

# 现代药理学实验

## 教程

Xiandai Yaoxue Shiyān Jiāochéng

主编 吴勇 成丽



四川大学出版社

# 现代药学实验

# 教程

Xiandai Yaoxue Shiyān Jiāochéng

|    |     |     |     |     |     |
|----|-----|-----|-----|-----|-----|
| 主编 | 吴勇  | 成丽  |     |     |     |
| 编者 | 尤庆祥 | 尹红梅 | 尹宗宁 | 毛声俊 | 王天志 |
|    | 冉兰  | 成丽  | 何菱  | 何勤  | 余蓉  |
|    | 吴勇  | 李良琼 | 李举联 | 李涛  | 李章万 |
|    | 杜俊蓉 | 杨红  | 杨俊毅 | 陆彬  | 陈小瑞 |
|    | 周静  | 郑时龙 | 金辉  | 侯世祥 | 晁若冰 |
|    | 莫正纪 | 钱广生 | 黄园  | 黄静  | 龚涛  |
|    | 彭先凤 | 蒋学华 | 熊荣先 |     |     |



四川大学出版社

责任编辑:胡兴戎  
责任校对:李思莹  
封面设计:翼虎书装  
责任印制:李平

### 图书在版编目(CIP)数据

现代药理学实验教程 / 吴勇, 成丽主编. — 成都: 四川大学出版社, 2008.5

ISBN 978-7-5614-4022-3

I. 现… II. ①吴…②成… III. 药理学-实验-医学院校-教材 IV. R9-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 071678 号

### 书名 现代药理学实验教程

---

|      |                              |
|------|------------------------------|
| 主 编  | 吴 勇 成 丽                      |
| 出 版  | 四川大学出版社                      |
| 地 址  | 成都市一环路南一段 24 号 (610065)      |
| 发 行  | 四川大学出版社                      |
| 书 号  | ISBN 978-7-5614-4022-3/R·160 |
| 印 刷  | 成都蜀通印务有限责任公司                 |
| 成品尺寸 | 185 mm×260 mm                |
| 印 张  | 29                           |
| 字 数  | 746 千字                       |
| 版 次  | 2008 年 5 月第 1 版              |
| 印 次  | 2008 年 5 月第 1 次印刷            |
| 印 数  | 0 001~1 000 册                |
| 定 价  | 41.50 元                      |

◆读者邮购本书,请与本社发行科联系。电话:85408408/85401670/85408023 邮政编码:610065

◆本社图书如有印装质量问题,请寄回出版社调换。

◆网址:www.scupress.com.cn

---

版权所有◆侵权必究

# 前 言

《现代药理学实验教程》是根据教育部“高等教育面向 21 世纪教学内容和课程体系改革计划”精神编写的。我们本着药理学专业实验课发展需要，根据药理学专业实验教学基本要求和基本内容的精神，吸取国内外药理学实验教材的精华，以药理学实验教学为基础，编写了本实验教程，供药理学、化学、医学、卫生等专业师生使用。

本实验教程较全面地涵盖了药理学实验课程的内容，体现了多学科、学科间的交叉性。综合性强，内容详细，语言简洁，信息丰富。本教程在无机化学、有机化学、分析化学、物理化学四大基础化学实验的基础上，结合药理学专业实验教学特点，吸取药用植物学、药用生物化学、药物分析、药物化学、天然药物化学、生药学、药理学、生物药剂学与药物动力学、药剂学等多门学科实验的精华，将其融为一体，使之更加系统、科学，以便学生更全面地掌握药理学领域学科知识。

本实验教程主要分为两部分，第一部分为药理学实验基础知识，第二部分为实验部分。实验部分以专业基础实验（药用植物学、药用生物化学），专业实验（药物分析、生药学、药理学、药物化学、天然药物化学、生物药剂学与药物动力学、药剂学）为序编写。

为了培养创新型人才，开拓学生视野，提高科研能力，为后期高素质人才培养奠定基础，在编写过程中，我们将各药理学学科专业实验相互渗透、横向交叉、有机地整合起来，建立具有一定水平的实验教学平台，结合药理学各专业学科特点、性质，精选了部分涉及近代药理学实验的新理论、新技术、新方法的实验。同时，我们还特别编写了综合性、设计性、创新性实验。全书共 160 多个实验，囊括了演示、训练、验证、综合、设计等多种类型的实验并附有大量的思考题。本教程具有综合性、渗透性、交叉性、创新性、实用性等特点。为学生提供专业英语交流和应用的实际环境，部分专业实验采用英文编写。为扩大知识面，书后附有大量的图表、各专业常见的理化数据，供学生查阅使用。

