

YAOWU HUAXUE
SHIYAN JIAOCHENG



药物化学

实验教程

李 菁 主编

中国医药科技出版社

药物化学实验教程

主 编 李 菁

副主编 马东来 黄文杰

编 委 (以姓氏笔画为序)

马东来 (河北中医学院)

王 靓 (河北中医学院)

冯 微 (河北中医学院)

刘真一 (河北中医学院)

社会茹 (河北化工医药职业技术学院)

李 菁 (河北中医学院)

李丽华 (河北中医学院)

黄文杰 (河北化工医药职业技术学院)

崔力剑 (河北中医学院)

中国医药科技出版社

内 容 提 要

本书是药物化学课程必要的实验教学教材,搞好实验教学是保证与提高教学质量的关键。本书根据药物化学课程教学大纲所要求的实验内容,由多年工作在教学第一线的教师编写而成。该实验教程分为实验基本知识、基础性实验、设计性实验和综合性实验等四部分。本实验教程适合本(专)科药学、药物制剂、制药工程、生物工程等专业使用,对技术人员也有较大的参考价值。

图书在版编目(CIP)数据

药物化学实验教程/李菁主编. —北京:中国医药科技出版社, 2017. 6

ISBN 978 - 7 - 5067 - 9326 - 1

I. ①药… II. ①李… 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(2017)第 111971 号

美术编辑 陈君杞

版式设计 张 璐

出版 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲 22 号

邮编 100082

电话 发行: 010 - 62227427 邮购: 010 - 62236938

网址 [www. cmstp. com](http://www.cmstp.com)

规格 787 × 1092mm¹/₁₆

印张 8

字数 157 千字

版次 2017 年 6 月第 1 版

印次 2017 年 6 月第 1 次印刷

印刷 三河市航远印刷有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978 - 7 - 5067 - 9326 - 1

定价 28.00 元

版权所有 盗版必究

举报电话: 010 - 62228771

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

前 言

《药物化学实验教程》是依据药学和制药工程专业教学大纲，结合兄弟院校在药物化学专业开设的实验课程经验和参照 2015 年版《中国药典》四部进行编写的。第一部分是药物化学实验基本知识及基本过程，主要介绍了药物化学实验室安全和药物化学实验操作技能知识；第二部分是基础性实验部分，主要介绍典型药物的理化性质实验和药物的合成；第三部分为设计性实验，主要介绍药物合成分析、路线设计，药物的提取、分离、定性鉴别和杂质检查以及药物的稳定性，并与实践结合，更侧重于实际应用，培养学生基本实验操作技能；第四部分为综合性实验，主要培养学生实验设计、分析解决问题的实际工作能力和科研动手能力，为今后的实际工作打下良好的基础。

全书内容丰富，所选实验题材重现性好，易于操作，既可独立开设基础性实验，也可以围绕相关主题开设综合性和设计性实验。本书可作为高等院校药学、药物制剂、制药工程、生物制药及相关专业本、专科生的实验教材，也可作为相关学科教学和研究人员的参考书。

由于编者水平有限，不足之处在所难免，请广大读者在使用过程中多提出宝贵建议，以便再版时修订提高。

编 者

2017 年 3 月

目 录

第一部分 药物化学实验基本知识及基本过程

第一节	药物化学实验室的安全、事故预防与处理	(2)
第二节	药物化学实验室常用仪器和设备装置	(4)
第三节	常用仪器的选择、装配与拆卸	(10)
第四节	常用玻璃器皿的洗涤、干燥和养护	(12)
第五节	实验药品取用和称量	(15)
第六节	实验操作技能	(15)
第七节	实验产率的计算	(17)
第八节	实验预习、记录和报告	(18)

第二部分 基础性实验

实验一	药物水解变质实验	(22)
实验二	药物氧化变质实验	(26)
实验三	中枢神经系统药物的性质实验	(30)
实验四	外周神经系统药物的性质实验	(35)
实验五	循环系统药物的性质实验	(40)
实验六	解热镇痛药及非甾体抗炎药的性质实验	(43)
实验七	抗生素和合成抗菌药的性质实验	(47)
实验八	甾体激素类药物的性质实验	(51)
实验九	维生素药物的性质实验	(54)
实验十	对乙酰氨基酚的合成及杂质检查	(58)

第三部分 设计性实验

实验一	盐酸普鲁卡因稳定性实验	(62)
实验二	对氨基水杨酸钠稳定性实验	(65)
实验三	磺胺醋酸钠的合成	(67)
实验四	烟酸的合成	(70)
实验五	维生素 K ₃ 的合成	(72)

