

普通高等专科教育药学类规划教材

# 药物化学实验

(供药学专业用)

主编 刘芳妹

主审 孙常晟



4-33  
53  
01

中国医药科技出版社

普通高等专科学校教育药学类规划教材

# 药物化学实验

(供药学专业用)

**主 编** 刘芳妹 (解放军北京医学高等专科学校)

**主 审** 孙常晟 (解放军第二军医大学)

**参编人员** 吕加国 (解放军第二军医大学)

许秋菊 (开封医学高等专科学校)

中国医药科技出版社

登记证号：(京)075号

### 内 容 提 要

本书共分八个部分，即实验须知、基本知识、药物物理性质实验、药物变质实验、药物一般鉴别实验、药物定性鉴别实验、药物特殊杂质检查实验、药物制备实验及附录。选择实验时，着眼于药学大专应用性高级人才的培养目标来设定实验内容，全书共计36个实验，每个实验的编写格式为：实验目的、实验内容、实验原理、试剂、操作步骤、注释、复习思考。

本教材可供普通高等专科学校药学专业使用，也可供药学职工培训及有关药学人员参考使用。

### 图书在版编目 (CIP) 数据

药物化学实验/刘芳妹主编. —北京：  
中国医药科技出版社，1999.1  
普通高等专科学校教育药学类规划教材  
供药学专业用  
ISBN 7-5067-1944-4

I. 药… I. 刘… II. 药物化学-实验-  
高等学校-教材 IV. R979

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (98) 第 32729 号

中国医药科技出版社 出版  
(北京海淀区文慧园北路甲 22 号)  
(邮政编码 100088)

本社激光照排室 排版  
北京昌平精工印刷厂 印刷  
全国各地新华书店 经销

\*  
开本 787×1092mm  $\frac{1}{16}$  印张 6  
字数 134 千字 印数 5001—9000  
2001 年 7 月第 1 版第 2 次印刷

定价：9.00 元

本社图书如存在印装质量问题，请与本社联系调换(电话：62244206)

普通高等专科学校教育药学类

## 规划教材建设委员会名单

**主任委员：**杨爱菊（开封医学高等专科学校）

**副主任委员：**何子瑛（湖北药检高等专科学校）

赵增荣（海军医学高等专科学校）

**委 员：**苏怀德（国家医药管理局科技教育司）

张智德（中国医药科技出版社）

王桂生（新疆石河子医学院）

毛季琨（湖南医学高等专科学校）

陈建裕（广东药学院）

钟 森（中国药科大学）

**秘 书：**张修淑（国家医药管理局科技教育司）

杨仲平（国家医药管理局培训中心）

## 序 言

我国药学高等专科学校教育历史悠久,建国后有了较大发展。但几十年来一直未能进行全国性的教材建设,在一定程度上影响了专科教育的质量和发展的。改革开放以来,专科教育面临更大的发展,对教材的需要也更为迫切。

国家医药管理局科技教育司根据国家教委(1991)25号文的要求负责组织、规划高等药学专科教材的编审出版工作。在国家教委的指导下,在对全国高等药学专科教育情况调查的基础上,普通高等专科学校教育药学类教材建设委员会于1993年底正式成立,并立即制订了“八五”教材编审出版规划。在全国20多所医药院校的支持下,成立了各门教材的编审专家组(共51人)和编写组(共86人),随即投入了紧张的编审、出版工作。经100多位专家组、编写组教师和中国医药科技出版社的团结协作、共同努力,建国以来第一套普通高等专科学校教育药学类规划教材终于面世了。

该套规划教材是国家教委“八五”教材建设的一个组成部分,编写原则是既要保证教材质量,又要反映专科的特色。同时,由于我们组织了全国设有药学专科教育的大多数院校和大批教师参加编审工作,既强调专家审稿把关的作用,也注意发挥中、青年教师的积极性,使该套规划教材能在较短时间内以较高质量出版,适应了当前高等药学专科教育发展的需求。在编写过程中,也充分注意目前高等专科教育中有全日制教育、函授教育、自学高考等多种办学形式,力求使该套规划教材具有通用性,以适应不同办学形式的教学要求。

高等药学专科教育的主要任务是为医药行业生产、流通、服务、管理第一线培养应用型技术人才。为此,在第一套普通高等专科学校教育药学类规划教材面世之后,我们又立即组织编审、出版了这套配套教材(实验指导、习题集),以加强对学生的实验教学,培养实际操作能力。从现实国情考虑,我们统筹规划、全面组织教材建设活动,是为了优化教材编审队伍,确保教材质量,规范教材规格。同时,为了照顾各地办学条件和实际需求的不同,在保证基本规格的前提下,提供了若干可供灵活选择的材料。今后,规划教材的使用情况将作为教学质量评估的基本依据之一。

