



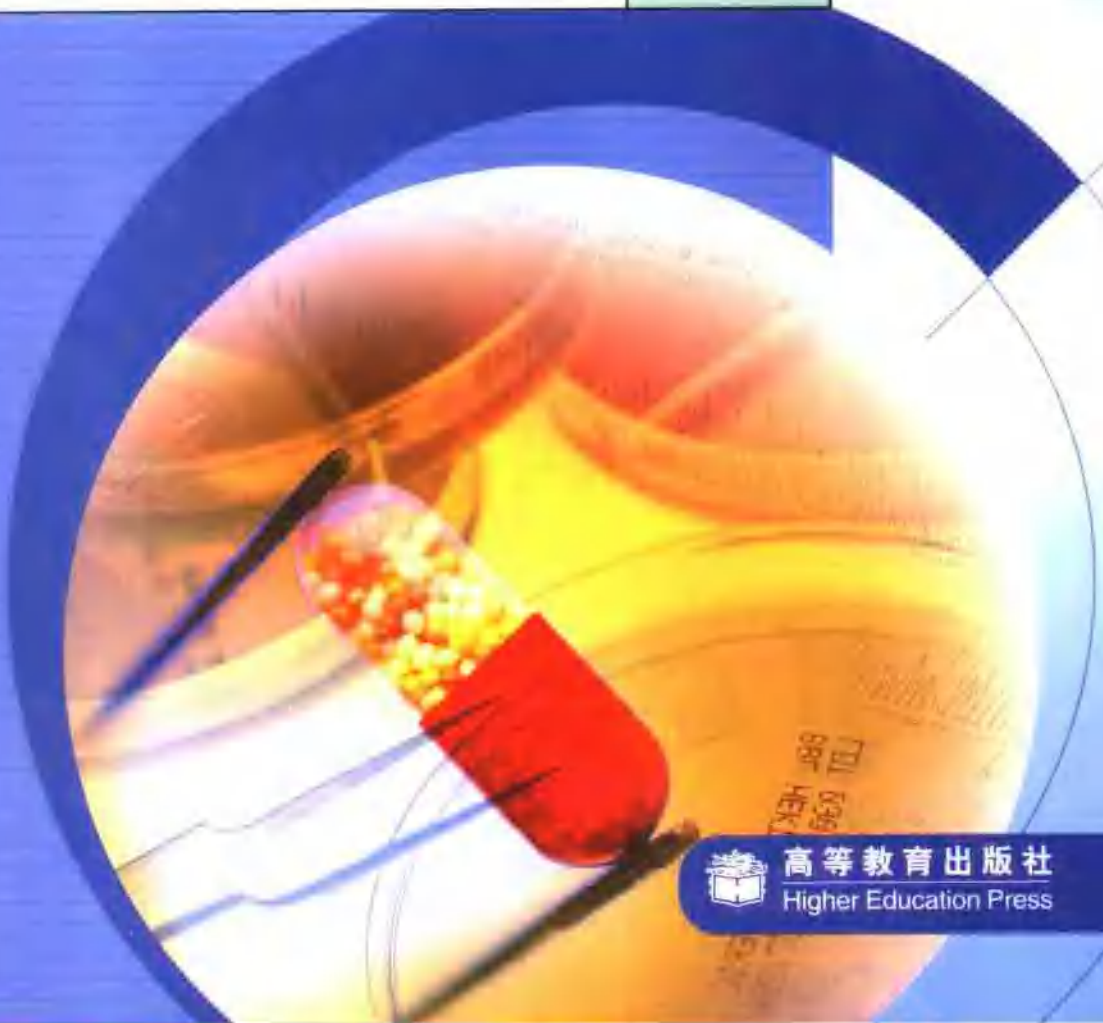
普通高等教育“十一五”国家级规划教材

高等学校制药工程专业系列教材

制药工程专业实验

Experiment of Pharmaceutical Engineering

□ 卓 超 沈永嘉 主编



高等教育出版社
Higher Education Press

普通高等教育“十一五”国家级规划教材
高等学校制药工程专业系列教材

制药工程专业实验

Experiment of Pharmaceutical Engineering

卓 超 沈永嘉 主编



高等教育出版社
Higher Education Press

内容提要

制药工程专业(工艺类)实验是制药工程专业实验教学的重要内容之一,是制药工程专业工程类实验的基础。本书分4大部分,包括:实验室基本知识、药物制备技术、药物制备实验和药物结构解析。书中详细介绍了当今实验室及工业中应用的各种制药技术(涵盖化学制药、生物制药、中药制药和药物制剂技术),选择并提供了成熟的实验,结合了基础型实验、综合型实验和制药新技术实验内容,每个实验都有详细的实验要求和内容。本书可适于制药工程专业各个方向多层次的实验教学需要,可以选择一个方向实验,或选择多方向组合实验。通过专业实验训练,力求使学生掌握制药基础知识、基本技术和初步的独立实验能力。

本书可供高等学校制药工程(化学制药、生物制药、中药制药和药物制剂各方向)、生物工程、中药制药、药物制剂和药学等专业的本科生教材,亦可供研究生、实验技术人员和科研人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

制药工程专业实验/卓超,沈永嘉主编. —北京:高等教育出版社,2007.1

ISBN 978-7-04-020550-3

I. 制... II. ①卓... ②沈... III. 制药工业-化学工程-实验-高等学校-教材 IV. TQ46-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2006)第147369号

策划编辑 翟怡 责任编辑 刘佳 封面设计 王凌波 责任绘图 朱静
版式设计 陆瑞红 责任校对 王雨 责任印制 陈伟光

出版发行 高等教育出版社
社址 北京市西城区德外大街4号
邮政编码 100011
总机 010-58581000

经销 蓝色畅想图书发行有限公司
印刷 北京市白帆印务有限公司

开本 787×1092 1/16
印张 15.5
字数 370 000

购书热线 010-58581118
免费咨询 800-810-0598