实验六 硝苯地平的合成	(74)
实验七 苯妥英钠的合成	(76)
实验八 阿司匹林的合成、鉴别及杂质检查	(79)
实验九 氯霉素的合成	(83)
实验十 普鲁卡因的合成及杂质检查	(90)

第四部分 综合性实验

实验一 药物在输液中的稳定性及药物的配伍变化实验	(96)
实验二 氟哌酸的合成	(100)
实验三 苯佐卡因的合成	(108)
实验四 氯贝丁酯的设计与合成	(112)
实验五 未知药物的确认	(113)

附录	(116)
附录一 有关名词解释	(116)
附录二 常用试液配制	(117)
附录三 分析天平使用方法	(118)

第一部分
药物化学实验基本
知识及基本过程

>>>

第一节 药物化学实验室的安全、事故预防与处理

一、药物化学实验室规则

为了确保药物化学实验教学正常进行,同时培养学生养成良好的实验习惯,切实保证实验教学质量,要求学生时刻遵守药物化学实验室各种规章制度,服从老师的安排与指导。

1. 学生必须切实做好实验前的相关工作,包括认真预习本次实验的相关内容,并查找相关资料,认真写好预习报告,如没有达到预习要求,不许开展实验。

2. 学生进入实验室,首先,须熟悉实验室的环境,包括灭火器、急救药箱放置的位置与使用方法,以防有事故发生时能及时报告老师并做相应的处置;其次,所有人员进入实验室都不得穿拖鞋和背心服装,实验室内严禁吸烟与吃东西。

3. 实验过程中,不许喧哗与吵闹,应严格遵照老师的指导进行实验,不能随意更改实验指导上规定的实验步骤、所有试剂类型与用量,如认为有必要修改,必须及时向老师反映并征得老师同意。实验过程中应认真观察与思考,并对实验现象与结果进行记录,中途不许离开。

4. 应注意保持实验室仪器与试剂的摆放整齐,暂不使用的器材不得摆在桌面上,以防损毁。污水、残渣、废纸等应该按规定放在特定的地方,切不可丢进水槽,废弃的酸、碱或有机溶剂必须分别倒入指定的容器。

5. 学生应注意爱护仪器、节约试剂,仪器和药品使用完后应随时放归原处,注意保持仪器、实验台面、实验室地面与水槽的洁净。仪器如有损坏应及时向老师汇报并登记。实验完成以后,由实验老师登记实验情况,合成产品由老师回收并统一保管。

6. 学生离开实验室时,必须整理仪器与台面,将实验台面打扫干净,损坏的仪器由老师补发,并按规定赔偿。公用仪器、试剂与用具由值日生负责整理,值日生离开实验室之前应确定水龙头、电闸、燃气是否关闭。

二、药物化学实验室的安全知识

药物化学实验所用试剂大多有毒、容易燃烧、有强腐蚀性或具有爆炸性,而常使用的仪器又多是玻璃仪器,因此,实验过程中切不可粗心大意,否则容易发生事故,轻则导致割伤、中毒或烧伤,重则发生火灾甚至爆炸,学生必须时刻认识到药物化学实验潜在的危险。当然,只要大家重视安全问题,在思想上提高警惕,实验过程中严守操作规范,事故完全能够避免。

1. 火灾的预防与处理

药物化学实验过程中使用容易挥发、燃烧或爆炸的试剂时一定要尽量离开火源，切不可将易燃易爆挥发的液体直接放在开口的容器中直接加热，实验过程中生成的易燃、易爆、易挥发的试剂或用品残渣必须由专人负责回收和处理，不能直接将其丢弃在垃圾桶或直接倒进下水道。当易燃试剂较多时，应将其放在危险品专柜内，不能存放于学生上实验课的实验室内。当用到特定试剂时，应根据不同的化学反应所需的温度，合理选用水浴、油浴和其他热源，切忌将其在火焰上直接加热。在进行回流和蒸馏操作时，液体中应放少许沸石，防止溶液过热而发生冲出，如果在加热开始后才发现没有放沸石，应停止加热，等稍冷却后再加沸石。实验开始前必须根据溶液沸点的高低选用石棉网、油浴、水浴或电热套进行加热，加热过程中冷凝水须保持畅通，如果冷凝管没有通水或发生堵塞，将引起具有可燃性的废气因为冷凝不及时而发生逸出，往往易引起火灾。在药物合成反应中需要添加或者转移容易燃烧的有机溶剂时，必须在熄火或者远离火源后才可进行相关操作，切不可用开口容器去存放、加热或用蒸馏法去除有机溶剂。实验结束后或由于暂时有事而离开实验室时，必须关闭自来水与热源。实验室所有安全出口与消防通道须保持通畅，严格禁止堆放杂物。学生在进入实验室前必须熟练地掌握消防用灭火器和沙桶等灭火用具的操作方法。

