




全国高等院校药学专业课程改革实验系列规划教材

药物化学实验

YAOWU HUAXUE SHIYAN

主编 严琳

 郑州大学出版社



全国高等院校药学专业课程改革实验系列规划教材

药物化学实验

YAOWU HUAXUE SHIYAN

主编 严琳

 郑州大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

药物化学实验/严琳主编. —郑州:郑州大学出版社,
2008.9

(高等院校药学专业课程改革实验系列规划教材)

ISBN 978 - 7 - 81106 - 908 - 2

I. 药… II. 严… III. 药物化学 - 化学实验 - 高等
学校 - 教材 IV. R914 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 117141 号

郑州大学出版社出版发行

郑州市大学路 40 号

出版人: 邓世平

全国新华书店经销

新乡市凤泉印务有限公司印制

开本: 787 mm × 1 092 mm

印张: 16

字数: 388 千字

版次: 2008 年 9 月第 1 版

邮政编码: 450052

发行部电话: 0371 - 66966070

1/16

印次: 2008 年 9 月第 1 次印刷

书号: ISBN 978 - 7 - 81106 - 908 - 2 定价: 30.00 元

本书如有印装质量问题, 由本社负责调换

内容提要

本书为全国高等院校药学专业课程改革实验系列规划教材,主要介绍了药物化学实验的基本知识、基础实验、综合实验、设计实验、药物的光谱解析实验、双语教学实验。

本教材涉及的实验药物,是理论教材各章中的代表性药物,有机定性鉴别的实验操作步骤严格遵循 2005 年版《中国药典》的技术规定,氧化和水解的变质反应实验,旨在使学生加深理解药物化学的基本理论和基本知识,熟悉引起变质反应的基本结构特征;药物合成实验的安排目的是使学生了解化学药物的合成路线、合成工艺及制备中可能产生的中间产物和杂质,了解对药物进行结构修饰的基本方法,熟悉药品纯化精制的基本步骤和基本操作,从而进一步巩固有机化学实验的操作技术及有关理论知识。本教材适合作为药学专业本科、专科药物化学实验教材及工具书。

序 言

实验教学是高等药学院校最基本的教学形式之一,对培养学生科学的思维方法、创新意识与能力,全面推进素质教育有着重要的作用。高等药学院校必须不断更新教学内容,以学科发展的前沿知识充实实验课程内容。高等药学实验教育,是一个多学科多方位的教育体系,为保证整个实验教育体系的完整性和连续性,建立一套自成体系、符合培养高等应用型人才要求的实验教材是十分必要的。

根据多年来的高等药学教育教学经验,结合社会医药领域对药学应用型人才的需求状况,我们组织编写了本套实验教材。本套教材共计8种:《物理化学实验》(陈松林主编)、《分析化学实验》(敬永升主编)、《药理学实验》(张忠泉主编)、《药物分析实验》(徐政主编)、《药物化学实验》(严琳主编)、《药剂学实验》(陈洪轩主编)、《药用植物学实验》(李昌勤主编)、《天然药物化学实验》(韩光主编)。

本套教材编写以普通高等教育“十一五”国家级规划教材为基础,以着重培养学生基本理论的应用及实际操作能力为宗旨,本着“简单明了、重点突出、深入浅出、新颖实用”的编写原则,在内容安排上做到与理论教材相配套、与实际应用相结合,将药学专业多个学科相关交叉教学内容进行了融会贯通,以适应不同办学形式的教学要求。本套教材在编写上突出了以下特点:

1. 本着重视基础、突出重点,以学科发展的前沿知识充实实验课程内容的原则,精选了各学科的实验内容。
2. 根据目前全国正在进行的“全国普通高等本科教学水平评估”工作“A级”指标的要求,有“综合性”、“设计性”实验的课程应占有实验课程总数的比例不少于80%,因此,本套教材合理地安排了一定比例的“验证性”、“综合性”、“设计性”实验,有助于学生通过“综合性”、“设计性”实验对课堂理论的综合、概括,有助

于学生主动在实践中验证理论,体验如何将理论与实践相结合,培养了学生分析问题、解决问题的能力。

3. 为了适应现代药学英语教学,提高学生的科技英语水平,为国家培养出一大批既懂专业又懂英语的高素质复合型人才,以适应国际竞争的需要,我们还在本套教材中编写了部分英文实验作为双语教学实验。