网址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landraco.com>
<http://www.landraco.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版次 2007年1月第1版
印次 2007年1月第1次印刷
定价 16.60元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 20550-00

前 言

1998年教育部设立制药工程本科专业,制药工程专业涵盖了化学合成制药、中药制药、生物制药和药物制剂等四个方面,截至2005年,国内设立制药工程本科专业的学校已有150所之多。制药工程专业的教材建设,一直是十分关注的专业建设热点之一。

化学合成制药、中药制药、生物制药和药物制剂是具有不同内容和要求的四种制药生产方式。制药生产有原料药生产和原料药加工两种生产类型,一般认为化学合成制药属原料药生产,药物制剂属原料药加工即药品生产,而中药制药和生物制药,一般兼有原料药生产和原料药加工两种生产类型。

制药生产技术的基本内容包括制药工艺技术和制药工程技术,制药工程专业知识是化学、物理、药学、制备工艺和工程知识的综合,制备工艺既与化学、物理和药学有关,又与制备工程相关。

根据上面的定义,制药工程专业实验应该包括工艺类实验和工程类实验,工艺类实验是制药工程专业实验的基础,工程类实验是制药工程专业实验的重要内容。本实验教材以工艺类实验内容建设为目标,工程类制药工程专业实验及教材尚有待于进一步的建设。

本书是以药物制备化学与工艺内容为主,适用于制药工程专业各个方向(化学合成制药、中药制药、生物制药和药物制剂)的本科实验教材。教材名称虽为制药工程专业实验,实际上是制药工程专业(工艺类)实验。教材共分4大部分、11章内容,共有38个实验。第1部分为实验室基本知识;第2部分为药物制备技术,包括药物制备基本技术、特殊化学制药技术、生物制药技术、中药制药技术和药物制剂技术;第3部分为药物制备实验,包括化学制药实验、生物制药实验、中药制药实验和工业制剂实验;第4部分为药物结构解析。药物制备基本技术涵盖了化学制药、生物制药和中药制药中适用的一些实验技术内容;药物制备实验各章内容以基础实验为主,加以综合设计提高实验。基础实验中,每个实验均有实验目的与要求、实验原理、实验材料、试剂与仪器、实验方法与步骤、注意事项和思考题。综合设计提高实验主要涉及一些制药新技术和高技术的实验,如半微量合成技术、手性合成技术和基因工程技术等,还包括一些学生自主设计完成的实验内容;药物结构解析着重光谱基础知识和技术的应用。