一旦发生了火灾，在场人员应该保持沉着冷静，立即切断电源，关闭火源，移开所有易燃物；然后寻找就近灭火器材进行灭火。药物化学实验室的灭火，通常采用使燃烧物隔绝空气的办法，一般不用水灭火。失火初期，如果是少许溶剂在锥形瓶内着火燃烧，可采用石棉网、湿抹布或玻璃盖盖灭；如果是操作台面或地面发生小火，可用沙子或湿抹布盖灭，或将石棉网盖于失火处；如果是衣服着火可小心地快速脱去衣服，如火较大，可以自己直接倒在地上打滚灭火，或用自来水直接熄灭；如果是有机物发生着火，必须根据有机物的性质采取相应的灭火办法；如果是油类物质着火，可用沙石、灭火器或干燥的固体碳酸氢钠粉末扑灭；如果是电器着火，应立即切断电源，再用二氧化碳或四氯化碳灭火器进行灭火，切不可用水和泡沫灭火器灭火，否则将可能发生触电事故。不论采用哪一种灭火器材，都应从火的四周开始向中心进行扑灭，灭火器的喷出口应该对准火焰底部进行扑灭。

2. 爆炸的预防与处理

预防爆炸事故的发生，首先要保持实验室内通风透气，时刻牢记不让易燃、易爆的气体物质靠近火源，实验过程中避免使用明火。在实验过程中，不许任意混合试剂，特别是在用到乙醚或汽油这一类的溶剂时，一定要杜绝火花和电花的产生，使用乙醚时应该在通风相对较好的地方使用，或者在通风橱中使用，同时应检查附近是否有过氧化物的存在，如有过氧化物存在，应该在除去过氧化物后再使用乙醚。药物化学实验药品必须根据药品的不同性质分类保存，易氧化的药品切不可与氧化剂存放在一起，特别是容易爆炸的重金属乙炔化合物、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等不可重压或敲击。蒸馏装置组装应该正确，不能装成密闭体系，应与大气相通，特别是在进行减压蒸馏时必须使用能耐受相应压力的

容器,用圆底烧瓶或抽滤瓶作为接收器,蒸馏完成后,要缓慢放气,以防止压力计爆裂。常压操作时,禁止在密闭容器内加热,同时检查装置是否畅通。一旦发生爆炸事故,现场人员要保持冷静,有针对性地对发生爆炸的药品采取相应的措施,通常是参照处理火灾的方法进行操作。

3. 化学试剂灼伤的预防与处理

学生通过预习对实验中将用到的相关试剂的性质必须有明确认识与了解,对于强酸、强碱、强氧化剂、苯酚、钾、钠等试剂要避免皮肤直接接触,必须戴橡皮手套进行操作,实验完成后立即洗手;有挥发性的药品,不能用鼻子直接去闻,还要注意保护好眼睛;稀释浓硫酸时,应该把硫酸缓缓地加到水中,并不断搅拌让热量尽快散失,以防止液滴飞溅。一旦发生化学试剂灼伤,应迅速移离现场,并脱去被污染过的衣物。被酸灼伤时,立即用大量的清水冲洗稀释后,再用3%~5%的 NaHCO_3 溶液冲洗,最后水洗,如灼伤严重,应在擦干后涂拭烫伤药膏;如果被白磷灼伤,不能用水冲洗。被碱灼伤时,同样先用清水冲洗稀释,再用1%~2%的 H_3BO_3 或1%的 CH_3COOH 溶液洗涤。对于某些特定试剂的灼伤,如氰化物、 BaCl_2 、 HF 等在冲洗时要进行解毒处理;如被溴灼伤后,立即用水洗,再用酒精擦至无溴液为止,轻伤涂少量鞣酸药膏,重伤则应涂烫伤药膏。如果是大面积的灼伤,必须及时送医院治疗。

4. 割伤的预防与处理

药物化学实验中,经常需要自制弯管或安装玻璃器皿,操作时力度应适当,最好佩戴手套,以防止割伤。如需将玻璃管插入胶塞时,应先将玻璃管润滑,再用棉布裹住,慢慢旋入,防止折断而割伤。对于一些已经破碎的玻璃容器,应及时除去,并马上清理台面,防止二次割伤。如被玻璃割伤,首先检查是否有玻璃碎屑残留在身体内,应先把玻璃碎屑取出,割伤面积较小时,可以用水冲洗伤口处,再涂少许碘酒;如割伤面积较大,应立即按住出血部位的上端,或用绷带扎住,急送医院治疗。

