即报警。若有伤势较重者,应立即送医院。

i. 熟悉实验室内灭火器材的位置和灭火器的使用方法。

(二)爆炸事故预防

(1)某些化合物容易爆炸,使用时需特别注意。例如,有机化合物中的过氧化物、芳香族多硝基化合物和硝酸酯、干燥的重氮盐、叠氮化物、重金属的炔化物等,均是易爆物品,在使用和操作时应特别注意。含过氧化物的乙醚在蒸馏时有爆炸的危险,事先必须除去过氧化物。若存在过氧化物,可用硫酸亚铁的酸性溶液除去。芳香族多硝基化合物不宜在烘箱内干燥。乙醇和浓硝酸混合在一起时会引起极强烈的爆炸。

(2)仪器装置安装不正确或操作错误,有时会引起爆炸。如果在常压下进行蒸馏或加热回流,仪器必须与大气相通。在蒸馏时要注意添加沸石、玻璃珠等防止暴沸,同时不要将物料蒸干。在减压操作时,不能使用不耐外压的玻璃仪器(如平底烧瓶和锥形瓶等)。

(3)氢气、乙炔、环氧乙烷等气体与空气混合达到一定比例时,会生成爆炸性混合物,遇明火即会爆炸。因此,使用上述物质时必须严禁明火。

(4)对于放热量很大的合成反应,要小心地慢慢滴加物料,并注意冷却,同时要防止因滴液漏斗的活塞漏液而造成事故。

(三) 实验室自我防护

1. 中毒预防处理

实验中的许多试剂都是有毒的。有毒物质往往通过呼吸吸入、皮肤渗入、误食等方式导致中毒。处理具有刺激性、恶臭和有毒的化学药品时,如 H_2S 、 NO_2 、 Cl_2 、 Br_2 、 CO 、 SO_2 、 SO_3 、 HCl 、 HF 、浓硝酸、发烟硫酸、浓盐酸、乙酰氯等,必须在通风橱中进行。通风橱开启后,不要把头伸入橱内,并保持实验室通风良好。

实验中应避免手直接接触化学药品,尤其严禁手直接接触剧毒品。沾在皮肤上的有机物应当立即用大量清水和肥皂洗去,切莫用有机溶剂洗,否则只会加快化学药品渗入皮肤的速度。

溅落在桌面或地面的有机物应及时除去。如不慎损坏水银温度计,撒落在地上的水银应尽量收集起来,并用硫磺粉盖在洒落的地方。

实验所用剧毒物质由各课程组技术负责人负责保管,实验指导老师领取后适量发给使用人员,并将剩余药品回收。实验盛装有毒物质的器皿要贴标签注明,用后及时清洗,经常使用有毒物质进行实验的操作台及水槽要注明,实验后的有毒残渣必须按照实验室规定进行处理,不准乱丢。

在进行有毒物质实验时,若出现咽喉灼痛、嘴唇脱色或发绀、胃部痉挛或恶心呕吐、心悸头晕等症状时,则可能系中毒所致。视中毒原因施以下述急救后,立即送医院治疗,不得延误。

(1) 固体或液体毒物中毒:有毒物质尚在嘴里的立即吐掉,用大量水漱口。误食碱者,先饮大量水再喝些牛奶。误食酸者,先喝水,再服 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 乳剂,最后饮些牛奶。不要用催吐药,也不要服用碳酸盐或碳酸氢盐。

(2) 重金属盐中毒:喝一杯含有几克 MgSO_4 的水溶液后立即就医。不要服催吐药,以免引起危险或使病情复杂化。

(3) 砷和汞化物中毒者,必须紧急就医。

(4) 吸入气体或蒸气中毒:立即转移至室外,解开衣领和纽扣,呼吸新鲜空气。对休克者应施以人工呼吸,但不要用力对口法,并立即送医院急救。

(5) 对于强酸性腐蚀毒物,先饮大量的水,再服氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱性毒物,最好要先饮大量的水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。酸或碱中毒都需灌注牛奶,不要服催吐药。