本教材以华东理工大学药学院编写为主,主编卓越副教授和沈永嘉教授。邀请了华南理工大学吴晓英副教授编写生物制药内容;西安交适大学邢建峰副教授编写中药制药内容;其他部分均系华东理工大学药学院老师负责编写,其中侯志安、马红梅编写化学制药内容,任福正、景秋芳编写药物制剂内容。编写中力求突出药物制备化学与工艺的基本技术和不同要求的实验内容,通过药物制备技术部分的学习,掌握制药的基本技术;通过基础实验的基本知识和技能的学习和实践,使学生掌握一些基本的实验类型、实验基本原理、实验方法、实验操作要点和基本的实验技能;另外通过一些综合提高实验的学习和实践,如半微量实验、手性药物制备实验等,了解现代制药的高技术内容和实验方法,进一步提高学生规范高质量的实验技能,以及初步的、基本独立的思维和完成实验的能力。

华东理工大学药学院崔景斌教授对本教材做了细心的审阅,并提出了具体的修改意见,在此

表示感谢!

本书编写过程中,得到了高等教育出版社和有关院校同行的鼓励和支持,得到了华东理工大学药学院老师们的支持,马红梅作为主要参编者,不仅参与了较多的编写工作,还对本书定稿工作付出了大量的辛勤劳动,在此深表感谢!

尽管我们做了许多工作,编写完成了制药工程专业(工艺类)实验教材,限于水平和能力定有不当之处存在,敬请广大师生和读者予以指正。

编 者
2006年7月

目 录

第 1 部分 实验室基础知识

第一章 概述	1	四、实验室仪器设备的使用	3
第一节 实验室安全	1	第二节 实验准备及数据处理	3
一、实验事故的防护	1	一、文献检索	3
二、化学试剂药品的安全储存及使用	2	二、实验记录和报告	7
三、实验室环保	3		

第 2 部分 药物制备技术

第二章 药物制备基本技术	9	二、玻璃仪器的干燥	55
第一节 制药提取技术	9	三、无水无氧溶剂的处理	55
一、溶剂提取法	9	四、反应系统中保护气体的压力平衡	56
二、挥发性有机化合物的提取	17	五、敏感化合物的分装与转移	56
第二节 制药分离技术	20	六、敏感化学试剂参与的化学反应	60
一、蒸馏技术	20	七、反应后处理技术	60
二、结晶和沉淀法	27	第三节 氢化反应技术	60
三、膜分离技术	34	一、催化氢化技术	60
第三节 药物色谱分离技术	34	二、催化剂的制备	64
一、薄层色谱技术	35	三、催化剂的选择及用量	66
二、纸层析色谱技术	37	四、反应条件对催化氢化反应的影响	66
三、柱色谱技术	37	第四章 生物制药技术	68
四、气相色谱技术	43	第一节 生物大分子制备技术	68
五、高效液相色谱技术	46	一、生物材料的选择与预处理	68
第三章 特殊化学制药技术	50	二、组织与细胞的破碎及细胞器的分离	68
第一节 手性药物制备技术	50	三、生物大分子的提取和纯化	69
一、光学异构药物的拆分方法与拆分原理	50	四、生物大分子的浓缩、干燥和保存	71
二、旋光度的测定方法及光学活性化合物 纯度评价	52	第二节 微生物药物发酵基础	72
第二节 敏感化合物处理技术	53	一、发酵方式	72
一、保护气体(惰性气体、稀有气体)分类 及其纯化	54	二、发酵的基本过程	73
		三、发酵罐	74
		四、发酵工艺条件的控制	74

五、发酵产物的分离提取	75	二、中药化学成分定性预试验方法	88
第三节 基因工程制药技术	75	第二节 中药制药技术	86
一、目的基因的制备	75	一、中药化学成分的提取方法	86
二、基因重组	76	二、中药化学成分的分离方法	87
三、基因工程菌(或细胞)的构建	77	第六章 药物制剂技术	99
四、基因工程菌(或细胞)的培养	78	第一节 药物剂型设计前工作	99
五、基因工程产物的分离与纯化	79	一、溶解度的测定	99
第四节 单克隆抗体制备技术	80	二、解离常数的测定	100
一、概述	80	三、油水分配系数的测定	100
二、动物免疫	80	四、稳定性研究	100
三、细胞融合	82	五、粉体性质	101
四、杂交瘤细胞的筛选检测与克隆化	83	第二节 制剂单元操作技术	102
五、单克隆抗体的大量制备和鉴定	85	一、粉碎技术	102
六、抗体的分离纯化	86	二、筛分技术	103
第五章 中药制药技术	88	三、混合技术	104
第一节 中药制药预分离技术	88	四、干燥技术	105
一、中药化学成分预分离	88	五、压片技术	106