配套教材出齐之后,我们将大力推动以上两套教材的使用,并组织修订及评优工作,竭诚欢迎广大读者对这两套教材的不足之处提出宝贵意见。

普通高等专科学校教育药学类  
规划教材建设委员会

1998年3月

## 前 言

本书系国家教委委托国家医药管理局组织编审出版的“九五”规划实验教材，它与孙常晟主编的《药物化学》相配套，供高等专科药学专业实验教学使用。

全书共分八个部分，即实验须知、基本知识、药物物理性质实验、药物变质实验、药物的一般鉴别实验、药物的定性鉴别实验、药物特殊杂质检查实验、药物制备实验及附录。

本教材所选用的实验用药物，为理论教材各章中常用的代表药；实验操作步骤（除药物制备、变质实验外）均严格遵循药典（1995版）法定技术规定的要求进行，以培养学生良好的基本操作技能，为学生将来进入工作岗位，胜任本职工作打下良好的基础。

通过药物变质实验，树立学生药品质量第一的观念，并为在原料制备、制剂、保管等药物生产各环节和使用中的质量控制，奠定解决实际问题的理论基础。

药物制备实验使学生了解化学药物的合成路线、制备工艺及生产中可能产生的特殊杂质、熟悉药品纯化精制的基本步骤和基本操作。

每个实验编写的格式为：实验目的、实验内容、实验原理、试药、操作步骤、注释、复习思考。实验原理以反应式加文字叙述、阐明结构和理化性质、鉴别（变质）的相互关系，克服实验中照方抓药的被动性。

本书由解放军北京医学高等专科学校刘芳妹副教授主编并编写实验须知、变质实验、定性鉴别实验及附录，解放军第二军医大学吕加国高级工程师编写药物制备实验，开封医学高等专科学校许秋菊讲师编写基本知识、药物物理性质实验、药物一般鉴别实验及药物特殊杂质检查实验，全书由解放军第二军医大学孙常晟教授审订。

《药物化学》教学共90学时，其中理论教学60学时，实验教学30学时，本教材提供了份量较重的多样化实验内容，以体现《药物化学》所含内容的完整性，各校可依自身教学特点和条件进行取舍。

由于对药物化学实验教材编写尚缺少经验，时间仓促，水平所限，错误、缺点、不妥之处在所难免，恳请各校师生批评指正。

《药物化学实验》编写组

1998年4月

# 目 录

前言 .....	( 1 )
<b>第一部分 实验须知</b> .....	( 1 )
一、实验目的 .....	( 1 )
二、实验室中一般注意事项 .....	( 1 )
三、实验室安全与事故预防 .....	( 1 )
<b>第二部分 基本知识</b> .....	( 3 )
一、玻璃仪器的洗涤 .....	( 3 )
二、药品的取用和称重 .....	( 3 )
三、常用仪器及装置 .....	( 3 )
四、重结晶及过滤 .....	( 9 )
五、干燥器的使用 .....	( 10 )
六、实验产率的计算 .....	( 11 )
<b>第三部分 药物物理性质实验</b> .....	( 12 )
一、药物溶解度实验 .....	( 12 )
实验一 药物在水中的溶解度实验 .....	( 12 )
实验二 药物在不同溶剂中的溶解度实验 .....	( 13 )
实验三 结构衍变对药物溶解度影响的实验 .....	( 14 )
实验四 电荷转移复合物 (CTC) 的形成对药物溶解度的影响实验 .....	( 15 )
二、药物的熔点测定实验 .....	( 15 )
实验一 纯净药物及混合药物的熔点测定 .....	( 16 )
实验二 盐类药物的熔点测定 .....	( 17 )
三、药物的比旋度测定实验 .....	( 18 )
实验一 葡萄糖旋光度的测定 .....	( 18 )
<b>第四部分 药物变质实验</b> .....	( 20 )
实验一 药物氧化变质实验 .....	( 20 )
实验二 药物水解变质实验 .....	( 21 )
<b>第五部分 药物的一般鉴别实验</b> .....	( 23 )
实验一 钠盐、钙盐、银盐的一般鉴别 .....	( 23 )
实验二 乳酸盐、硫酸盐、磷酸盐的一般鉴别 .....	( 24 )
实验三 氯化物、溴化物的一般鉴别 .....	( 26 )
实验四 有机氟化物的鉴别 .....	( 27 )
实验五 托烷生物碱类、芳香伯胺类、丙二酰脲类的一般鉴别 .....	( 29 )
<b>第六部分 药物的定性鉴别实验</b> .....	( 31 )
实验一 麻醉药的定性鉴别 .....	( 31 )