本套教材可供高等药学及相关专业教学使用。

全国高等院校药学专业课程改革实验系列规划教材编委会

2008年3月

前 言

本书是依据药物化学教学大纲的要求编写的,目的是通过实验加深理解药物化学的基础理论和基本知识,掌握药物合成及结构修饰的基本方法,熟悉实验方案的设计与实验条件的选择,了解拼合原理及现代新技术与新方法在药物化学实验中的应用,进一步规范和巩固有机化学实验的操作技术及有关理论知识,培养学生理论联系实际、实事求是、严格认真的科学态度,提高其分析和解决实际问题的能力。

本实验教材的特色之一是在指导性实验的基础上加入了一些设计性实验,查阅文献、设计路线及实验操作都尽量要求学生独立完成。这是根据目前全国正在进行的“全国普通高等本科教学水平评估”工作“A级”指标的要求,“综合性”、“设计性”实验的课程应占实验课程总数的比例要 $\geq 80\%$ 。因此,本教材注意根据专业课教学特点,彻底改变以往验证性实验讲义中实验原理、操作步骤、实验现象写的一清二楚,让学生“照方抓药”动手不动脑的现象,较为合理的安排了一定比例的设计性实验,有助于学生通过设计性实验对课堂理论进行综合、概括,有助于学生主动在实践中验证理论,体验如何将理论与实践相结合。通过设计性实验的训练,模拟科学研究的整个过程,培养学生科研意识、创新精神和独立工作的能力,以及运用药物化学理论及有关专业知识去解决实际问题的能力,为今后从事药物合成、新药研究和开展临床药物化学等工作打下基础。本实验教材的特色之二是为了适应现代药学英语教学,我们在本教材中编写了几个英文实验作为双语教学实验。

本实验教材是药物化学教研室教学经验的集体总结,限于水平,难免有誤,希望大家在使用过程中提出宝贵意见,以利于我们再版时修正和提高。

《药物化学实验》编写组

2008年3月

目 录

第一篇 药物化学实验的基本知识

一、实验室的安全及事故的预防与处理	3
二、药物化学实验室常用玻璃仪器、设备及装置	6
三、仪器安装要求	12
四、玻璃仪器的洗涤	13
五、实验药品的准备、取用和称量	13
六、有机化合物分离、纯化技术	17
七、实验的预习、记录和实验报告的填写	49
八、药物化学文献简介及查阅方法	51

第二篇 基础性实验

实验一 药物水解变质实验	61
实验二 盐酸普鲁卡因稳定性实验	64
实验三 药物氧化变质实验	66
实验四 甲硝唑、对乙酰氨基酚中特殊杂质的检查	69
实验五 心血管系统药物的定性鉴别	72
实验六 解热镇痛药的定性鉴别	75
实验七 托烷生物碱类、芳香伯胺类、丙二酰脲类的一般鉴别	77

第三篇 综合性实验

实验一 巴比妥的合成	83
实验二 苯妥英钠的合成	85
实验三 琥珀酸喘通的合成	89
实验四 盐酸普鲁卡因的合成	90
实验五 二氢吡啶钙离子拮抗剂的合成	93
实验六 阿司匹林的合成	95
实验七 扑热息痛的合成	97
实验八 氯霉素的合成	98
实验九 诺氟沙星的合成	107
实验十 磺胺醋酰钠的合成	115

实验十一 扑炎痛的合成·····	117
实验十二 美沙拉秦的合成·····	119
实验十三 地巴唑的合成·····	121
实验十四 亚胺-154的合成·····	124
实验十五 苯佐卡因的合成·····	126
实验十六 葡甲胺的合成·····	129

第四篇 药物的光谱解析实验

一、紫外-可见吸收光谱法·····	135
二、红外吸收光谱法·····	141
三、核磁共振光谱法·····	150
四、质谱法·····	160
五、综合谱图解析·····	164