吴勇教授对本教程内容的选择、全书的审定做了非常重要的工作。本教程第一篇及附录部分由成丽编写；第二篇第一、四章由王天志、熊荣先、李涛编写；第二篇第二章由彭先

凤、余蓉编写；第二篇第三章由晁若冰、李章万、冉兰、钱广生编写；第二篇第五章由莫正纪、杜俊蓉、陈小瑞编写；第二篇第六章、第七章由尤庆祥、李良琼、郑时龙、李举联、杨红、何菱、尹红梅、金辉、黄静、成丽编写；第二篇第八章由蒋学华、杨俊毅、周静编写；第二篇第九章由陆彬、侯世祥、何勤、黄园、毛声俊、尹宗宁、龚涛编写。

在本教程的编写过程中，四川大学华西药学院领导给予了大力支持，各学科专家、教授、主管实验教学的教师及现代药学专业教学中心实验室全体同仁精益求精，付出了大量的心血和劳动，在此，我们表示衷心的感谢。本教程是在原药学专业实验教材的基础上，结合与药学学科及各相关学科实验教学多年来积累的经验编写而成的，为此，特向在本教程前期编写中付出大量心血的所有老师表示诚挚的谢意。

本教程初次编写问世，内容所涉及的学科多、领域广，由于时间仓促，编写中难免存在错误或不当之处，恳请广大师生和读者不吝指正。

**编 者**

2008年1月



# 目 录

## 第一篇 现代药学实验技术导论

|                               |        |
|-------------------------------|--------|
| <b>第一章 实验室常用技术及分析方法</b> ..... | ( 3 )  |
| 第一节 实验室基本操作.....              | ( 3 )  |
| 第二节 色谱分离及鉴定.....              | ( 16 ) |
| 第三节 毛细管电泳.....                | ( 35 ) |
| 第四节 紫外光谱.....                 | ( 37 ) |
| <b>第二章 药学实验常识</b> .....       | ( 45 ) |
| 第一节 实验室规则.....                | ( 45 ) |
| 第二节 实验室安全知识.....              | ( 45 ) |
| 第三节 常用仪器.....                 | ( 54 ) |

## 第二篇 实验部分

|                          |        |
|--------------------------|--------|
| <b>第一章 药用植物学实验</b> ..... | ( 69 ) |
| 第一节 专业基础实验.....          | ( 69 ) |
| 实验一 显微镜的构造与使用及徒手切片.....  | ( 69 ) |
| 实验二 植物细胞及细胞壁的特化.....     | ( 71 ) |
| 实验三 细胞内含物及测微尺的使用.....    | ( 73 ) |
| 实验四 保护与分泌组织.....         | ( 75 ) |
| 实验五 机械与输导组织及维管束类型.....   | ( 77 ) |
| 实验六 根的外形和组织特征.....       | ( 79 ) |
| 实验七 茎的外形和组织特征.....       | ( 81 ) |
| 实验八 叶的外形和组织构造.....       | ( 83 ) |
| 实验九 典型花的组成及类型.....       | ( 85 ) |
| 实验十 果实及种子.....           | ( 87 ) |