第二节 药物化学实验室常用仪器和设备装置

一、玻璃仪器分类

药物化学实验常用的仪器中,大部分为玻璃制品和一些瓷质类仪器。瓷质类仪器包括蒸发皿、布氏漏斗、瓷坩埚、瓷研钵等。玻璃仪器种类很多,按用途大体可分为容器类、量器类和其他仪器类。

容器类包括试剂瓶、烧杯、烧瓶等。根据它们能否受热又可分为可加热的仪器和不宜加热的仪器。

量器类有量筒、移液管、滴定管、容量瓶等。量器类一律不能受热。

其他仪器包括具有特殊用途的玻璃仪器,如冷凝管、分液漏斗、干燥器、分馏柱、砂

芯漏斗、标准磨口玻璃仪器等。

标准磨口玻璃仪器，是具有标准内磨口和外磨口的玻璃仪器。标准磨口是根据国际通用技术标准制造的，国内已经普遍生产和使用，使用时可根据实验的需要选择合适的容量和口径。相同编号的磨口仪器的口径是统一的，连接是紧密的，使用时可以互换，用少量的仪器可以组装多种不同的实验装置，通常应用在药物化学实验中。目前常用的是锥形标准磨口，通常以整数数字表示标准磨口的系列编号，这个数字是锥体大端直径（以 mm 为单位）最接近的整数。常用标准磨口系列见表1-1。

表 1-1 常用标准磨口系列

编号	10	12	14	19	24	29	34
口径/mm（大端）	10.0	12.5	14.5	18.8	24.0	29.2	34.5

有时也用 D/H 两个数字表示标准磨口的规格，如 14/23，即大端直径为 14.5mm，锥体长度为 23mm。

二、常用的玻璃仪器

药物实验室常用的玻璃及其他简单仪器见图 1-1 所示。

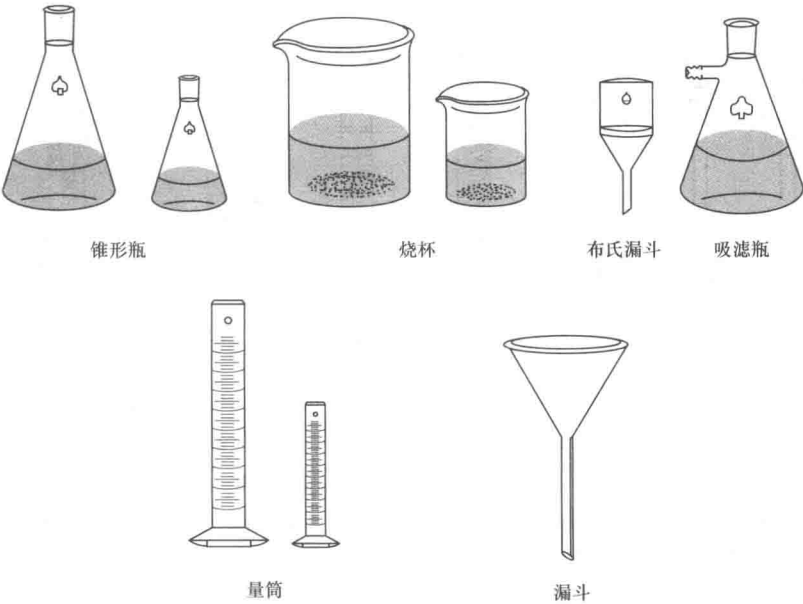
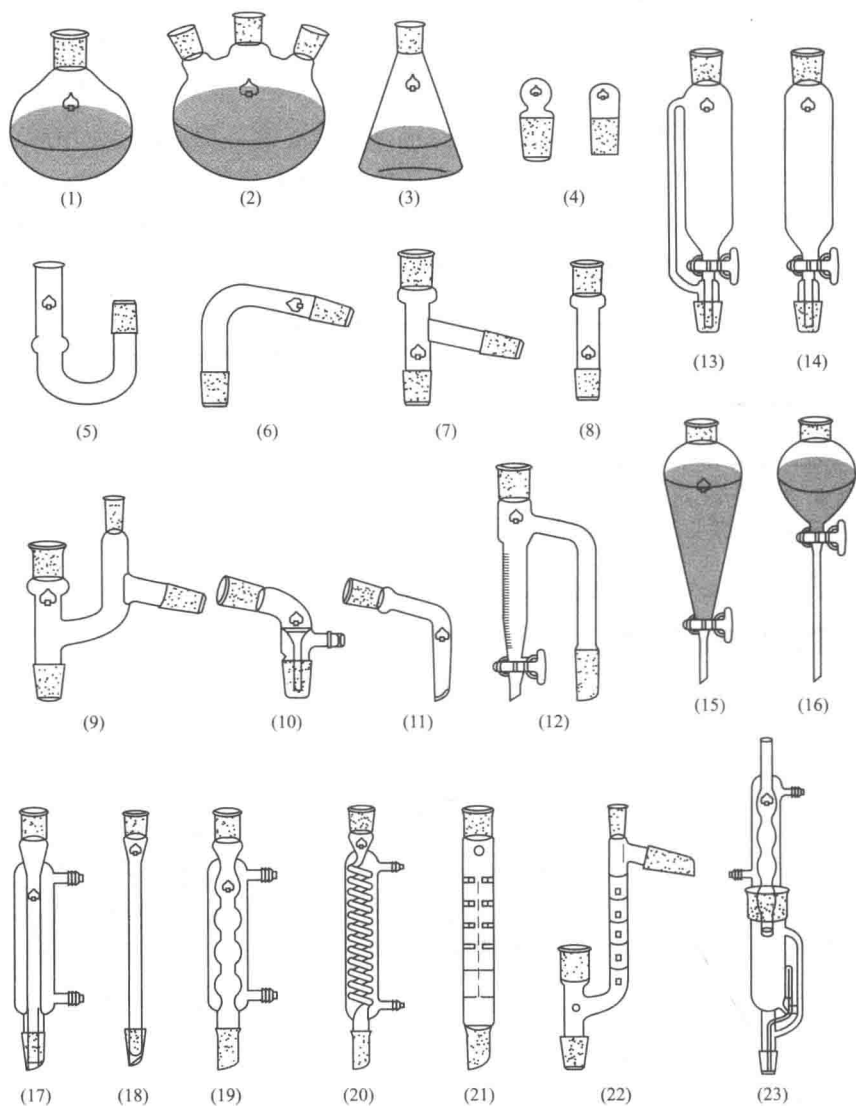