(6) 汞容易由呼吸道进入人体,也可以经皮肤直接吸收而引起积累性中毒。严重中毒的征象是口中有金属气味,呼出气体也有气味;流唾液,牙床及嘴唇上有硫化汞的黑色;淋巴腺及唾液腺肿大。若不慎汞中毒时,应送医院急救。急性中毒时,通常用碳粉或催吐药彻底洗胃,或者食入蛋白(如 1 升牛奶加 3 个鸡蛋清)或蓖麻油解毒并催吐。

2. 割伤、烫伤、灼伤的预防与处理

1) 玻璃割伤

一般轻伤应及时挤出污血,并用消过毒的镊子取出玻璃碎片,用蒸馏水洗净伤口,

涂上碘酒，再用创可贴或绷带包扎；大伤口应立即用绷带扎紧伤口上部，使伤口停止流血，并立即送医院就诊。

2) 烫伤

被火焰、蒸气、红热的玻璃、铁器等烫伤时，应立即用大量水冲洗或浸泡伤口处，从而迅速降温以避免高温灼伤。

对轻微烫伤，可在伤处涂些鱼肝油、烫伤油膏或万花油后包扎。若皮肤起泡(二级灼伤)，不要弄破水泡，以免感染，应用纱布包扎后送医院治疗；若伤处皮肤呈棕色或黑色(三级灼伤)，应用干燥而无菌的消毒纱布轻轻包扎好，并立即送医院治疗。

3. 被酸、碱或酚灼伤

(1) 皮肤被酸灼伤要立即用大量流动清水冲洗(皮肤被浓硫酸沾污时切忌先用水冲洗，以免硫酸水合时强烈放热而加重伤势，应先用干抹布吸去浓硫酸，然后用清水冲洗)，彻底冲洗后可用2%~5%的碳酸氢钠溶液或肥皂水进行中和，最后用水冲洗，涂上药品凡士林。

(2) 碱液灼伤要立即用大量流动清水冲洗，再用2%醋酸或3%硼酸溶液进一步冲洗，最后用水冲洗，再涂上药品凡士林。

(3) 酚灼伤时立即用30%酒精揩洗数遍，再用大量清水冲洗干净后用硫酸钠饱和溶液湿敷4~6 h。由于酚用水冲淡为1:1或2:1浓度时，瞬间可使皮肤损伤加重而增加酚吸收，故不可先用水冲洗污染面。

受上述灼伤后，若创面起水泡，均不宜把水泡挑破。重伤者经初步处理后，立即送医务室。

4. 酸液、碱液或其他异物溅入眼中

(1) 若酸液溅入眼中，立即用大量水冲洗，再用1%碳酸氢钠溶液冲洗。

(2) 若碱液溅入眼中，立即用大量水冲洗，再用1%硼酸溶液冲洗。洗眼时要保持眼皮张开，可由他人帮助翻开眼睑，持续冲洗15 min。重伤者经初步处理后立即送医院治疗。

(3) 若木屑、尘粒等异物溅入眼中，可由他人翻开眼睑，用消毒棉签轻轻取出异物，或任其流泪，待异物排出后，再滴入几滴鱼肝油。若玻璃屑进入眼睛内，则是比较危险的，这时要尽量保持平静，绝不可用手揉擦，也不要让别人翻眼睑，尽量不要转动眼球(可任其流泪，有时碎屑会随泪水流出)，用纱布轻轻包住眼睛后，立即将伤者送医院处理。

(四) 安全用电

实验中常使用电炉、电热套、磁力加热搅拌器、真空泵、烘箱等电器，使用时，应防止人体与电器导电部分直接接触。不能用湿的手接触电插头或手握湿的物体接触电插头。电热套内严禁滴入水等溶剂，以防止电器短路。

为了防止触电，装置和设备的金属外壳等应连接地线，实验后应先关仪器开关，再将连接电源的插头拨下。检查电器设备是否漏电应该用试电笔，凡是漏电的仪器，一律不能使用。

发生触电时的急救方法：①关闭电源；②用干木棍使导线与触电者分开；③使触电者和土地分离，急救时急救者必须做好防止触电的安全措施，手或脚必须绝缘。必要时进行人工呼吸并送医院救治。