|       |                              |         |
|-------|------------------------------|---------|
| 实验十一  | 被子植物检索表的使用 (一)               | ( 89 )  |
| 实验十二  | 被子植物检索表的使用 (二)               | ( 89 )  |
| 实验十三  | 被子植物检索表的使用 (三)               | ( 89 )  |
| 实验十四  | 被子植物检索表的使用 (四)               | ( 90 )  |
| 第二节   | 综合性、设计性实验                    | ( 91 )  |
| 实验十五  | 花序及花的记载                      | ( 91 )  |
| 实验十六  | 藻、菌、地衣及苔藓植物的一般特征             | ( 94 )  |
| 实验十七  | 蕨类植物                         | ( 94 )  |
| 实验十八  | 裸子植物                         | ( 96 )  |
| 第二章   | 药用生物化学实验                     | ( 97 )  |
| 第一节   | 专业基础实验                       | ( 97 )  |
| 实验一   | 蛋白质化学                        | ( 97 )  |
| 实验二   | 酪蛋白的制备                       | ( 100 ) |
| 实验三   | 酶化学                          | ( 101 ) |
| 实验四   | SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法测定蛋白质的相对分子质量   | ( 106 ) |
| 实验五   | 聚丙烯酰胺梯度凝胶电泳法测定蛋白质的相对分子质量     | ( 112 ) |
| 实验六   | 聚丙烯酰胺凝胶电泳分离血清蛋白质             | ( 116 ) |
| 实验七   | 血清 $\gamma$ -球蛋白的分离与纯化       | ( 118 ) |
| 实验八   | 双缩脲法测定蛋白质含量                  | ( 120 ) |
| 实验九   | 血清蛋白含量测定——酚试剂法 (Folin-Denis) | ( 121 ) |
| 实验十   | 胎盘球蛋白的含量测定                   | ( 121 ) |
| 实验十一  | 乙酸纤维素薄膜电泳分离核苷酸               | ( 123 ) |
| 实验十二  | 血清蛋白乙酸纤维素薄膜电泳                | ( 124 ) |
| 实验十三  | DNA 的含量测定——定糖法               | ( 126 ) |
| 实验十四  | DNA 的含量测定——紫外吸收法             | ( 127 ) |
| 实验十五  | 血清谷-丙转氨酶活性的测定 (金氏法)          | ( 128 ) |
| 实验十六  | 转氨基作用                        | ( 130 ) |
| 实验十七  | 胰岛素和肾上腺素对血糖浓度的影响             | ( 131 ) |
| 实验十八  | 血糖的测定 (吴宪-Folin 法)           | ( 132 ) |
| 实验十九  | 酚标准液的制备及标准曲线的制作              | ( 133 ) |
| 实验二十  | 底物浓度对酶活性的影响——碱性磷酸酶米氏常数的测定    | ( 134 ) |
| 实验二十一 | 碱性磷酸酶的提取、分离与纯化               | ( 136 ) |
| 实验二十二 | 酮体的生成和鉴定                     | ( 137 ) |
| 实验二十三 | 肝脏精氨酸酶的作用                    | ( 138 ) |

|            |                               |       |
|------------|-------------------------------|-------|
| 实验二十四      | 凝胶层析法分离血红蛋白与核黄素               | (139) |
| 实验二十五      | 离子交换柱层析分离氨基酸                  | (140) |
| 第二节        | 综合性、设计性实验                     | (141) |
| 实验二十六      | DNA 的制备                       | (141) |
| 实验二十七      | 琼脂凝胶免疫电泳                      | (142) |
| 实验二十八      | 生物药物纯化技术与纯度鉴定                 | (143) |
| <b>第三章</b> | <b>药物分析实验</b>                 | (145) |
| 第一节        | 专业基础实验                        | (145) |
| 实验一        | 氯化钠的杂质检查                      | (145) |
| 实验二        | 蒸馏水的杂质检查                      | (148) |
| 实验三        | 药物中特殊杂质的检查                    | (149) |
| 实验四        | 阿司匹林肠溶片的含量测定                  | (151) |
| 实验五        | 诺氟沙星(氟哌酸)含氟量的测定               | (152) |
| 实验六        | 酚磺乙胺注射液的含量测定                  | (153) |
| 实验七        | 硫酸阿托品片的含量测定                   | (157) |
| 实验八        | 复方磺胺甲噁唑片的含量测定                 | (158) |
| 实验九        | 维生素 C 注射液的分析                  | (160) |
| 实验十        | 盐酸普鲁卡因注射液的分析                  | (161) |
| 实验十一       | 两种复方解热镇痛药的含量测定                | (162) |
| 实验十二       | 药房制剂的快速检验                     | (164) |
| 实验十三       | 常用安眠镇静类药物的鉴别                  | (166) |
| 实验十四       | 血浆中苯妥英浓度的高效液相色谱法测定            | (168) |
| 实验十五       | 黄体酮中其他甾体的检查和含量测定              | (170) |
| 实验十六       | 气相色谱法测定酞剂中乙醇含量                | (171) |
| 第二节        | 综合性、设计性实验                     | (172) |
| 实验十七       | 维生素 B <sub>1</sub> 片的分析       | (172) |
| 实验十八       | 复方磺胺嘧啶片含量测定方法的设计              | (173) |
| 实验十九       | 维生素 B <sub>1</sub> 片含量测定方法的验证 | (173) |
| <b>第四章</b> | <b>生药学实验</b>                  | (175) |
| 第一节        | 专业基础实验                        | (175) |
| 实验一        | 生药性状的一般记述                     | (175) |
| 实验二        | 显微标本片的制作                      | (176) |
| 实验三        | 显微测微尺的使用                      | (178) |
| 实验四        | 显微绘图                          | (178) |