第五篇 设计性实验

实验一 硝酸咪康唑的合成·····	169
实验二 甲苯磺丁脲的合成·····	169
实验三 氢氯噻嗪的合成·····	170

第六篇 双语教学实验

1 Drug Hydrolysis and Deterioration·····	173
2 Experiment For Qualitative Identification of Cardiovascular System Drugs·····	175
3 Qualitative of Antipyretic Analgesic·····	177
4 The common identification of the tropane alkaloids, the fragrance primary amine and the malonylurea·····	179
5 Preparation of Aspirin·····	181
6 Preparation of Paracetamol·····	182
附 录·····	185
I. 常用元素相对原子质量·····	185
II. 有机化学文献和手册中常见词的英文缩写·····	185
III. 普通有机溶剂中英文对照及沸点密度表·····	188
IV. 常用干燥剂的分类及使用方法·····	189
V. 常用溶剂的提纯、干燥和贮藏·····	191
VI. 一般鉴别实验·····	195
VII. 试 药·····	199
VIII. 试 液·····	232

药物化学实验的基本知识

● 第一篇



一、实验室的安全及事故的预防与处理

药物化学实验中,经常用到各类易燃、易爆、有毒或腐蚀性药品,以及多种电气设备和易碎玻璃仪器等,稍不慎就可能引发火灾、爆炸、中毒、烧伤、割伤、触电等重大事故。所以,进入实验室必须高度重视安全问题,请认真阅读下列各项。

(一) 实验室一般注意事项

1. 实验前应认真预习,充分掌握资料。做到原理清楚,目的明确,对安全操作和注意事项做到心中有数,能够离开书本独立操作。

2. 进入实验室必须穿实验衣、戴防护镜,长发要束好。不准穿拖鞋或凉鞋,更不准赤足。实验室中不要戴隐形眼镜(防止有机溶剂溶蚀伤及眼睛)。

3. 熟悉实验中所用药品、仪器的性能及装配要点,弄清实验室内水、电、气的管线开关和各种标记,安全设备的位置与使用方法,以及急救箱放置地点等。安全设备和急救药品不准移作他用。

4. 实验开始前应仔细检查仪器是否完好无损,装置是否正确稳妥。

5. 实验按既定步骤进行,严格操作规程,不得违规操作。实验中必须全程监测,认真记录,不准擅自离开。特别要注意观察仪器有无漏气、破裂,反应是否反常。发现异常应立即报告指导教师。

6. 始终保持实验室的整洁与安静,严禁在实验室内吸烟或吃食物。

7. 各种药品不得随意散失或丢弃,实验中产生的有害气体及废弃物应按规定妥善处理,以免污染环境,影响健康。

8. 严格药品用量,公用药品、仪器等用完后必须立即归还原处。取药品时注意瓶盖、瓶塞不要搞错,取出的药品不得再倒回原试剂瓶中。

9. 实验结束后认真清洗仪器,关好水、电、气,洗净手经老师检查允许后,才能离开实验室。

(二) 实验室意外事故的预防、处理和急救

1. 火灾、爆炸、中毒、触电事故的预防

(1) 实验中使用的有机溶剂大多是易燃的。因此,着火是药物实验中常见事故。防火的基本原则是让火源尽可能远离易燃物品。盛有易燃溶剂的容器不得靠近火源,数量较多的易燃有机溶剂应保存在危险药品橱内。

回流或蒸馏液体时应放沸石,以防溶液因过热暴沸而冲出。若在加热后发现未放沸石,则应停止加热,待稍冷后再放。否则,在过热溶液中加入沸石会导致液体迅速沸腾,冲出瓶外而引发火灾。不要用火直接加热烧瓶,而应根据液体沸点高低分别选择石棉网、空气浴、油浴或水浴等。冷凝水要保持畅通,如冷凝管忘记通水,大量蒸气会来不及冷凝而逸出,也易造成火灾。

(2) 易燃有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)在室温时常常具有较大的蒸气压。空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气量达到某一极限时,遇明火即发生爆炸。有机溶剂蒸气密度

一般比空气大,会沿着桌面或地面飘移至较远处,或沉积在低洼处。因此,切勿将易燃溶剂倒入废物缸中,更不能用开口容器盛放易燃溶剂。倾倒易燃溶剂应远离火源,最好在通风橱中进行。蒸馏易燃溶剂(特别是低沸点易燃溶剂),整套装置切勿漏气,接收器支管应与橡皮管相连,使余气通往水槽或室外。