三、实验室“三废”的处置

药物化学实验室的“三废”指药物化学实验教学和科学实验过程中产生的废弃物，包括废气、废液和废渣(固体废弃物)。这些废弃物数量虽然少，但种类多、组成复杂，且浓度高。大多数的废弃物具有易燃性、腐蚀性、毒性及致癌性，若直接排放将严重威胁环境和人类健康。由于目前国家还没有实验室“三废”处置的统一规定和相关标准，各科研单位、高校的实验室执行的是自己的“三废”处置规定。实验室“三废”的处置就是对实验室产生的一般废气、废液、废渣进行回收和综合利用，不能利用的则进行无害化处理，以达到国家规定的排放标准；而特殊的如剧毒、放射性废弃物，则分类收集、妥善保管，交给专门机构处置。

(一)药物化学实验“三废”的处置原则

药物化学实验室和许多化学类实验室一样，产生的“三废”种类多、数量少、浓度高，很难实行集中规模处理，一般采取分散及时处置的方法，包括无害化、分类收集、回收利用或交给专业机构处理。在分散及时处置的过程中，还应该遵循如下原则：①在确知废弃物相当稀少而且安全的情况下，才可以排放；②利用分离手段截留危险物，只排放安全部分；③尽量浓缩废液，使体积变小，然后收集贮存；④有机溶剂尽量回收，不能回收的交给专业机构处置；⑤有毒气体经过吸收装置收集，交专业机构处置；⑥废液需在合适的密闭容器中存放于安全的地方，不能混存。

“三废”收集的一般方法有以下几种：

- (1)分类收集法：按废弃物的类别性质和状态不同，分门别类收集。
- (2)按量收集法：根据实验过程中排出的废弃物的量的多少或浓度高低予以收集。
- (3)相似归类收集法：性质或处理方式、方法等相似的废弃物应收集在一起。
- (4)单独收集法：危险废弃物应予以单独收集处理。

实验室的“三废”收集后，必须经过无害化处置才能排放。对于难处理的剧毒废弃物收集后应交由专业部门进行无害化处理。表 1-1 总结了实验室常见“三废”种类及处置方法。

表 1-1 实验室常见废弃物种类及处置方法

废弃物种类		处理方法	备注
汞 废 物	金属汞洒落	①用滴管、毛笔或在硝酸汞的酸性溶液中浸过的薄铜片、粗铜丝将撒落的汞收集于烧杯中，并用水覆盖；②若撒落的小汞滴难以收集则撒上硫磺粉，喷酸性高锰酸钾溶液 2 h 后清除，或喷 20%三氯化铁溶液待干后清除	
	室内汞蒸气达到 0.01 mg/m ³	碘加热升华，碘蒸气与汞反应生成不挥发的碘化汞吸附在天花板、地板、墙壁和器物表面后再清除	