|            |                              |              |
|------------|------------------------------|--------------|
| 实验五        | 生药的显微化学反应·····               | (180)        |
| 实验六        | 根与根茎类药材的鉴定·····              | (181)        |
| 实验七        | 茎类药材的鉴定·····                 | (185)        |
| 实验八        | 皮类药材的鉴定·····                 | (187)        |
| 实验九        | 叶类药材的鉴定·····                 | (188)        |
| 实验十        | 花类药材的鉴定·····                 | (190)        |
| 实验十一       | 果实和种子类药材的鉴定·····             | (192)        |
| 实验十二       | 全草类药材的鉴定·····                | (193)        |
| 实验十三       | 生药中水分的含量测定——甲苯法·····         | (194)        |
| 实验十四       | 生药中灰分的含量测定·····              | (195)        |
| 实验十五       | 生药中浸出物的含量测定·····             | (195)        |
| 实验十六       | 生药中挥发油的含量测定·····             | (196)        |
| 第二节        | 综合性、设计性实验·····               | (197)        |
| 实验十七       | 药材及其伪品的鉴别·····               | (197)        |
| 实验十八       | 中成药的显微鉴定·····                | (198)        |
| 实验十九       | 高效液相色谱法在中药材、中成药质量评价中的应用····· | (199)        |
| 实验二十       | 橙皮苷的提取、分离·····               | (201)        |
| 实验二十一      | 药材质量标准的制定·····               | (201)        |
| <b>第五章</b> | <b>药理学实验</b> ·····           | <b>(203)</b> |
| 第一节        | 专业基础实验·····                  | (203)        |
| 实验一        | 实验动物的捉持和给药法·····             | (203)        |
| 实验二        | 实验动物的性别鉴别、编号和处死法·····        | (208)        |
| 实验三        | 给药途径对药物作用的影响·····            | (209)        |
| 实验四        | 肝脏功能状态对药物作用的影响·····          | (210)        |
| 实验五        | 肾脏功能状态对药物作用的影响·····          | (211)        |
| 实验六        | 传出神经药物对兔眼瞳孔的作用·····          | (212)        |
| 实验七        | 传出神经药物对离体兔肠的作用·····          | (213)        |
| 实验八        | 传出神经药物对兔血压的影响·····           | (214)        |
| 实验九        | 药物的镇痛作用(热板法)·····            | (216)        |
| 实验十        | 药物对动物自发活动的影响·····            | (217)        |
| 实验十一       | 强心苷对离体蛙心的作用(斯氏法)·····        | (219)        |
| 实验十二       | 注射液的溶血性试验·····               | (220)        |
| 第二节        | 综合性、设计性实验·····               | (221)        |
| 实验十三       | 敌百虫急性半数致死剂量的测定·····          | (221)        |