实验二	解热镇痛药的定性鉴别 .....	( 3 3 )
实验三	镇痛镇咳药的定性鉴别 .....	( 3 5 )
实验四	心血管系统药物的定性鉴别 .....	( 3 7 )
实验五	抗寄生虫病药物的定性鉴别 .....	( 3 9 )
实验六	磺胺类药物的定性鉴别 .....	( 4 2 )
实验七	抗生素的定性鉴别 .....	( 4 4 )
实验八	甾类药物的定性鉴别 .....	( 4 6 )
实验九	水溶性维生素的定性鉴别 .....	( 4 9 )
实验十	未知药品的鉴定 .....	( 5 2 )
<b>第七部分</b>	<b>特殊杂质的检查</b> .....	( 5 5 )
实验一	己烯雌酚、硝酸异山梨酯中特殊杂质的检查 .....	( 5 5 )
实验二	甲硝唑、对乙酰氨基酚中特殊杂质的检查 .....	( 5 6 )
<b>第八部分</b>	<b>药物制备实验</b> .....	( 5 8 )
实验一	阿司匹林的制备 .....	( 5 8 )
实验二	对乙酰氨基酚的制备 .....	( 6 0 )
实验三	贝诺酯的制备 .....	( 6 1 )
实验四	对氨基水杨酸钠的制备 .....	( 6 3 )
实验五	磺胺醋酰钠的制备 .....	( 6 5 )
实验六	烟酸的制备 .....	( 6 7 )
实验七	维生素 K <sub>3</sub> 的制备 .....	( 6 9 )
实验八	苯巴比妥的制备 .....	( 7 0 )
实验九	盐酸普鲁卡因的制备 .....	( 7 2 )
实验十	盐酸苯海索的制备 .....	( 7 5 )
<b>附录</b>	.....	( 7 8 )
一、	药物中文名、英文名、异名对照表 .....	( 7 8 )
二、	我国常用试剂分级规格 .....	( 8 5 )
三、	选用试剂的参考原则 .....	( 8 5 )
四、	试液配制 .....	( 8 6 )
五、	特定符号、名称的含义 .....	( 8 7 )



# 第一部分 实验须知

## 一、实验目的

1. 配合理论课,使重要理论和概念得到验证、巩固和充实,并扩大应用的范围和方法。
2. 培养学生从事药物化学工作的基本技能及观察和分析思考的能力。
3. 培养学生严格认真的科学态度和良好的工作习惯。

## 二、实验室中一般注意事项

1. 每个实验进行之前,应当认真预习有关实验内容,了解其基本原理和方法。
2. 应严格按照实验步骤进行操作,实验进行中,必须思想集中,认真观察反应是否正常,不得擅自离开。
3. 养成及时记录的良好习惯,记录观察到的现象、结果、有关重量、体积、温度,最后写出实验报告。
4. 药品试剂必须严格按规定量取用,取出的药品试剂不可再倒回原瓶中,以免带入杂质。取用完毕,应立即盖上瓶塞,归还原处。
5. 遵从教师指导,注意安全,发生意外事故,立即报告教师。
6. 保持实验室整洁、干燥,做到桌面、地面清洁。实验完毕,及时洗净仪器,整理实验室,关水、电、煤气。

## 三、实验室安全与事故预防

药物化学实验室经常使用易燃溶剂(乙醚、丙酮、苯等)、易燃易爆物(氢气、干燥的重氮盐、苦味酸等)、有腐蚀性的试剂和原料(氯磺酸、硫酸、硝酸、盐酸、碱、溴等),也常使用玻璃仪器、煤气、电器设备。当这些药品、试剂、原料、设备使用不当时,就有可能发生着火、爆炸、烧伤、中毒等事故,但只要正确掌握基本操作,就能有效地防止事故的发生。一旦发生事故,掌握一般事故的处理方法,就能把事故损失降至最低限度。

### 1. 割伤预防与处理

玻璃管插入塞子中,应用布裹住,并慢慢旋转而入,防止折断而割伤,有时可在塞孔中涂些甘油助其滑入。割伤发生,取出伤口中的玻璃用水冲洗伤口,涂上红药水;大伤口则先按紧主血管,急送医疗。

### 2. 火伤预防与处理

(1) 火伤预防 ①不用开口容器盛放易燃溶剂,应放置在远离火源处。②金属钠贮于煤油或石蜡中,残渣不准乱丢。③回流或蒸馏溶剂时,余气出口应远离火源,最好通向室外,事先放好沸石,防止爆沸。若在加热后发现未放沸石,则应待稍冷后再补加,不可在

加热过程中加入，以防爆沸冲出溶剂导致着火。④冷凝管水要保持畅通，不用火焰直接加热烧瓶，根据反应温度要求，分别使用水浴、油浴或石棉网加热。⑤用热水漏斗过滤时，应先熄灭酒精灯，防止引起溶剂着火。

(2) 火伤处理 发生火伤，在伤处涂以烫伤油膏，必要时送医疗单位治疗。

(3) 火灾急救 如果发生火灾，应沉着镇静，立即熄灭附近所有火源，关闭煤气，切断电源，移开附近易燃物质，少量溶剂着火（数毫升），可任其烧完；瓶内溶剂着火，可用石棉网或湿布盖灭；桌面、地面小火可用湿布或黄沙盖熄；大火采用灭火器。无论用何种灭火器，皆应从火的四周开始向中心扑灭。

①四氯化碳灭火器：用以扑灭电器内及电器附近之火，连续抽动唧筒，四氯化碳即由喷嘴喷出。

②二氧化碳灭火器：用以扑灭有机物及电器设备的着火，一手提灭火器，一手握喷二氧化碳的喇叭筒的把手，而不握喇叭筒，以免手被冻伤（因二氧化碳的喷出，使压力骤然降低，温度也骤降）。

③泡沫灭火器：用以扑灭大火，需将筒身颠倒，使瓶内装的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液相遇反应生成二氧化碳。