图 1-1 (a) 常用普通玻璃仪器



b

图 1-1 (b) 常用标准磨口玻璃仪器

- (1) 圆底烧瓶; (2) 三口烧瓶; (3) 磨口锥形瓶; (4) 磨口玻璃塞; (5) U 型干燥管; (6) 弯头;
 (7) 蒸馏头; (8) 标准接头; (9) 克氏蒸馏头; (10) 真空接收管; (11) 弯形接收管;
 (12) 分水器; (13) 恒压漏斗; (14) 滴液漏斗; (15) 梨形分液漏斗; (16) 球形分液漏斗;
 (17) 直形冷凝管; (18) 空气冷凝管; (19) 球形冷凝管; (20) 蛇形冷凝管; (21) 分馏柱;
 (22) 刺形分馏头; (23) 索氏提取器

三、药物化学实验常用仪器装置

药物化学实验中常见的实验装置如图 1-2 至 1-12 所示。

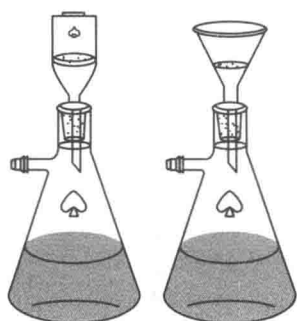


图 1-2 减压过滤装置

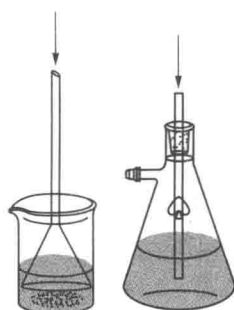


图 1-3 气体吸收装置



图 1-4 温度计及套管



图 1-8 带分水器的回流装置

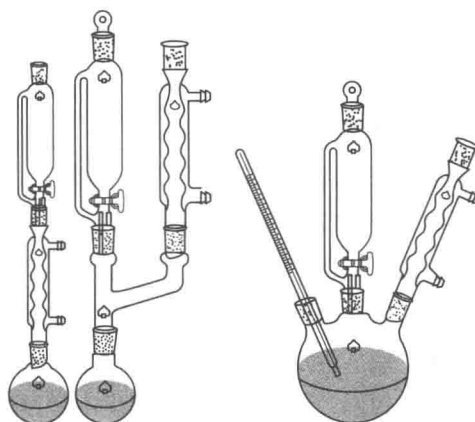


图 1-9 带有滴加装置的回流装置

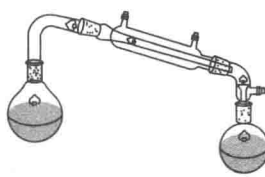
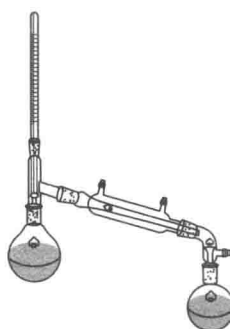
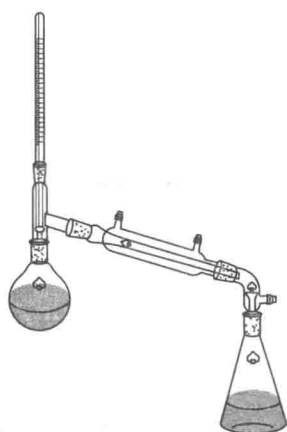