|            |                                     |              |
|------------|-------------------------------------|--------------|
| 实验十四       | 药物的抗电惊厥作用·····                      | (228)        |
| 实验十五       | 药物对中枢神经兴奋药所致惊厥的作用·····              | (229)        |
| 实验十六       | 不同强心药对培养心肌和细胞功能的影响·····             | (230)        |
| 实验十七       | 抗肿瘤新药药效学及安全性评价——抗肿瘤药物体外筛选实验·····    | (233)        |
| 实验十八       | 新药对小鼠肉瘤 S <sub>180</sub> 的实验治疗····· | (234)        |
| <b>第六章</b> | <b>药物化学实验</b> ·····                 | <b>(236)</b> |
| 第一节        | 专业基础实验·····                         | (236)        |
| 实验一        | 正溴丁烷的制备(卤代)·····                    | (236)        |
| 实验二        | 制备绝对乙醚·····                         | (238)        |
| 实验三        | 2-甲基-2-己醇的制备(Grignard 反应)·····      | (239)        |
| 实验四        | 乙酸乙酯的制备(酯化)·····                    | (241)        |
| 实验五        | 肉桂酸的制备(Perkin 反应)·····              | (243)        |
| 实验六        | 氢化肉桂酸的制备(催化氢化)·····                 | (244)        |
| 实验七        | 藜芦酸的制备(甲基化、氧化)·····                 | (247)        |
| 实验八        | 对氯甲苯的制备(Sandmeyer 反应)·····          | (249)        |
| 实验九        | 贝诺酯的制备·····                         | (251)        |
| 实验十        | 光化学反应·····                          | (252)        |
| 实验十一       | 肽的合成·····                           | (254)        |
| 实验十二       | 相转移反应——苦杏仁酸的合成·····                 | (261)        |
| 实验十三       | 旋光异构体的拆分——外消旋苦杏仁酸的拆分·····           | (262)        |
| 第二节        | 综合性、设计性实验·····                      | (265)        |
| 实验十四       | 3,4,5-三甲氧基苄氨嘧啶的合成·····              | (265)        |
| 实验十五       | 磺胺甲噁唑的合成·····                       | (266)        |
| 实验十六       | 微波辐射药物合成·····                       | (267)        |
| 实验十七       | 乙氧黄酮的合成·····                        | (271)        |
| 实验十八       | 尼美舒利的合成·····                        | (272)        |
| 实验十九       | 异鼠李素的合成·····                        | (274)        |
| <b>第七章</b> | <b>天然药物化学实验</b> ·····               | <b>(277)</b> |
| 第一节        | 专业基础实验·····                         | (277)        |
| 实验一        | 天然药物化学成分的预试验·····                   | (277)        |
| 实验二        | 天然药物化学成分的鉴别实验·····                  | (280)        |
| 实验三        | 汉防己中汉防己甲素、乙素的提取、分离和鉴定·····          | (284)        |
| 实验四        | 贯叶金丝桃中金丝桃素的提取、分离和鉴定·····            | (288)        |
| 实验五        | 苦丁茶原植物中总皂苷的提取、分离和初步鉴定·····          | (289)        |

|  |              |
|--|--------------|
| 实验六 生物碱的系统分离法·····   | (291)        |
| 实验七 芦丁的提取、分离和鉴定及维脑路通的合成·····   | (294)        |
| 实验八 Extraction, Isolation and Identification of Rutin and Quercetin ·····  | (303)        |
| 实验九 Extraction, Isolation and Identification of Matrine and Oxymatrine ··· | (305)        |
| 第二节 综合性、设计性实验·····   | (307)        |
| 实验十 西地兰的提取、分离及鉴定·····  | (307)        |
| 实验十一 地高辛的提取、分离及鉴别·····   | (310)        |
| 实验十二 青蒿素的提取、分离及鉴定·····   | (312)        |
| 实验十三 紫杉醇的提取、分离及鉴定·····   | (316)        |
| <b>第八章 生物药剂学与药物动力学实验·····</b>  | <b>(320)</b> |
| 第一节 专业基础实验·····  | (320)        |
| 实验一 片剂溶出度的测定·····  | (320)        |
| 实验二 大鼠在体小肠吸收实验·····  | (325)        |
| 实验三 肌内注射青霉素 G 钾动力学研究 ·····   | (327)        |
| 实验四 庆大霉素血药浓度及药物动力学参数测定 (微生物法) ·····  | (329)        |
| 实验五 药物动力学双隔室模型模拟试验·····  | (330)        |
| 第二节 综合性、设计性实验·····   | (332)        |
| 实验六 血药法测定对乙酰氨基酚片的生物利用度·····  | (332)        |
| 实验七 尿药法测定人体口服对乙酰氨基酚片的药物动力学参数·····  | (334)        |
| <b>第九章 药剂学实验·····</b>  | <b>(338)</b> |
| 第一节 专业基础实验·····  | (338)        |
| 实验一 溶液型与胶体型液体制剂的制备·····  | (338)        |
| 实验二 混悬型液体制剂的制备·····  | (341)        |
| 实验三 乳剂型液体制剂的制备·····  | (344)        |
| 实验四 中药颗粒剂及胶囊剂的制备·····  | (346)        |
| 实验五 5%维生素 C 注射液配方及工艺设计 ·····   | (348)        |
| 实验六 5%维生素 C 注射液的制备 ·····   | (350)        |
| 实验七 氯霉素滴眼剂的制备·····   | (352)        |
| 实验八 软膏剂的制备及不同类型基质体外释药实验·····   | (354)        |
| 实验九 膜剂的制备·····   | (358)        |
| 实验十 栓剂的制备及栓剂置换价的测定·····  | (360)        |
| 实验十一 微型胶囊的制备·····  | (362)        |
| 实验十二 Preparation of Microcapsules ·····                                    | (364)        |
| 实验十三 乙酰水杨酸片的制备·····  | (365)        |