### 3. 电伤预防与处理

使用搅拌器等电器，不能用湿手或手拿湿物接触电插头，防止触电，实验完毕先切断电源，然后再将仪器插头拔下。

### 4. 试剂灼烧预防与处理

(1) 灼伤预防 取用挥发性液体时，需用布包裹，瓶口必须指向无人处，以防液体喷溅而至伤害，遇瓶塞不易开启时，注意瓶内贮物性质，切不可冒然用火加热，或乱敲瓶塞等。

(2) 灼伤处理 ①酸灼伤：立即用大量水洗，然后用3%~5%的碳酸氢钠溶液冲洗。②碱灼伤：先用大量水洗，然后用10%醋酸溶液蘸洗皮肤，用饱和硼酸水溶液冲洗眼睛，最后再用水冲洗去醋酸或硼酸。

### 5. 爆炸预防与处理

(1) 不得随意加氧化剂到与实验内容无关的药品中，避免意外爆炸事故，有机药品和氧化剂应分开存放。

(2) 减压蒸馏结束后，不能放气太快，以防压力计冲破。

(3) 常压操作时，使全套装置有一定的地方通向大气，高压操作时，应经常注意压力表有无超过安全负荷。

(4) 减压蒸馏要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接收器，不可用三角锥形瓶，因三角瓶不耐压而易炸裂。

(5) 易燃易爆气体切勿接近火源，实验过程中保持室内空气畅通，防止室内一切火星发生。

(6) 对易炸固体（干燥的三硝基苯酚、三硝基甲苯、乙炔金属盐等）切不得重压或敲击，其残渣不准乱丢。

(7) 合成实验中，估计有可能发生危险的实验，应用防护眼睛、手套、面罩等设备。

(刘芳妹)

## 第二部分 基本知识

### 一、玻璃仪器的洗涤

养成“用后即洗”的习惯，是我们每个人都应该做到的。有些留在烧瓶里的残渣随着时间的推延会侵蚀玻璃表面，洗涤工作拖延愈久，残渣和玻璃的这种相互作用就愈深入。因此，用完的仪器应及时清洗，否则就会给洗涤工作带来很多困难。

一般性清洗，先用自来水冲洗，然后用去污粉或洗衣粉进行洗涤；当瓶内留有碱性残渣或酸性残渣时，可用酸液或碱液来处理；若残渣可能溶于某种有机溶剂，则应选用适当的有机溶剂（如丙酮等）将残渣溶解；对于不易清洗的残渣及粘附在玻璃壁上的污垢，可先用纸擦去，再使用洗液来洗涤。最后，将洗净的仪器用自来水清洗2~3次，即可用于合成实验。

用于精制产品或有机分析实验的玻璃仪器，洗涤干净后，还需用蒸馏水淋洗2~3次。洗净的玻璃仪器应清洁透明，内壁能完全被水湿润，不挂水珠。

洗净后的玻璃仪器，可让其自然凉干，或使用电吹风、气流烘干机、烘箱等将仪器干燥。

### 二、药品的取用和称量

在称取药品和试剂前，首先应注意对照和验证标签上的品名与规格，然后根据药品（试剂）的性状，选用合适的称取方法。

在常量制备实验中，可用一般的托盘台称（精度0.1g）。半微量制备时，台称的灵敏度达不到要求，这时可使用扭力天平（精度0.01g）。进行有机定量分析实验时，要用分析天平进行称重（精度0.001g）。