续表

废弃物种类		处理方法	备注
	汞废液	①硫化物共沉淀法：先将含汞盐的废液的 pH 调至 8~10，然后加入过量的 Na ₂ S，使其生成 HgS 沉淀；再加入 FeSO ₄ （共沉淀剂），与过量的 S ²⁻ 生成 FeS 沉淀，FeS 将悬浮在水中难以沉淀的 HgS 微粒吸附共沉淀，然后静置、分离，再经离心、过滤，滤液的含汞量可降至 0.05 mg/L 以下。②还原法：用铜屑、铁屑、锌粒、硼氢化钠等作还原剂，可以直接回收金属汞	废液中汞的最高容许排放浓度为 0.05 mg/L（以 Hg 计）
	铅、镉废液	①氢氧化物沉淀法：用碱或石灰乳将废液 pH 调至 9，使废液中的 Pb ²⁺ 、Cd ²⁺ 生成 Pb(OH) ₂ 和 Cd(OH) ₂ 沉淀，再加入硫酸亚铁作为共沉淀剂，沉淀物可与其他无机物混合进行烧结处理，清液可排放。②离子交换法：与水中其他离子相比，Cd ²⁺ 与阳离子交换树脂有更强的结合力，用强酸性阳离子交换树脂处理，可将废水中的 Cd ²⁺ 全部除去	镉小于 0.1 mg/L
铬废液	铬酸洗液（废）	在 110~130 ℃ 下不断搅拌，加热浓缩，除去水分，冷却至室温，边搅拌边缓缓加入高锰酸钾粉末，直至溶液呈深褐色或微紫色（1 L 铬酸洗液中加入约 10 g 高锰酸钾），加热至有二氧化锰沉淀出现，稍冷，用玻璃砂芯漏斗过滤，除去二氧化锰沉淀后即可使用	
	含铬废液	采用还原剂（如铁粉、锌粉、亚硫酸钠、硫酸亚铁、二氧化硫或水合肼等），在酸性条件下将 Cr ⁶⁺ 还原为 Cr ³⁺ ，然后加入碱（如氢氧化钠、氢氧化钙、碳酸钠、石灰等），调节废液 pH，生成低毒的 Cr(OH) ₃ 沉淀，分离沉淀，清液可排放。沉淀它用或另外处理	
铜废液	酸性含铜废液	以 CuSO ₄ 废液和 CuCl ₂ 废液为常见，一般可采用硫化物沉淀法进行处理（pH 调节至 6 左右），也可用铁屑还原法回收铜	
	碱性含铜废液	如含铜铵腐蚀废液等，其浓度较低且含有杂质，可采用硫酸亚铁还原法处理，其操作简单、效果较佳	
砷	砷废液	加入氧化钙，使 pH 为 8，生成砷酸钙和亚砷酸钙沉淀，在 Fe ³⁺ 存在时共沉淀。或使溶液 pH 大于 10，加入硫化钠，与砷反应生成难溶、低毒的硫化砷沉淀	
	砷气体	利用 5% KMnO ₄ ，5% NaOH 溶液吸收	
酚	低浓度废液	低浓度含酚废液中加入次氯酸钠或漂白粉，使酚氧化为水和二氧化碳	
	高浓度废液	用丁酸乙酯萃取，再用少量氢氧化钠溶液反复萃取，调节 pH 后，进行重蒸馏，提纯后使用	
氰	低浓度废液	加入氢氧化钠调节 pH 为 10 以上，再加入高锰酸钾粉末（3%），使氰化物分解	含氰化物废液不得乱倒或与酸混合，否则生成的挥发性氰化氢气体有剧毒
	高浓度废液	用碱调至 pH 为 10 以上，加入次氯酸钠或漂白粉。经充分搅拌，氰化物分解为二氧化碳和氮气，放置 24 h 后排放	
综合废液		用酸、碱调节废液 pH 为 3~4，加入铁粉，搅拌 30 min，然后用碱调节 pH 为 9 左右，继续搅拌 10 min，加入硫酸铝或碱式氯化铝混凝剂进行混凝沉淀，上清液可直接排放，沉淀以废渣方式处理	

(二) 废气的处置

所有产生废气的实验必须备有吸收或处理装置。例如，NO₂、SO₂、Cl₂、H₂S、HF 等可用导管通入碱液中使其大部分被吸收后排出；在反应、加热、蒸馏过程中不能冷凝的气体，在排入通风橱之前，要进行吸收或其他处理，以免污染空气。常用的气体吸附剂有氢氧化钠稀溶液、稀酸、浓硫酸、活性炭、分子筛、水等。

(三) 废液的处置

废液是药物化学实验室产生的最多的、种类最复杂的废弃物。废液处置应遵循以下原则：对高浓度废酸、废碱液要经中和至中性时才能排放；对于含少量被测物和其他试剂的高浓度有机溶剂应集中贮存，以便回收再用，低浓度的经处理后排放；贮存时应根据废液性质确定贮存容器和贮存条件；不同种废液一般不允许混合；存放地点应避光、远离热源，以免发生不良化学反应；废液贮存容器必须贴上标签，写明品名、危险级别、收集时间等信息。

在对废液进行简单处置和收集的时候应充分考虑废液的性质，例如，毒性废液和含国家管制的毒品的废液应简单处置后分类收集、集中销毁或交由专业机构处置。在不了解废液性质及处置方式的情况下，不要尝试对废液进行处置。在处置的过程中还要注意：①充分了解处理方法；②皮肤吸收致毒的废液；③有毒气体和爆炸性物质的产生(不能随意混合废液)；④处理废液自身的反应有可能是剧烈的放热反应，存在安全隐患。