|   |       |
|---|-------|
| 第二节 综合性、设计性实验·····                                    | (369) |
| 实验十四 滴丸剂的制备·····                                      | (369) |
| 实验十五 微丸的制备·····                                       | (370) |
| 实验十六 脂质体的制备·····                                      | (371) |
| 实验十七 Preparation of Liposome·····                     | (373) |
| 实验十八 Preparation of Acetylsalicylic Acid Tablets····· | (375) |
| 附录一 化学试剂的规格及危险化学品药品的使用和贮藏·····                        | (379) |
| 附录二 被子植物门分科检索表·····                                   | (383) |
| 附录三 常用试剂的配制方法·····                                    | (419) |
| 附录四 常见溶剂间的共沸混合物·····                                  | (422) |
| 附录五 常用酸碱溶液的密度及百分组成表·····                              | (423) |
| 附录六 生药常用试剂及其配制·····                                   | (427) |
| 附录七 天然植物药材中水分含量测定方法·····                              | (429) |
| 附录八 生药主要化学成分的定性试验·····                                | (430) |
| 附录九 常用缓冲溶液的配制·····                                    | (432) |
| 附录十 常用指示剂·····  | (433) |
| 附录十一 常用生理溶液的成分和配制·····                                | (435) |
| 附录十二 常用有机溶剂的性质及回收和精制·····                             | (436) |
| 附录十三 干燥剂使用指南·····                                     | (440) |
| 附录十四 一些国产离子交换树脂的规格及树脂的预处理和再生·····                     | (441) |
| 附录十五 薄层层析常用吸附剂及其性质与规格·····                            | (443) |
| 参考文献·····   | (445) |

第 一 篇

**现代药学实验技术导论**





# 第一章 实验室常用技术及分析方法

## 第一节 实验室基本操作

### 一、熔点测定

熔点 (melting point) 是指固体物质在一个大气压下加热时由固态转变为液态时的温度, 亦指一个大气压下固体物质达到固态和液态成平衡时的温度。纯净的有机物均有固定的熔点。加热纯固体化合物时, 从开始融熔至完全液化的温度范围就是该固体化合物的熔点。当纯固体化合物被加热时, 在一段时间内温度上升, 固体不熔; 当固体物质开始熔化时, 温度不会上升, 直至所有固体都转变为液体后温度才上升。固体化合物开始熔化至完全熔化 (初熔至全熔) 的温度范围被称为熔程。纯净固体物质的熔程一般不超过  $0.5^{\circ}\text{C}\sim 1^{\circ}\text{C}$ 。如化合物含有杂质, 其熔点往往偏低, 且熔程也较长。所以根据熔程可判断固体化合物的纯度。

测定熔点的装置和方法多种多样, 大体上可分为两类, 即毛细管法和显微法。

#### (一) 毛细管法测定熔点

##### 1. 装置

熔点测定的方法以毛细管法最为简便, 其装置如图 1-1-1 所示。

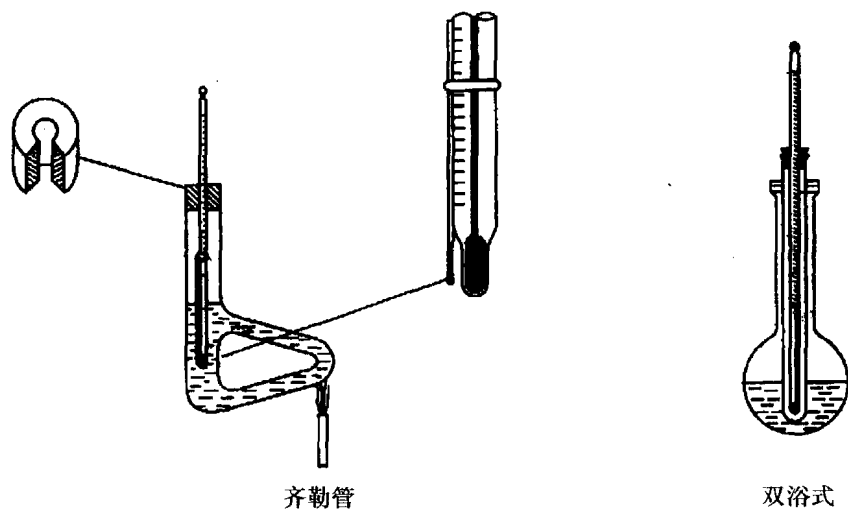


图 1-1-1 毛细管法测定熔点的装置

##### 2. 实验操作步骤

(1) 样品的装入: 将少许待测样品 (约  $0.1\text{g}$ ) 置于干净的表面皿上, 用玻棒或不锈钢刮刀将其研成粉末并集成一堆。将熔点管开口端向下插入粉末中, 然后把熔点管开口端向上, 轻轻地在桌面上敲击, 以使粉末落入和填满管底。或者取一支长  $30\text{cm}\sim 40\text{cm}$  的玻管,