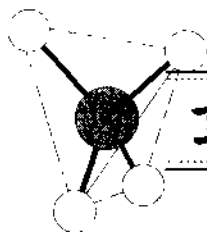
第 3 部分 药物制备实验

第七章 化学制药实验	109	实验六 蛋黄卵磷脂的制备	137
实验一 利尿药氯噻酮中间体的制备	109	实验七 胰酶的制备	138
实验二 前列腺素中间体的制备	111	实验八 胡萝卜组织培养	140
实验三 α -氨基酸中间体的制备	112	实验九 庆大霉素的发酵及分析	143
实验四 安乃近中间体的制备	113	实验十 基因工程干扰素的制备	146
实验五 消炎痛的制备	116	实验十一 小鼠单克隆抗体的制备	148
实验六 氯霉素的制备	118	实验十二 多糖的提取纯化、结构与生物 活性的研究	152
实验七 阿莫西林中间体的制备与拆分	122	第九章 中药制药实验	154
实验八 奥氮平的制备	124	实验一 苦参中生物碱类成分的提取、 分离与鉴定	154
实验九 美沙拉嗪的制备	127	实验二 槐花米中芦丁的提取、分离与鉴定	157
第八章 生物制药实验	129	实验三 虎杖中蒽醌类成分的提取分离 与鉴定	161
实验一 酵母 RNA 的制备	129	实验四 葛根中异黄酮类化合物的提取、 分离与鉴定	164
实验二 氨基酸的纸层析	130	实验五 穿山龙中薯蓣皂苷元提取、分离、 鉴定及含量测定	167
实验三 凯氏定氮法测定干酵母片中蛋白 质的含量	132	实验六 柴胡皂苷的提取、分离及鉴定	169
实验四 利用等电点-离子交换法提取谷 氨酸	133		
实验五 蛋清溶菌酶的分离纯化	135		

实验七 野胡萝卜籽中挥发油的提取、分离	172	实验五 注射剂的制备	184
第十章 工业制剂实验	174	实验六 片剂与包衣片的制备	190
实验一 溶解度的测定	174	实验七 微型胶囊的制备	195
实验二 临界相对湿度的测定	175	实验八 栓剂的制备	196
实验三 混悬型液体制剂的制备	177	实验九 软膏剂的制备	200
实验四 乳浊型液体制剂的制备	181	实验十 综合设计实验	203

第 4 部分 药物结构解析

第十一章 有机化合物结构波谱	205	四、二维核磁共振谱	218
第一节 红外光谱	206	第三节 质谱	220
一、红外分光光度计	206	一、质谱仪	220
二、制备样品	206	二、质谱图	221
三、红外光谱的解析	207	三、质谱电离过程	221
第二节 核磁共振	209	四、分子离子峰的判别	222
一、核磁共振基本原理	209	五、常见有机化合物的质谱	222
二、核磁共振氢谱	210	第四节 紫外和可见光谱	223
三、核磁共振碳谱	214		
附录	225		
附录一、常见可混溶剂对	225		
附录二、高效液相色谱在天然产物分离中的应用	225		
附录三、常用干燥剂及干燥方法	227		
附录四、常用溶剂的纯化处理	228		
附录五、各类成分的溶剂展开系统和显色剂	231		
附录六、常用的冰盐浴冷却剂	232		
附录七、常用溶剂的物理常数	232		
附录八、常见元素的相对原子质量表	234		
主要参考文献	235		



第1部分 实验室基础知识

第一章 概 述

无论是化学制药、生物制药、中药制药和药物制剂,药物制备工艺类实验一般都在化学实验室里进行。药物制备实验过程中,常使用大量易燃、易爆的试剂原料、各种玻璃仪器,以及一些精密仪器设备等,为了保证实验顺利进行和实验室的安全,我们必须要了解 and 掌握实验室的基本情况、实验必须注意的问题和实验室的规章制度。