下面介绍几种常见的废液处置方法：

(1) 废酸(废碱)液处置：可以将废酸废碱液相互中和至中性，中和后用大量水冲洗；氢氧化钠溶液和氨水可以用 6 mol/L 盐酸中和后用水冲洗。

(2) 含氰废液：加入氢氧化钠使 pH 达到 10 以上，加入过量的高锰酸钾(3%)溶液，使 CN^- 氧化分解。如氰含量高，可加入过量的次氯酸钙和氢氧化钠溶液。

(3) 有机废液的处理：对可以回收利用的溶剂应及时回收，不能回收的交由专业机构处置。做性质实验产生的少量有毒废液，通过加适量的氧化剂氧化后倒入废液桶。

(4) 含重金属离子废液的处理：处理重金属离子废液最经济、最有效的方法是加入 Na_2S 或 NaOH ，使重金属离子形成难溶性的硫化物或氢氧化物而分离除去。

(四) 固体废物处置

原则上药物化学实验过程中产生的废渣不能直接丢弃到环境中，要统一分类收集，交由专业机构处理。

实验室固体废弃物收集原则：①危险物和一般废物分开；②可回收利用的物质和不可回收利用的物质分开；③可燃烧的物质和不可燃烧的物质分开；④收集的废弃物应装在专门的密闭容器中，贴上标签(名称、时间、危险级别)，存放于指定的地方。需要指出的是，药物化学实验室的固体废物中有很大部分是药物(合成产品)，这部分废物要尽量加以利用，不能利用的则按相关规定销毁。

药物化学实验室还有可能产生的一种特殊的废弃物就是放射性废弃物。这些废弃物往往属于中低水平的放射物，应该收集在专门的容器内并贴上醒目的标识，交由专业机构处理。

四、药物化学实验常用器皿及设备

玻璃的主要成分为硅酸盐，具有化学性质稳定(常温常压下不易与其他物质发生反应)、耐骤冷骤热、透明(便于观察)等优点，因此，药物化学实验室的反应容器、器皿等多为玻璃制品。通常按玻璃中 SiO_2 的含量以及碱金属、碱土金属氧化物的含量不同可分

为：①石英玻璃($\text{SiO}_2 > 99.5\%$)，紫外光和红外光透过性好，常用在光学仪器中，如石英比色皿；②高硅氧玻璃(SiO_2 约为96%)，其性质和用途与石英玻璃相似；③钠钙玻璃(SiO_2 , Na_2O 15%, CaO 16%)，常用于生产玻璃瓶罐、器皿、玻璃板等；④铅硅酸盐玻璃(主要成分有 SiO_2 和 PbO)，其中 PbO 含量高的铅硅酸盐玻璃能阻挡 X 射线和 γ 射线；⑤铝硅酸盐玻璃(以 SiO_2 和 Al_2O_3 为主要成分)，软化温度高，常用于高温玻璃温度计、化学燃烧管和玻璃纤维等；⑥硼硅酸盐玻璃(以 SiO_2 和 B_2O_3 为主要成分)，具有耐燃性好(耐热冲击 $\Delta T > 150\text{ }^\circ\text{C}$ ，也称硬质玻璃)、化学性质稳定、光线透过性好等优点；⑦磷酸盐玻璃(以 SiO_2 和 P_2O_5 为主要成分)，折射率低、色散低，用于光学仪器中。

由于不同玻璃种类在化学组成和性质上差异很大，其用途也不一样，在实验过程中应结合具体的实验来选择适合的玻璃器皿和使用方式。例如，使用玻璃器皿要轻拿轻放；除少数例外(如试管等)，所有玻璃器皿不能直火加热；锥形瓶、平底烧瓶不耐压，不能用于减压系统；厚壁器皿如抽滤瓶不能加热；广口瓶不能贮存有机溶剂；温度计不能超限和当玻璃棒用。