图 1-10 普通蒸馏装置

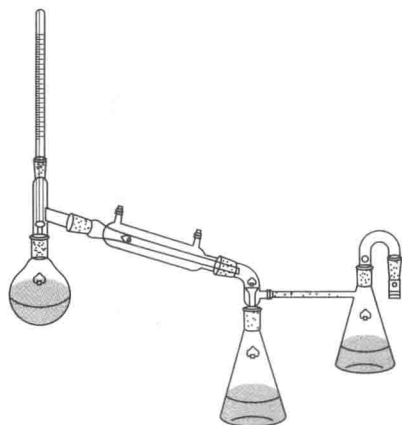


图 1-11 带干燥装置的蒸馏装置

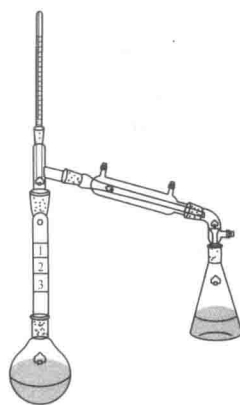


图 1-12 简单分馏装置

其中常用的反应装置的性能和使用如下所述。

1. 回流冷凝装置

在室温下，有些反应速率很小或难于进行。为了使反应尽快地进行，常常需要使反应物质较长时间保持沸腾。在这种情况下，就需要使用回流冷凝装置，使蒸气不断地在冷凝管内冷凝而返回反应器中，以防止反应瓶中的物质逃逸损失。图 1-13 (a) 是最简单的回流冷凝装置：将反应物质放在圆底烧瓶中，在适当的热源上或热浴中加热；直立的冷凝管夹套中自下至上通入冷水，使夹套充满水，水流速度不必很快，能保持蒸气充分冷凝即可；加热的程度也需控制，使蒸气上升的高度不超过冷凝管的 $1/3$ 。

如果反应物怕受潮，可在冷凝管上端口上装接氯化钙干燥管来防止空气中的湿气侵入 (图 1-13b)。

如果反应中会放出有害气体 (如溴化氢)，可加接气体吸收装置 (图 1-13c)。

2. 滴加回流冷凝装置

有些反应进行剧烈，放热量大，如将反应物一次加入，会使反应失去控制；有些反应为了控制反应物的选择性，也不能将反应物一次加入。在这些情况下，可采用滴加回流冷凝装置，将一种试剂逐渐滴加进去，常用恒压滴液漏斗 (图 1-14) 进行滴加。

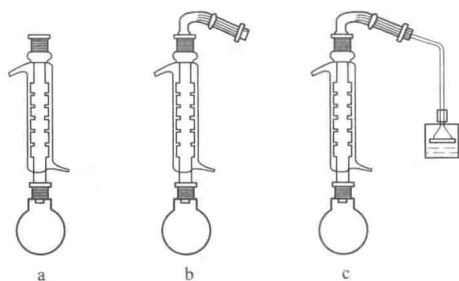


图 1-13 回流冷凝装置

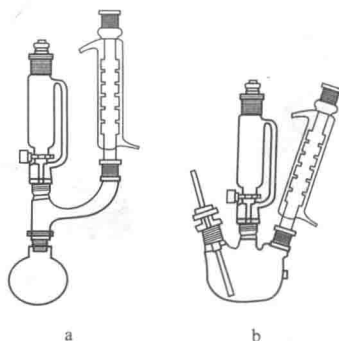


图 1-14 滴加回流冷凝装置

3. 回流分水反应装置

在进行某些可逆平衡反应时,为了使正向反应进行到底,可将反应产物之一不断从反应混合物体系中除去,常采用回流分水装置除去生成的水。在图 1-15a、b 装置中,有一个分水器,回流下来的蒸汽冷凝液进入分水器,分层后,有机层自动返回烧瓶,而生成的水可从分水器中放出去。