进入实验室前,实验人员要做到三个必须:必须先接受实验室安全管理教育;必须熟知实验室安全的具体要求和实施措施;必须了解一些精密仪器设备的使用知识。

每次实验前,必须先做好实验预习、完成实验预习报告,方能在实验指导教师和实验室技术人员的指导下,进入实验室进行实验操作。

实验中,不得随意改变实验方法与操作步骤,必须认真仔细观察实验、实事求是地记录实验现象和结果,做到安全规范地取用原料试剂、正确规范地使用反应装置和各类仪器设备、合理地处理三废、整体规范地保持实验室干净整洁通畅的环境。

通过实验课的学习,使学生能树立实验安全的观念、具备良好的实验习惯和规范的实验技能,并能正确掌握分析和解决各种实验问题的方法。

第一节 实验室安全

一、实验事故的防护

1. 眼睛安全防护

在实验中,可能会发生意外安全事故,伤害到眼睛,如腐蚀性化学药品或试剂的溅入眼睛造成灼伤和烧伤;碎玻璃等尖硬物质刺伤眼睛;或实验操作不当,化学药品试剂爆炸等损伤眼睛。因此,在实验中要注意保护眼睛,最好佩戴防护目镜。倘若发生了意外事故,必须尽快处理,并到

医院进行治疗。一般性化学药品或酸、碱液溅入眼睛,应马上用大量的水冲洗眼睛和脸部。

2. 预防火灾

药物制备实验,由于经常使用一些易挥发、易燃的有机试剂和溶剂,可能会发生意外的火灾事故。为了防止火灾事故的发生和正确地处理事故,实验室制定了严格的规章制度,每个学生必须严格遵守实验室的各项规章制度。

实验室内禁止吸烟;实验室要保持良好的空气流通;实验中使用明火时,应先注意周围的环境,是否周围有人正在使用易燃、易爆的溶剂和气体(如乙醚、二硫化碳和氢气等),有人使用时,则应禁止同时使用明火;正确地使用各种加热仪器设备,避免因使用电炉加热设备而引起火灾。

一旦发生火灾,不要惊慌,应立即采取措施:迅速切断电源、熄灭火源、移开易燃物品、使用就近的灭火器材、扑灭火灾。如容器中溶剂起火,可以使用石棉网、湿抹布或玻璃及金属盖等盖住容器。如发生衣服着火,切勿乱跑,应使用水冲淋或灭火器灭火。如发生较大的火灾事故,应立即报告有关部门或打 119 火警电话报警。

3. 一般性事故的防护

(1) 割伤 实验中,使用玻璃仪器和材料时,有时会发生割伤事故,比较多的是玻璃棒或玻璃管的割伤。发生割伤,一般应用水清洗伤口,并取出碎玻璃,用无菌绷带或创口贴进行包扎。如伤口较大或流血较多时,应注意压紧或扎住主血管,进行止血,并急送医院进行治疗。

(2) 烧伤、烫伤 实验中,有时会发生烧伤或触及炽热物体导致的不同程度的烫伤。一般轻度烧伤、烫伤,可先用冷水或冰水等浸润处理,涂抹药膏。严重的烧伤、烫伤则应立即送医院治疗。

(3) 化学试剂的灼伤 实验室化学试剂的灼伤时有发生。一般是刺激性气体对皮肤和呼吸道的灼伤,酸或碱造成的皮肤灼伤等。一般的酸碱皮肤灼伤,立即用大量的水冲洗,然后,酸灼伤用 3%~5% 的碳酸氢钠溶液淋洗;碱灼伤用 2% 醋酸溶液或 1% 硼酸溶液淋洗;最后用大量的水冲洗 15 min。卤素及无机酸性气体,易产生吸人性呼吸道灼伤,如发生较大量的吸入,应及时到医院治疗。

二、化学试剂药品的安全储存及使用

1. 化学试剂药品的储存

实验室一般不能储存过多的化学试剂药品,尤其是那些低沸点、易挥发,对光、湿、热敏感不稳的,毒性大的化学试剂药品。实验室使用化学试剂药品应以需要多少领取多少、安全管理和规范使用的原则。