垂直于一干净的表面皿上，将熔点管从玻管上端自由落下，使毛细管内装入高 2mm~3mm 紧密结实的样品，一般需如此重复数次。沾于管外的粉末须拭去，以免沾污加热浴液。要测得准确的熔点，样品一定要研得极细，装得密实，使热量的传导迅速、均匀。对于蜡状的样品，为了解决研细及装管的困难，只得选用较大口径（2mm 左右）的熔点管。

(2) 熔点浴：实验室常见的熔点浴有齐勒管和双浴式两种。

齐勒管（Thiele）又称 b 形管（如图 1-2-1 左侧所示）。管口装有开口软木塞，温度计插入其中，刻度应面向木塞开口，其水银球位于 b 形管上下两叉管口之间，装好样品的熔点管，借少许浴液粘附于温度计下端，使样品的部分置于水银球侧面中部（如图 1-2-1 中所示）。b 形管中装入加热液体（浴液），高度达上叉管处即可。在图示的部位加热，受热的浴液做沿管上升运动，从而促成了整个 b 形管内浴液呈对流循环，使得温度较均匀。

双浴式：如图 1-2-1 右侧所示，将试管经开口软木塞插入 250ml 平底烧瓶（或圆底烧瓶）内，直至离瓶底约 1cm 处。试管口也配一个开口软木塞，插入温度计，其水银球应距试管底 0.5cm。瓶内装入约占烧瓶 2/3 体积的加热液体，试管内也放入一些加热液体，使在插入温度计后，其液面高度与瓶内相同。熔点管粘附于温度计，与在 b 形管中相同。

在测定熔点时，凡是样品熔点在 220℃ 以下的，可采用浓硫酸作为浴液，亦可采用磷酸（可用于 300℃ 以下）、石蜡油或有机硅油等。如将 7 份浓硫酸和 3 份硫酸钾或 5.5 份浓硫酸和 4.5 份硫酸钾在通风橱中一起加热，直至固体溶解，这样的溶液可应用在 220℃~320℃ 的范围。若以 6 份浓硫酸和 4 份硫酸钾混合，则可使用至 365℃。

(3) 熔点的测定：将齐勒管垂直夹于铁架上，按前述方法装配完毕，以液体石蜡作为加热液体，用温度计水银球蘸取少许石蜡滴于熔点管上端外壁，即可使之粘着。将粘有熔点管的温度计小心地伸入浴液中，以小火缓缓加热。开始时升温速度可以较快，到距离熔点 10℃~15℃ 时，调整火焰，使升温速度为 1℃/min~2℃/min。越接近熔点，升温速度应越慢（掌握升温速度是准确测定熔点的关键）。这一方面是为了保证有充分的时间让热量由管外传至管内，以使固体熔化；另一方面因观察者不能同时观察温度计所示度数和样品的变化情况。只有缓慢加热，才能使此项误差减小。记下样品开始塌落并有液相产生时（初熔）和固体完全消失时（全熔）的温度计读数，即为该固体化合物的熔程。要注意在初熔前是否有萎缩或软化、放出气体以及其他分解现象。例如某物质在 120℃ 时开始萎缩，在 121℃ 时有液滴出现，在 122℃ 时全部液化，其熔点应为 121℃~122℃。

### 3. 注意事项

(1) 熔点测定至少应进行两次。每一次测定都必须用新的熔点管另装样品，不能将已测过熔点管再作第二次测定。因为有时某些物质会产生部分分解，有些会转变成具有不同熔点的其他结晶形式。测定易升华物质的熔点时，应将熔点管的开口端烧熔封闭，以免升华。