4. 滴加蒸出反应装置

有些药物反应需要一边滴加反应物一边将产物或产物之一蒸出反应体系,防止产物发生二次反应。对于可逆平衡反应,蒸出产物能使反应进行到底。这时常与图 1-16 类似的反应装置来进行这种操作。在图 1-16 装置中,反应产物可单独或形成共沸混合物不断在反应过程中蒸馏出去,并可通过滴液漏斗将一种试剂逐渐滴加进去以控制反应速率或使这种试剂完全消耗。必要时可在上述各种反应装置的反应烧瓶外面用冷水浴或冰水浴进行冷却,在某些情况下,也可用热浴加热。

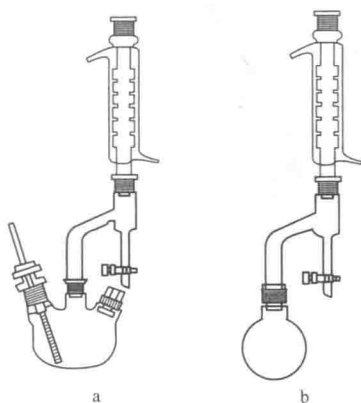


图 1-15 回流分水反应装置

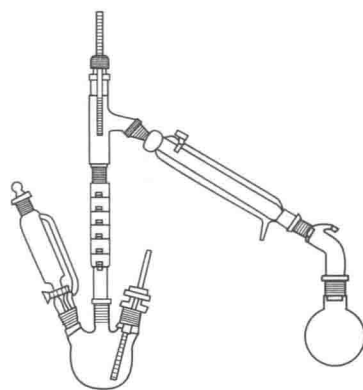


图 1-16 滴加蒸出反应装置

5. 搅拌反应装置

用固体和液体或互不相溶的液体进行反应时,为了使反应混合物能充分接触,应该进行强烈的搅拌或振荡。在反应物量小,反应时间短,而且不需要加热或温度不太高的操作中,用手摇动容器就可达到充分混合的目的。用回流冷凝装置进行反应时,有时需做间歇的振荡。这时可将固定烧瓶和冷凝管的夹子暂时松开,一只手扶住冷凝管,另一只手拿住瓶颈做圆周运动;每次振荡后,应把仪器重新夹好。也可用振荡整个铁台的方法(这时夹子应夹牢)使容器内的反应物充分混合。

在需要用较长时间进行搅拌的实验中,最好用电动搅拌器。电动搅拌的效率,节省人力,还可以缩短反应时间。图 1-17 是适合不同需要的机械搅拌装置。搅拌棒是用电机带动的。

在装配机械搅拌装置时,可采用简单的橡皮管密封(图 1-17a、b)或用液封管(图 1-17c)密封。搅拌棒与玻璃管或液封管应配合得合适,不太松也不太紧,搅拌棒能在中

间自由地转动。根据搅拌棒的长度（不宜太长）选定三口烧瓶和电机的位置。先将电机固定好，用短橡皮管（或连接器）把已插入封管中的搅拌棒连接到电机的轴上，然后小心地将三口烧瓶套上去，至搅拌棒的下端距瓶底约 5mm，将三口烧瓶夹紧。检查这几件仪器安装得是否正直，电机的轴和搅拌棒应在同一直线上。用手试验搅拌棒转动是否灵活，再以低转速开动电机，试验运转情况。当搅拌棒与封管之间不发出摩擦声时才能认为仪器装配合格，否则需要进行调整。最后装上冷凝管、滴液漏斗（或温度计），用夹子夹紧。整套仪器应安装在同一个铁架台上。

在装配实验装置时，使用的玻璃仪器和配装件应该是洁净干燥的。圆底烧瓶或三口烧瓶的大小应使反应物大约占烧瓶容量的 $1/3$ 至 $1/2$ ，最多不超过 $2/3$ 。首先将烧瓶固定在合适的高度（下面可以放置煤气灯、电炉、热浴或冷浴），然后逐一安装上冷凝管和其他配件。需要加热的仪器，应夹住仪器受热最少的部位，如圆底烧瓶靠近瓶口处。冷凝管则应夹住其中央部位。

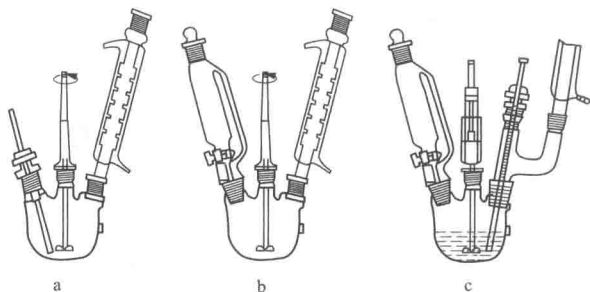


图 1-17 搅拌反应装置

第三节 常用仪器的选择、装配与拆卸

一、仪器的选择

药物化学实验的各种反应装置都是由一件件玻璃仪器组装而成的，实验中应根据实验要求选择合适的仪器。一般选择仪器的原则如下所述。

1. 烧瓶的选择 根据液体的体积而定，一般液体的容积应占容器体积的 $1/3 \sim 1/2$ ，进行水蒸气蒸馏和减压蒸馏时，液体体积不应超过烧瓶容积的 $1/3$ 。