(3)使用易燃、易爆气体,如氢气、乙炔等时要保持室内空气畅通,严禁明火,并应防止一切火星的发生。应该明白,敲击、鞋钉摩擦、马达炭刷或电器开关(包括电话)等都有可能产生火花,应特别予以注意。

(4)燃气开关应经常检查,并保持完好。燃气灯及其橡皮管在使用时也应仔细检查。发现漏气应立即熄灭火源,打开窗户,用肥皂水检查漏气地方。若无法自行解决,应急告有关单位马上抢修。

(5)常压操作时,全套装置一定要有与大气相通点,切勿造成密闭体系。减压蒸馏时,要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接收器,不可用锥形瓶,否则可能会发生炸裂。加压操作时(如高压釜、封管等),应经常注意釜内压力有无超过安全负荷,选用封管的玻管厚度是否适当、管壁是否均匀,并要有一定的防护措施。

(6)某些有机化合物遇氧化剂时会发生猛烈爆炸或燃烧,操作时应特别小心。存放药品时,应将氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化剂和有机药品分开存放。

(7)开启贮有挥发性液体的瓶塞和安瓿时,必须先充分冷却,然后开启(开启安瓿时需用布包裹),开启时瓶口必须指向无人处,以免由于液体喷溅而招致伤害。如遇瓶塞不易开启时,必须注意瓶内贮存物质的性质,切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞等。

(8)有些实验可能产生危险性化合物,操作时需特别小心。某些类型的化合物具有爆炸性,如叠氮化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等,使用时须严格遵守操作规程。有些有机化合物如醚或共轭烯烃,久置后会生成易燃易爆的过氧化物,使用前需经特殊处理。

(9)使用有毒药品时要小心操作,妥为保管,不准乱放。实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发,并向使用者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须作妥善而有效的处理,不准乱丢。

(10)有些毒害物质会渗入皮肤。因此,在接触固体或液体有毒物质时,必须戴塑胶手套,操作后立即洗手,切勿让毒品沾及五官或伤口。例如,氰化钠沾及伤口后会随血液循环全身,严重者会造成中毒死亡事故。

(11)反应过程中可能生成有毒或腐蚀性气体的实验,必须在通风橱内进行。实验后器皿应及时清洗。实验时不得把头伸入橱内。

(12)使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不可用湿手或手握湿物接触电源插头、开关等。为防止触电,设备或装置的金属外壳等都应妥善接地。实验后应及时切断电源,并将连接电源的插头拔下。

2. 事故的处理和急救 如果发生事故,应立即采取适当措施并报告教师。

(1)火灾 一旦发生火灾,不要惊慌失措,务请保持沉着冷静,应立即采取各种相应措施,把事故损失减到最小。首先,马上熄灭附近所有火源(如关闭燃气),切断电源,并移开附近的易燃物质。如果是少量溶剂(几毫升)着火,可任其烧完;锥形瓶内溶剂着火,可用石棉网或湿布盖熄;小火可用湿布或黄沙盖熄。

火较大时应根据具体情况采用下列灭火器材:

四氯化碳灭火器:用以扑灭电器内或电器附近之火。四氯化碳有毒,高温时产生剧毒光气,不能在狭小和通风不良的实验室中使用;另外,四氯化碳和金属钠接触会发生爆炸,有金属钠存在应避免使用。

二氧化碳灭火器:是药物实验室中最常用的一种灭火器,它的钢筒内装有压缩的液态二氧化碳,使用时打开开关,二氧化碳气体即喷出,用以扑灭有机物及电器设备火灾。使用时应注意,一手提灭火器,一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上。因喷出二氧化碳时压力骤然降低,温度也骤降,手若握在喇叭筒上易被冻伤。

泡沫灭火器:内部分别装有含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液,使用时将筒身颠倒,两种溶液即反应生成大量二氧化碳。灭火器筒内压力突然增大,大量二氧化碳泡沫喷出。非大火通常不用泡沫灭火器,因其后处理较麻烦。

无论用何种灭火器,皆应从火的四周开始向中心扑灭。

油浴和有机溶剂着火时绝对不能用水浇,因为这样反而会使火焰蔓延开来。

若衣服着火,切勿奔跑,用厚的外衣包裹使熄灭。较严重者应躺在地上(以免火焰烧向头部),用防火毯紧紧包住并打滚,直至火熄灭,或打开附近的自来水用水冲淋熄火。烧伤严重者应急送医疗单位。