#### 1. 固体药品（试剂）的取用和称量

固体药品（试剂）称重时，可以用玻璃容器或称量纸进行。易吸潮的药品（试剂）可选用干燥的称量瓶（带盖）迅速称取。

#### 2. 液体药品（试剂）的取用和称量

一般的液体试剂可用量筒量取或采用称重的方法称取。当需要少量取用时，可用移液管或滴定管量取。具有刺激性气味或易挥发的液体，需在通风橱（毒气柜）中量取。

### 三、常用仪器及装置

#### （一）常用仪器

##### 1. 玻璃仪器

图2-1为一些常用的标准磨口玻璃仪器（亦称标准口玻璃仪器或磨口玻璃仪器）。标准

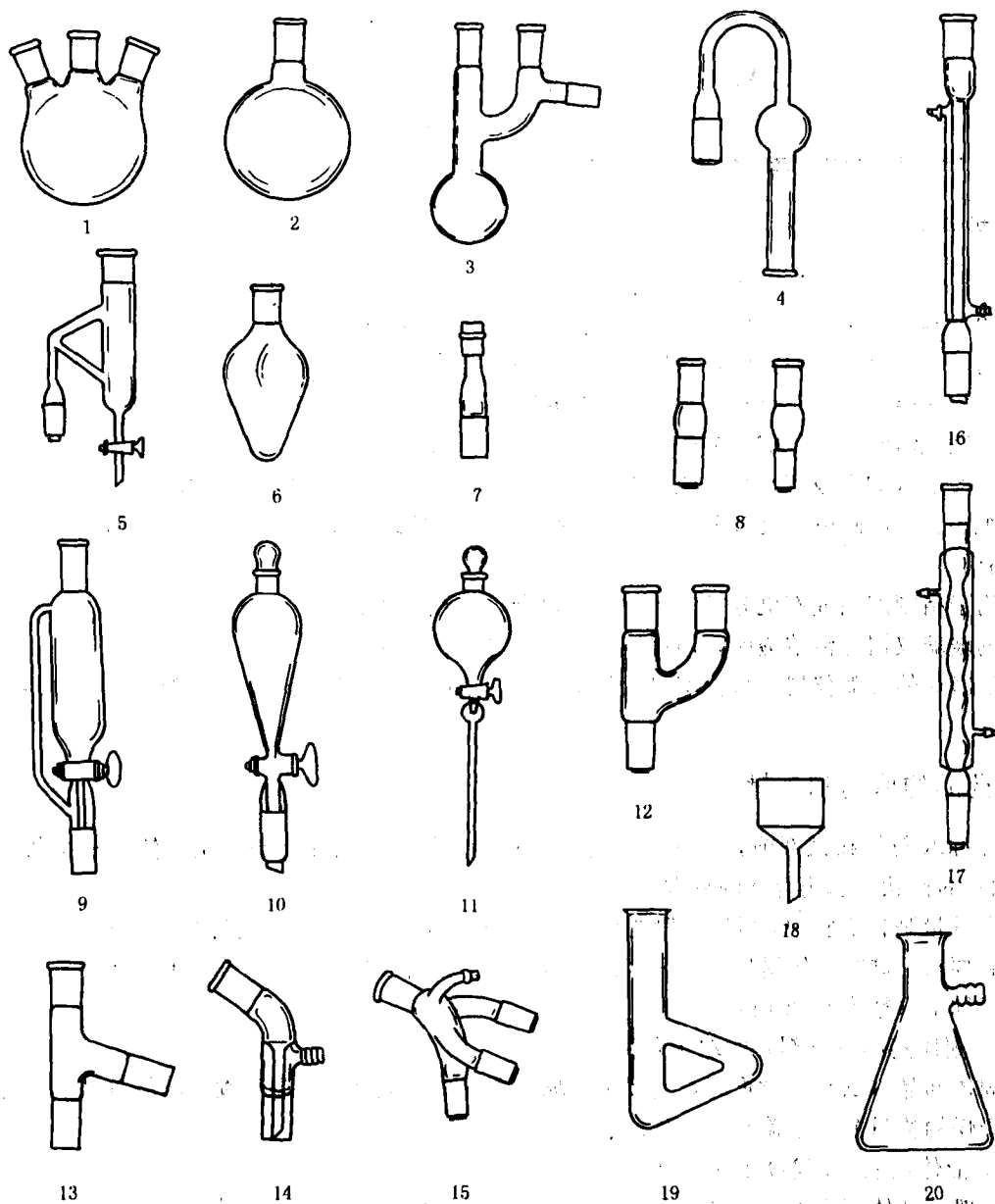


图 2-1 常用玻璃仪器

1. 三颈瓶; 2. 圆底烧瓶; 3. 克氏蒸馏瓶; 4. 干燥管; 5. 分水器; 6. 梨形瓶; 7. 温度计套管;  
 8. 变径接头; 9. 恒压滴液漏斗; 10. 分液漏斗; 11. 球形滴液漏斗; 12. Y形管; 13. 75°蒸接头; 14. 真空接管;  
 15. 多尾接管; 16. 直形冷凝管; 17. 球形冷凝管; 18. 布氏漏斗; 19. 提勒管(b形管); 20. 吸滤瓶(抽滤瓶)

磨口玻璃仪器是根据国际通用的技术标准制造的, 选配方便, 且密封效果好, 因此, 是目前实验室常用的玻璃仪器。常用的标准磨口有 10、14、19、24、29、34、40、50 号等多种,

一般学生实验中所用的多为 14 号或 19 号，数字是指磨口最大端直径的毫米数。标准磨口玻璃仪器同类型编号规格的接口可任意互换。因磨口编号不同而无法直接连接时，可通过不同编号的磨口接头（亦称变径接头），使之连接起来。

使用磨口仪器时应注意：①保持磨口表面的清洁；②必要时在磨口处涂润滑剂；③用后立即拆卸、洗净，各个部件分开存放；④装配仪器时，应按照先下后上、先中间后两旁的顺序，并保证磨口连接处不受到应力。

## 2. 其它常用仪器

(1) 气流干燥器 气流干燥器是实验室常用的烘干设备之一，与烘箱相比具有快速方便的特点，将洗涤干净的玻璃仪器插到气流管上，使用时打开电源开关即可。

(2) 循环水真空泵 循环水真空泵不仅是一种真空抽气装置，同时还能向反应装置中提供循环冷却水，并具有不用油、无污染、耐腐蚀、方便灵活等特点。

(3) 旋转蒸发器（图 2-2） 旋转蒸发器是实验室回收溶剂、浓缩溶液常用的快速蒸馏仪器，可在减压情况下进行。操作时由于烧瓶在不断旋转，因此蒸发液不会暴沸，并且液体蒸发的表面积大，蒸发速度快，比一般蒸发装置的效率高得多。