被储存的试剂药品,要有明确的标签,必须按要求存放。一般液体存放在细口玻璃瓶,固体存放在广口玻璃瓶或广口塑料瓶;光敏感的试剂药品存放在棕色玻璃瓶,并置于避光处;对湿、热敏感的要严格密封储存玻璃器皿中;对于一些毒性大或危险性大如金属钠、氢化钠、氰化钠、活性镍等的化学试剂药品,要有专人负责并严格按照规定保管储存。常用的一般性试剂药品存放在实验室的实验架上,易产生挥发性气体的试剂药品应存放在通风橱内。

2. 化学试剂药品的使用

要了解 and 掌握所使用化学试剂药品的理化性质,做到安全使用。使用易燃、易爆有机溶剂时,要绝对避开明火,保持实验室良好的通风。处理使用化学试剂药品时,应尽量在通风橱内进

行,减少试剂药品的吸入。对于毒性大的试剂药品,要在教师的指导下使用,同时必须做好防护工作,戴橡皮手套和防毒面具,预备好解救的方法和措施。

3. 预防生物危害

(1) 生物材料如微生物、动物组织、细胞培养液、血液和分泌物都可能存在细菌和病毒感染的潜在危险,绝不可忽视,如通过血液感染的血清性肝炎、通过呼吸道感染的 SARS 病毒就是生物危害的例子。感染的主要途径除血液、呼吸外,其他如体液也能传递病毒,因此处理各种生物材料必须谨慎、小心,戴上一次性手套操作,做完实验后必须用消毒液、洗涤剂或肥皂充分洗净双手。

(2) 使用微生物作为实验材料,尤其要注意安全和清洁卫生。被污染的物品必须进行高压消毒或烧成灰烬。被污染的玻璃器皿应在使用后立即浸泡在适当的消毒液中,然后再清洗和高压灭菌。

(3) 进行遗传重组实验的实验室更应根据有关规定加强生物危害的防范措施。

三、实验室环保

药物制备实验的实验室,应该保持整洁、明亮、通风、环保。实验室环保的重要任务是实验三废的处理,各类废物按固体、液体、有机、无机分类存放,集中处理,不得随意放入下水道或混合处理。尤其是那些含有易燃、易爆物质(如金属钠、氢化钠、氰化钠、活性镍等)的废物,不得大意随便处理,否则可能会发生如爆炸或产生毒性气体等重大安全事故,它们必须经过特殊的处理才能排故遗弃。实验室三废处理,必须听从实验室管理人员的安排和要求,仔细认真地执行。

四、实验室仪器设备的使用

药物制备实验中,要使用许多的仪器设备,如天平、熔点仪、气相色谱仪、液相色谱仪、紫外光谱仪、红外光谱仪等。使用这些精密仪器,必须严格按照要求正确操作,这不仅是为了获得正确的实验数据,更是为了维护好、管理好仪器设备。因此,在使用仪器之前,必须认真阅读和理解使用说明,在教师的指导下正确操作,使用结束时,还要做好仪器设备的使用记录和状况说明。

第二节 实验准备及数据处理

一、文献检索

在每一次实验之前,必须进行有关实验文献的查阅,除了了解实验反应的类型、原理、方法和技术以外,还应该了解掌握实验使用的各种试剂的理化性质、安全知识等。关于化学文献查阅的方法请参阅有关的书籍,一些常用重要的有关药学和化学的外文手册、书籍、期刊杂志,以外文表述如下。

1. CRC Handbook of Chemistry and Physics

This is the handbook that is most often consulted for data on organic compounds. Although a new edition of the handbook is published each year, the changes that are made are often minor. An older copy of the handbook will often suffice for most purposes. In addition to the

extensive tables of properties of organic compounds, the CRC handbook includes sections on nomenclature and ring structure, an index of synonyms, and an index of molecular formulas.

The nomenclature used in this book most closely follows the Chemical Abstracts system of naming organic compounds. This system differs, but only slightly, from standard IUPAC nomenclature. The first thing you will notice is that this handbook is not like a dictionary. Instead, you must first identify the parent name of the compound of interest. The parent names are found in alphabetical order. Once the parent name is identified and found, then you look for the particular substituents that may be attached to this parent.