(2) 割伤 取出伤口中的玻璃或固体物,蒸馏水清洗后涂上红药水,用绷带扎住。大伤口则应先按紧主血管以防止大量出血,并急送医疗单位。

(3) 烫伤 轻伤涂玉树油或鞣酸油膏,重伤涂烫伤油膏后立即送医疗单位。

(4) 试剂灼伤 酸:先用大量水洗,再以3%~5%碳酸氢钠溶液洗,最后再用水洗。蚀伤严重时要消毒,拭干后涂烫伤油膏。

碱:立即用大量水洗,再以2%醋酸液洗,最后再用水洗。严重时送医疗单位处理。

溴:立即用大量水洗,再用酒精擦至无溴液存在为止。然后涂上甘油或烫伤油膏。

钠:可见的小块用镊子移去,其余与碱灼伤处理相同。

(5) 试剂溅入眼内 任何情况下都要先洗涤,急救后送医疗单位。

酸:用大量水洗,再用1%碳酸氢钠溶液洗。

碱:用大量水洗,再用1%硼酸溶液洗。

溴:用大量水洗,再用1%碳酸氢钠溶液洗。

玻璃:用镊子移去碎玻璃,或在盆中用水洗,切勿用手揉动。

(6) 中毒 溅入口中尚未咽下者应立即吐出,用大量水冲洗口腔。如已吞下,应根据毒物性质给以解毒剂,并立即送医疗单位。

腐蚀性毒物:对于强酸,先饮大量水,然后服用氢氧化铝乳剂、鸡蛋白等;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒都应再给以牛奶灌注,不要吃呕吐剂。

刺激剂及神经性毒物:先给牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡并缓解,再用一大匙硫酸镁(约30g)溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐,然后立即送医疗单位。

吸入气体中毒者,将中毒者移至室外,解开衣领及纽扣。吸入少量氯气或溴者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

为处理事故需要,实验室应备有急救箱,内置有以下一些物品:

- (1) 绷带、纱布、棉花、橡皮膏、医用镊子、剪刀等。
- (2) 凡士林、玉树油或鞣酸油膏、烫伤油膏及消毒剂等。
- (3) 醋酸溶液(2%)、硼酸溶液(1%)、碳酸氢钠溶液(1%及饱和)、酒精、甘油、红汞、龙胆紫等。