药物化学实验过程中使用到的玻璃器皿及仪器种类繁多，用途和外形各异，且有时还要用到一些特殊的玻璃仪器，为简便起见，通常将其分为普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器两大类。

(一)普通玻璃器皿

药物化学实验使用的普通玻璃器皿是指不具有标准磨口的玻璃制品，常见的有烧杯、锥形瓶、吸滤瓶、玻璃漏斗、布氏漏斗、分液漏斗、量筒等，如图 1-1 所示。可查阅《实验室玻璃仪器手册》了解其性质和用途。普通玻璃器皿的口径大小不一，在安装时需要用软木塞和橡皮塞连接，特别是在仪器组合时不太方便。



图 1-1 普通玻璃器皿

(二)标准磨口玻璃仪器

在药物的合成制备、分离过程中常使用带标准磨口的仪器，称为标准磨口玻璃仪器，它是具有标准内磨口或标准外磨口的玻璃仪器。常用标准磨口仪器的形状、用途与普通仪器基本相同，只是其具有国际通用的标准磨口和磨塞。这种仪器具有标准化、通用化和系列化的优点，即磨口标号相同，不同仪器的磨口和磨塞可以互配，在仪器组合安装时很方便。标准磨口玻璃仪器是按国际通用标准生产的，依据大端直径的毫米数分为：10、14、19、24、29、34、40、50 八种。也有用两个数字表示磨口大小的，如 10/19 表示大端直径为 10 mm，磨口面长度为 19 mm。相同编号的磨口和磨塞可以紧密连接，不同磨口编号的仪器通过转接头(带标准磨口)来连接，因此可按需选配和组装仪器进行实

验, 这样可免去配塞和打孔, 又能避免软木塞和橡皮塞带来的污染。

使用磨口仪器时, 应保持仪器的磨口洁净, 不能沾有固体物质, 否则磨口不能紧密连接, 甚至会损坏磨口; 使用后应拆卸洗净, 在磨口和磨塞间放一小纸条, 以免放置过程中粘连; 在有强碱时磨口才涂润滑剂, 以防止碱液损坏磨口, 一般情况下, 磨口无需润滑剂。

常见磨口烧瓶如图 1-2 所示。



图 1-2 磨口烧瓶

冷凝管和其他常用玻璃器皿分别如图 1-3 和图 1-4 所示。



图 1-3 冷凝管

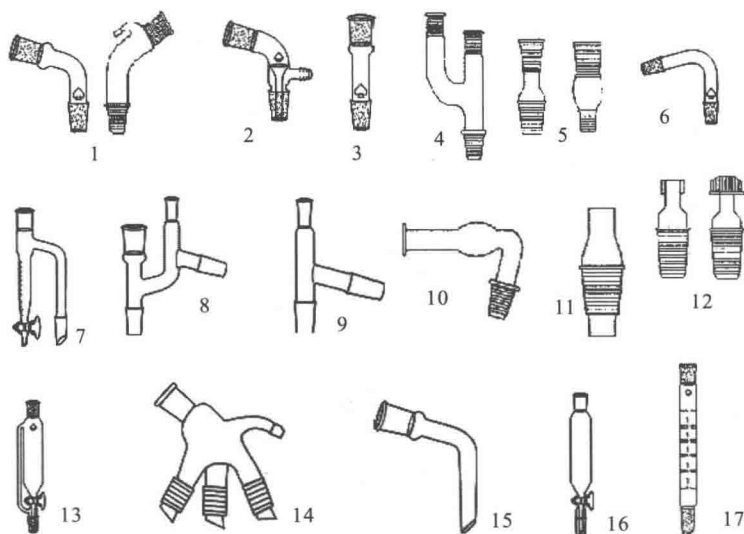


图 1-4 其他常用玻璃器皿

1—弯形接液管; 2—真空接液管; 3—标准接头; 4—二口连接管; 5—大小接头; 6—弯接头; 7—分水器; 8—克式蒸馏头; 9—蒸馏头; 10—弯形干燥管; 11—搅拌套管; 12—螺口接头; 13—恒压滴液漏斗; 14—多尾接液管; 15—普通接液管; 16—长形分液漏斗; 17—分馏柱