(2) 如果要测定未知物的熔点，应先对样品粗测一次。加热可以稍快，知道大致的熔点范围后，待浴温冷至熔点以下 30℃ 左右，再取另一根装样的熔点管作精密的测定。一定要待熔点浴冷却后，方可将油浴倒回瓶中。温度计冷却后，用废纸擦去浴油，否则温度计极易炸裂。

(3) 熔点测好后，温度计的读数须对照温度计校正图进行校正。

### (二) 显微法测定熔点

#### 1. 显微熔点测定仪

用毛细管法测定熔点，操作简便，但样品用量较大，测定时间长，同时不能观察出样品

在加热过程中晶形的转化及其变化过程。为克服这些缺点，实验室常使用显微熔点测定仪。

显微熔点测定仪在结构上可分为两大部分：显微镜和微量加热台。显微镜可以是专用于这种仪器的特殊显微镜，也可以是普通的显微镜。微量加热台的组成部件如图 1-1-2 所示。

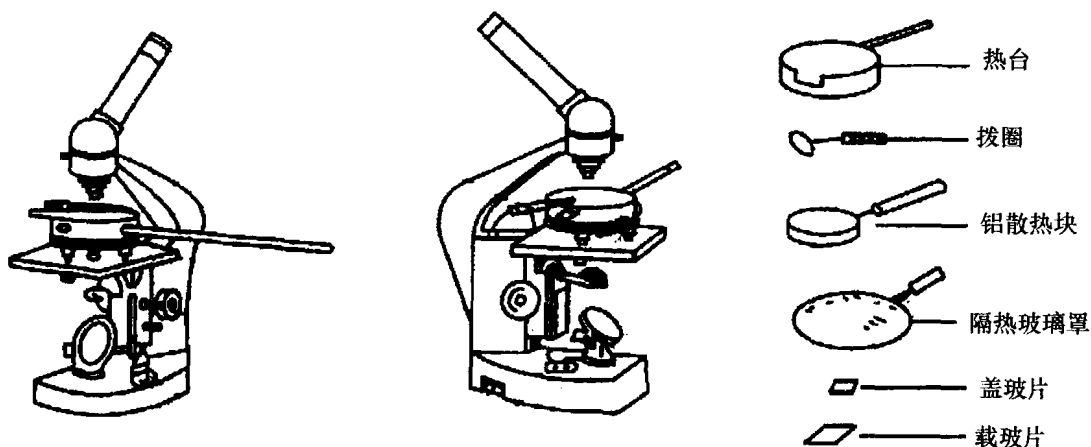


图 1-1-2 显微熔点测定仪

## 2. 实验操作步骤

先将载玻片洗净擦干，放在一个可移动的载玻片内，然后将微量样品放在载玻片上，使其位于加热器的中心孔上，再用盖玻片将样品盖住，放在圆玻璃盖下。打开光源，调节镜头，使显微镜焦点对准样品。开启加热器，用可变电阻调节加热速度，自显微镜的目镜中仔细观察样品晶形的变化和温度计中水银柱的上升情况（本仪器目镜视野分为两半，一半可直接看出温度计所示温度，另一半用于观察晶体的变化）。当温度接近样品的熔点时，控制温度上升的速度为  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。当样品开始熔化，结晶完全消失，即熔化完毕。重复两次操作并记录读数。

显微熔点测定仪的特点：①测微量样品的熔点；②测高熔点（熔点可达  $350^{\circ}\text{C}$ ）的样品；③通过放大镜可以观察样品在加热过程中变化的全过程，如失去结晶水，多晶体的变化及分解等。

## 二、重结晶

重结晶是纯化固体有机化合物的重要方法之一。一般重结晶只适用于纯化杂质含量在 5% 以下的固体有机化合物，所以不宜从反应粗产物直接重结晶，必须先采用其他方法（如萃取、水蒸气蒸馏、减压蒸馏等）进行初步提纯，然后再重结晶纯化。

重结晶就是利用产品与杂质在某种溶剂中因温度不同而有不同的溶解行为加以分离。例如，在高温时将粗品溶于某种溶剂中，而其中有些杂质则不溶或难溶，趁热过滤，即可以除去这些杂质；冷却滤液后，所需的产品重新结晶出来，而一些易溶杂质仍保留在溶液中，再经过滤、洗涤、干燥，即得纯品。

### （一）重结晶的主要步骤

- （1）将需要纯化的物质溶解于沸腾或近于沸腾的适宜溶剂中。
- （2）热溶液趁热过滤，以除去不溶性杂质。
- （3）滤液冷却，结晶析出。