2. 冷凝管的选择 一般情况下回流用球形冷凝管，蒸馏用直形冷凝管。但是当蒸馏温度超过 140°C 时应改用空气冷凝管，以防温差较大时，由于仪器受热不均匀而造成冷凝管断裂。

3. 温度计的选择 实验室一般备有 150°C 和 300°C 两种温度计，根据所测温度可选用不同的温度计。一般选用的温度计要高于被测温度 $10 \sim 20^{\circ}\text{C}$ 。

二、仪器的装配与拆卸

药物化学实验中所用玻璃仪器间的连接一般采用两种形式：塞子连接和磨口连接。现大多使用磨口连接。

使用标准磨口仪器时还需要要特别注意以下事项。

1. 必须保持磨口表面清洁，特别是不能沾有固体杂质，否则磨口不能紧密连接。硬质沙粒还会给磨口表面造成永久性的损伤，破坏磨口的严密性。

2. 标准磨口仪器使用完毕必须立即拆卸，洗净，各个部件分开存放，否则磨口的连接处会发生粘结，难以拆开。非标准磨口部件（如滴液漏斗的旋塞）不能分开存放，应在磨口间夹上纸条以免日久粘结。盐类或碱类溶液会渗入磨口连接处，蒸发后析出固体物质，易使磨口粘结，所以不宜用磨口仪器长期存放这些溶液。使用磨口装置处理这些溶液时，应在磨口涂润滑剂。

3. 在常压下使用时，磨口一般无须润滑以免玷污反应物或产物。为防止粘结，也可在磨口靠大端的部位涂敷很少量的润滑脂（凡士林、真空活塞脂或硅脂）。如果要处理盐类溶液或强碱性物质，则应将磨口的全部表面涂上一薄层润滑脂。减压蒸馏使用的磨口仪器必须涂润滑脂（真空活塞脂或硅脂）。在涂润滑脂之前，应将仪器洗刷干净，磨口表面一定要干燥。从内磨口涂有润滑脂的仪器中倾出物料前，应先将磨口表面的润滑脂用有机溶剂擦拭干净（用脱脂棉或滤纸蘸石油醚、乙醚、丙酮等易挥发的有机溶剂），以免物料受到污染。

4. 只要正确遵循使用规则，磨口很少会打不开。一旦发生粘结，可采取以下措施：①将磨口竖立，往上面缝隙间滴几滴甘油。如果甘油能慢慢地渗入磨口，最终能使连接处松开；②将热吹风、热毛巾或在教师指导下小心将灯火焰置于磨口外部，仅使外部受热膨胀，内部还未热起来，再试验能否将磨口打开；③将粘结的磨口仪器放在水中逐渐煮沸，常常也能使磨口打开；④用木板沿磨口轴线方向轻轻地敲外磨口的边缘，振动磨口也会松开。如果磨口表面已被碱性物质腐蚀，粘结的磨口就很难打开了。

在装配一套装置时，首先，所选用的玻璃仪器和配件要干净，否则往往会影响产物的产量和质量。其次，所选用的器材要恰当。例如，在需要加热的实验中，如需选用圆底烧瓶，应选用质量好的，其容积大小应为所盛反应物占其容积的 $1/2$ 左右为好，最多也应不超过 $2/3$ 。第三，实验装置（特别是机械搅拌这样的动态操作装置）必须用铁夹固定在铁架台上，才能正常使用。因此要注意铁夹等的正确使用方法。

安装仪器时，应选好主要仪器的位置，要以热源为准，先下后上，先左后右，逐个将仪器边固定边组装。拆卸的顺序则与组装相反。拆卸前，应先停止加热，移走加热源，待稍微冷却后，先取下产物，然后再逐个拆掉。拆冷凝管时注意不要将水洒到电热套上。

总之，仪器装配要求做到严密、正确、整齐和稳妥。在常压下进行反应的装置，应与大气相通密闭。铁夹的双钳内侧贴有橡皮或绒布，或缠上石棉绳、布条等，否则容易将仪器损坏。使用玻璃仪器时，最基本的原则是切忌对玻璃仪器的任何部分施加过度的压力或