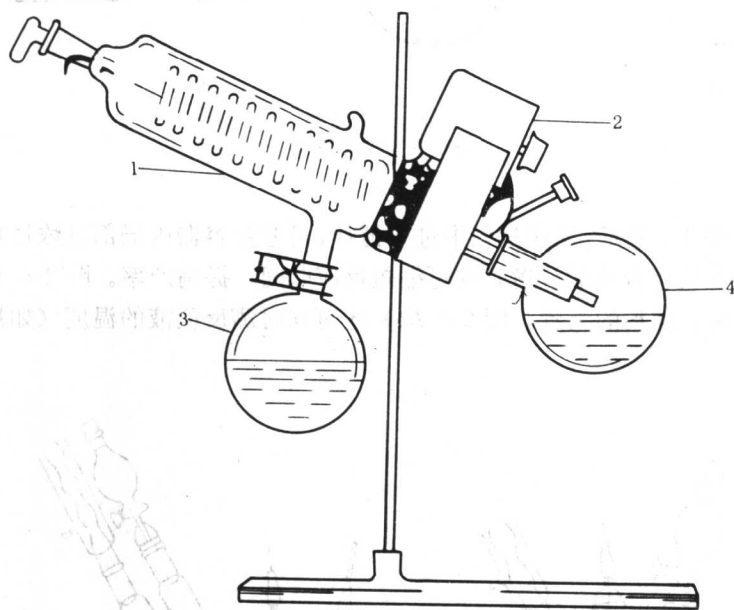


图 2-2 旋转蒸发器

1. 冷凝管；2. 变速马达；3. 接收瓶；4. 蒸发瓶

## (二) 常用装置

### 1. 回流装置

回流装置如图 2-3 所示。其中图 2-3 (a) 是一般的回流装置，若需防潮，可在冷凝管顶端装一氯化钙干燥管。若反应中有刺激性气体（如二氧化硫、氯化氢等）产生时，可用图 2-3 (b) 带有气体吸收的装置。

回流反应的加热方式可根据具体情况选用水浴、油浴、电热套等。

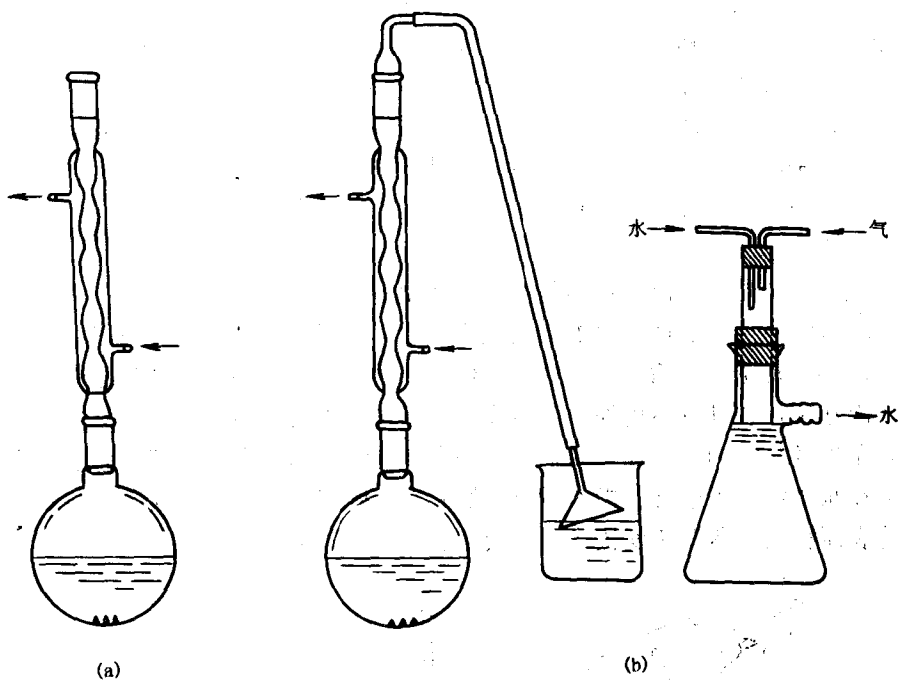


图 2-3 回流装置

### 2. 搅拌装置

搅拌装置如图 2-4 所示。反应过程中进行搅拌，可避免容器内局部过浓过热而导致其它副反应的产生或有机化合物的分解，并可缩短反应时间，提高产率。图 2-4 (a) 是可以同时进行搅拌、回流、加料的装置，图 2-4 (b) 还可同时测反应液的温度（如用四颈瓶可免去 Y 形管）。

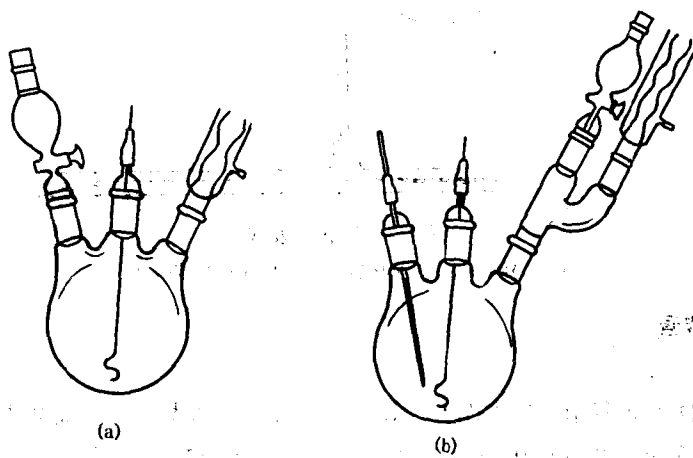


图 2-4 搅拌装置

搅拌装置中常用的密封装置如图 2-5 所示。图 2-5 (a) 的装置比较简便, 但如果装置不妥当或操作不慎时, 容易损坏磨口套管。图 2-5 (b) 是聚四氟乙烯制成的搅拌密封塞, 它由螺旋盖、硅橡胶密封垫圈和标准口塞组成。标准口塞有不同型号, 可与各种标准口玻璃仪器匹配, 使用方便可靠, 但价格较贵。图 2-5 (c) 是一种液封装置, 常用液体石蜡 (或其它惰性液体) 进行密封。