For most compounds, it is easy to find what you are looking for as long as you know the parent name. Alcohols are, as expected, named by IUPAC nomenclature. Notice that the branched-chain alcohol, isopentyl alcohol, is listed as 1-butanol, 3-methyl. Esters, amides, and acid halide are usually named as derivatives of the parent carboxylic acid.

Once you locate the compound by its name, you will find the following useful information:

CRC number

This is an identification number for the compound. You can use this number to find the molecular structure located elsewhere in the handbook.

Name and synonym

The Chemical Abstracts name and possible synonyms.

Mol. form

Mol. wt.

CASRN

Chemical Abstracts Service Registry Number. This number is very useful for locating additional information on the compound in primary chemical literature.

mp/°C

bp/°C

A number without a superscript indicates that the recorded boiling point was obtained at 760 mmHg pressure (atmospheric pressure)

Den/(g·cm⁻³)

η_D

Refractive index determined at a wavelength of 589 nm, the yellow line in a sodium lamp (D line). A superscript indicates the temperature at which the refractive index was obtained.

Solubility

Solubility Classification

1 = insoluble, 2 = slightly soluble, 3 = soluble, 4 = very soluble, 5 = miscible, 6 = decomposes.

Beil. ref.

Beilstein reference. An entry of 4-02-00-00157 would indicate that the compound is found in the 4th supplement in Volume 2, with no subvolume, on page 157.

Merck No.

Merck Index number, these number change each time a new edition of the Merck Index is issued.

2. The Merck Index

The Merck Index is a very useful book. This handbook tends to emphasize medicinally related compounds, such as drugs and biological compounds, although it also lists many other common organic compounds. It is not revised each year, new editions are published in five- or six-year cycles. It does not contain all of the compounds listed in the *CRC handbook*. However, for the compound listed it provides a wealth of useful information. The handbook will provide you with some or all of the following data for each entry.

Merck number, which changes each time a new edition is issued

Name, including synonyms and stereochemical designation

Molecular formula and structure

Molecular Weight

Percentages of each of the elements in the compound

Uses

Source and synthesis, including reference to primary literature

Optical rotation for chiral molecules

Density, boiling point and melting point

Solubility characteristics, including crystalline form

Pharmacology information

Toxicity data

3. Essential handbooks

Muckingham J. ed. *Dictionary of Organic Compounds*. New York: Chapman & Hall/Hemphill,

1982-1992. It consists of seven volumes with 10 supplements.

Brown W H, Foote C. *Organic Chemistry*, 3rd ed. Pacific Grove, CA: Brooks/Cole, 2002.

Morrison R T, Boyd R N. *Organic Chemistry*, 7th ed. Englewood Cliffs, NJ: Prentice-Hall, 1999.

Smith M B, March J. *Advanced Organic Chemistry*, 5th ed. New York: John Wiley & Sons, 2001.

Carey F A, Sundberg R J. *Advanced Organic Chemistry*. Part A. Structure and Mechanisms; Part B. Reactions and Synthesis, 4th ed. New York: Kluwer Academic, 2001.

Fieser L F, Fieser. *Reagents for Organic Synthesis*. New York: Wiley-Interscience, 1967.

This is a continuing series, now in 21 volumes.

Vogel, A. I. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry, including Qualitative Organic Analysis*, 5th ed. London: Longman Group, 1989. Revised by member of the School Chemistry, Thames Polytechnic.

Compendium of Organic Synthetic Methods. New York; wiley-interscience, 1971—2002.

This is a continuing series, now in 10 volume.

Organic Syntheses. New York; John Wiley & Sons, 1921—present. Published annually.

Organic Syntheses, Collectiv Volumes. New York; John Wiley & Sons, 1941—1998.

Vol. 1. 1941, Annual Volume 1~9

Vol. 2. 1943, Annual Volume 10~19

Vol. 3. 1955, Annual Volume 20~29

Vol. 4. 1963, Annual Volume 30~39

Vol. 5. 1973, Annual Volume 40~49

Vol. 6. 1988, Annual Volume 50~59

Vol. 7. 1990, Annual Volume 60~64

Vol. 8. 1993, Annual Volume 65~69

Vol. 9. 1998, Annual Volume 70~74

Useful indices are included at end of each of the collective volume that classify methods according to the type of reaction, type of compound prepared, formula of compound prepared, preparation or purification of solvents and reagents, and use of various type of specialized apparatus.