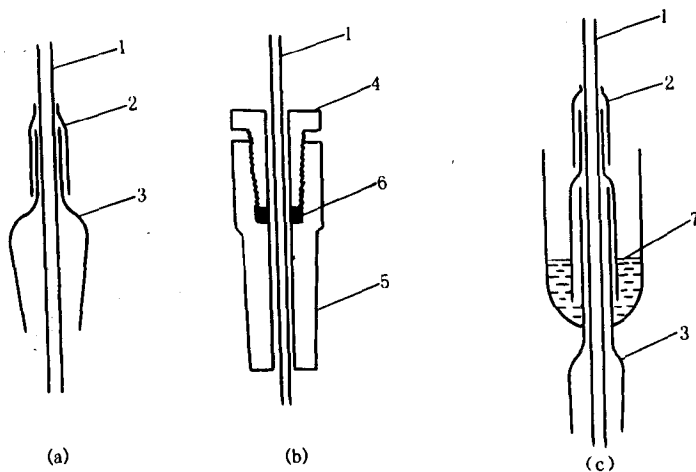


图 2-5 密封装置

1. 搅拌棒; 2. 橡皮管; 3. 磨口套管; 4. 聚四氟乙烯螺丝盖;  
5. 聚四氟乙烯标准口塞; 6. 密封垫; 7. 密封液

在进行搅拌反应时, 根据需要可选择不同形状的搅拌棒。常用的搅拌棒如图 2-6 所示。

### 3. 蒸馏装置

(1) 常压蒸馏 图 2-7 是常用的蒸馏装置, 其中图 2-7 (b) 是蒸除较大量溶剂的装置, 液体可从滴液漏斗中不断加入, 调节滴入速度, 使之与蒸出速度基本相等, 可避免使用较大的蒸馏瓶。使用蒸馏装置时需注意: ①一般液体的体积不能超过瓶容积的  $2/3$ ; ②加沸石; ③温度计水银球上端应与支管下端在同一水平面上; ④整套装置必须与大气相通; ⑤在任何情况下都不能将液体蒸干。

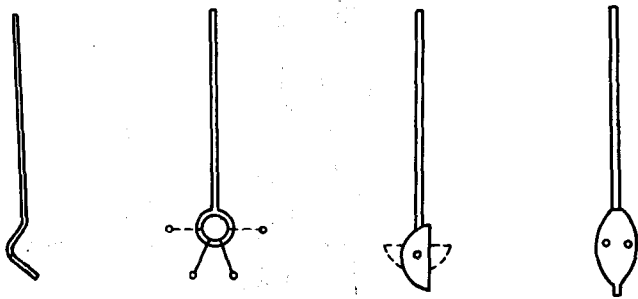
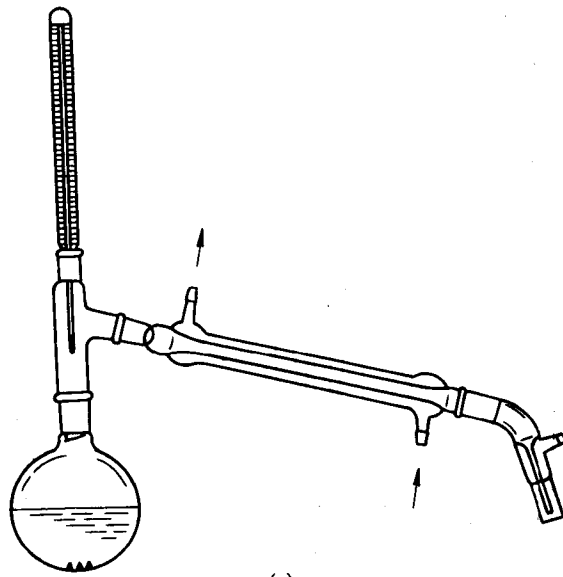
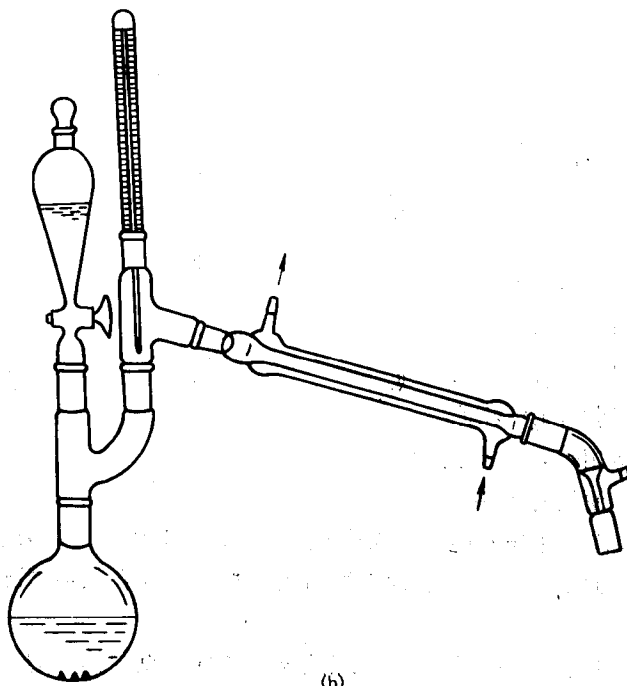