The main advantage of using one of the *Organic Syntheses Procedures* is that they have been tested to make sure that they work as written. Often, an organic chemist will adapt one of these tested procedure to the preparation of another compound. One of the features of the advanced organic textbook by Smith and March is that it includes references to specific preparative methods contained in *Organic Syntheses*.

4. Essential Journals

Review Journal

Accounts of Chemical Research

Angewandte Chemie (International Edition, in English)

Chemical Reviews

Chemical Society Reviews (formerly known as Quarterly Reviews)

Nature

Science

Primary Science Journal

Canadian Journal of Chemistry

European Journal of Organic Chemistry (formerly known as Chemische Berichte)

Journal of Organic Chemistry

Journal of the American Chemical Society

Journal of the Chemical Society, Chemical Communications

Journal of the Chemical Society, Perkin Transactions (part I and II)

Journal of Organometallic Chemistry

Organic Letters
Organometallics
Synlett
Synthesis
Tetrahedron
Tetrahedron Letter

二、实验记录和报告

做好实验记录和实验报告是每一位科研人员必备的基本素质。完成一项科学研究,要通过大量的实验工作。要重复获得一个实验结果,详细规范的实验记录是十分重要的。客观地讲,每个实验的影响因素是具体和复杂的。归根到底,要完成一项科研工作,做好每一个实验记录报告是对每一个学生最基本的要求。

实验记录必须规范、真实、即时、具体、有现象、有分析。实验记录有统一的要求和格式,一般必须采用专用的实验记录本,记录的实验内容应包括:实验时间、气候环境、具体的实验、原始的实验数据、实验操作步骤、后处理方法、实验现象、实验结果等。必须做到即时记录、真实记录、完整记录,决不能采用事后记录和随意用便纸记录的方法,否则,久而久之,易形成不良的实验习惯,影响科学研究的工作。

常用的实验记录格式:

实验题目:

实验人: 实验日期: 天气: 室温:

一、实验内容

二、实验反应方程式(主反应、副反应)

三、化学药品试剂规格用量

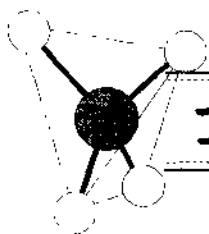
四、实验操作步骤

实验时间	实验操作	实验现象	分析备注
------	------	------	------

五、实验结果与讨论

六、结论





第2部分 药物制备技术

第二章 药物制备基本技术

药物大多数属于结构确定、成分单一的有机化合物。无论是化学制药、生物制药、中药制药都会遇到如何从各种液体或固体混合物中得到一个目标有机化合物的问题,这是一个最基本的制药技术问题。混合物中各种化合物存在着种类和理化性质上的差异,利用这种差异性,我们可以从混合物中提取出所需要的有机化合物,再经过分离、纯化及干燥,就可以得到某个有机化合物。

第一节 制药提取技术

有机化合物的提取、分离、纯化及干燥是最常使用的基本实验操作技术,其中有机化合物的提取是最基础的技术。采用最适宜的方法,对各种状态的有机混合物进行提取、收集和必要的预处理,以得到某一种有机化合物或相对较纯的某些有机化合物,再待下一步的分离。

提取收集和预处理的方法选择,是影响整个提取分离的关键。了解并掌握有机化合物的提取和收集等方法是十分重要的。

一、溶剂提取法

溶剂提取法:选择合适的溶剂,从待分离和纯化的混合物样品中提取有机化合物的方法,其基本原理是利用有机化合物在溶剂中的可溶性及溶解度差异性。

待分离和纯化的混合物样品,一般以气、液、固三种状态存在。通常采用的提取方式是:气态样品,将气体通过溶剂,气体中的有机化合物被溶剂吸收;固体样品,研细后直接浸泡在溶剂中,溶剂渗透到固体样品中,将有机化合物提取出来;液态样品,利用溶剂通过外力混合,将液态样品提取到溶剂中,即萃取过程。

最常用的是固体样品及液态样品的溶剂提取方法,溶剂提取的关键是选用合适的溶剂和最