图 2-6 搅拌棒

(2) 减压蒸馏 减压蒸馏是分离、提纯液体 (或低熔点固体) 的一种重要方法, 特别适用于在常压蒸馏时未达沸点即已受热分解、氧化或聚合的物质的蒸馏。减压蒸馏装置如图 2-8 所示。



(a)



(b)

图 2-7 常压蒸馏装置



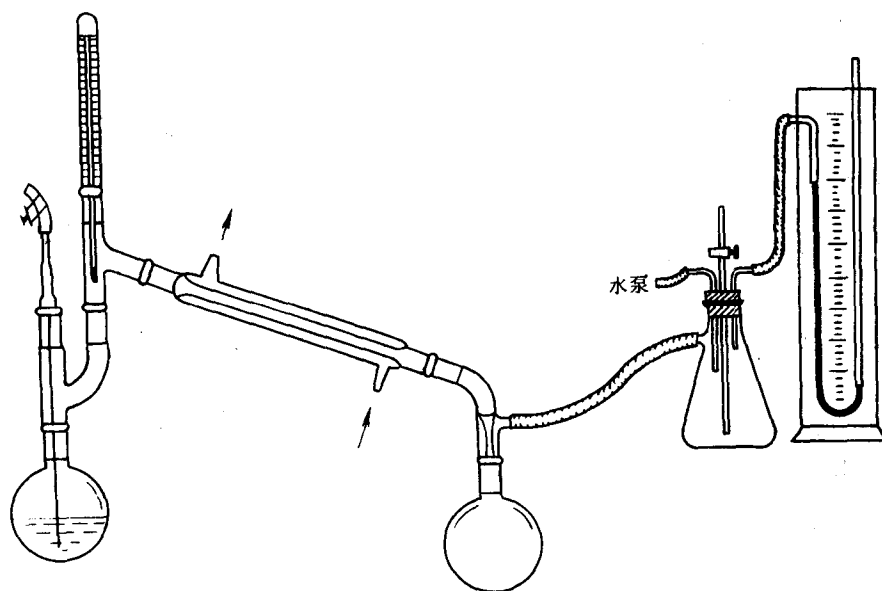
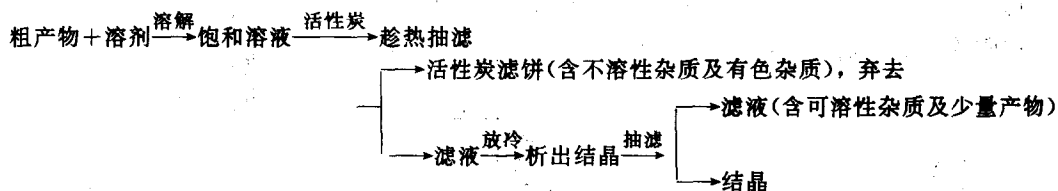


图 2-8 减压蒸馏装置 (水泵抽气)

#### 四、重结晶及过滤

在药物的合成中,由原料经有机化学反应得到的产物往往是不纯的,常称之为粗产物,粗产物必须经过精制纯化,除去杂质后方可应用。最常用的精制纯化方法之一就是选用适当的溶剂进行重结晶。重结晶的目的在于提纯固体药物。当杂质含量多,一次不能提纯时,可与蒸馏、萃取、升华等操作相结合,来达到纯化药物的目的。

重结晶的一般过程如下:



重结晶过程中的过滤多采用水泵进行减压抽气过滤(简称抽滤)。为了使过滤操作进行得快,常选用布氏漏斗进行抽滤。使用布氏漏斗时,要注意在漏斗的平底上铺一张没有折痕的圆滤纸,滤纸应全部盖住漏斗底部所有的孔,并比漏斗的内径略小。在进行抽滤操作时,先用适量的溶剂将滤纸湿润,以借助于抽吸使其紧贴于漏斗的底板上。过滤时,将溶液从布氏漏斗的中心先慢后快地倒入,以防溶液将滤纸冲起。趁热抽滤时,为了避免在过滤时溶液冷却、结晶析出,造成操作困难和产品损失,可将布氏漏斗进行预热,必要时将抽滤瓶置热水浴中进行操作。每次抽滤时,都应尽可能地把滤饼(结晶或杂质)内的滤液抽干,结晶(或杂质)量大时可用玻塞压干。需要时,用适量溶剂(恰能浸润所有晶体)洗