二、药物化学实验室常用玻璃仪器、设备及装置

(一) 玻璃仪器

实验室中常用玻璃仪器一般多为标准磨口仪器,非磨口玻璃仪器现在已较少使用,除接口不同(有无磨口)外,二者之间无本质区别。

常见标准磨口玻璃仪器及部分其他玻璃仪器如图 1.1 所示。

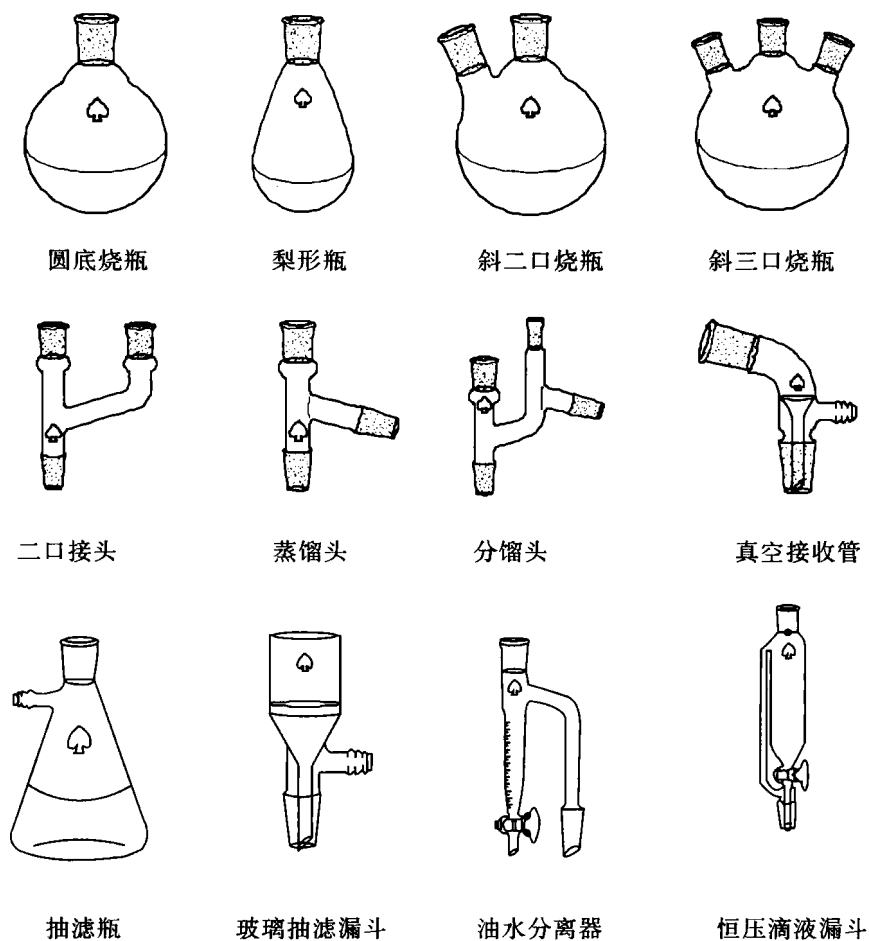


图 1.1 部分常见玻璃仪器(1)

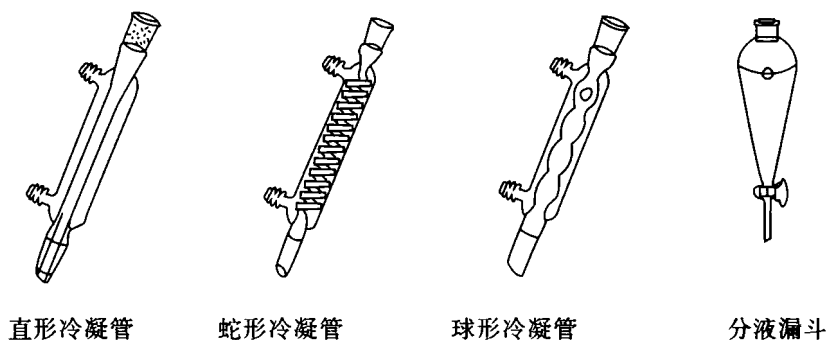


图 1.1 部分常见玻璃仪器(2)

说明:

1. 玻璃仪器应轻拿轻放,防止折断或破损。除少数(如试管等)外,玻璃仪器一般不宜用直接火加热。

2. 根据玻璃仪器的容量和用途不同,标准磨口的编号也不同。常见标准磨口编号有 10、14、19、24、29、34、40、50 等。这里数字表示磨口最大端直径的毫米数(内磨时表示内直径,外磨时表示外直径。)。有时磨口也用两组数字来表示大小。例如:10/30、19/40 等,前面数字仍表示磨口直径,后面数字则代表磨口的长度。相同编号的内外磨口可紧密相接,不同编号的磨口可借助特殊的接头(俗称变头或大小头)使之连接。

3. 使用标准磨口仪器时须注意:

(1) 磨口处必须洁净,若沾有固体杂物,会使磨口对接不严密,导致漏气。杂物若很硬,用力旋转磨口时,还易损坏磨口。

(2) 常规使用一般无须在磨口处涂润滑剂,以免玷污反应物或产物。若反应时使用强碱,为避免磨口连接处因碱腐蚀黏结而难以拆开,则应涂润滑剂。减压蒸馏时,若所需真空度较高,磨口处也应涂上真空油脂。在涂润滑剂或真空油脂时应细心地在磨口大的一端涂上薄薄一圈。切勿涂的太多,以免玷污产物。

(3) 安装标准磨口玻璃仪器应注意正确顺畅,使磨口连接处不受歪斜的应力,否则常易使仪器折断。

(4) 试验完成后应立即将仪器拆卸洗净,否则长期放置,可能使磨口连接处粘牢,难以拆开。

(二) 电器和机电设备

1. 电吹风 实验室中应使用冷热两用的电吹风,一般供干燥玻璃仪器用。电吹风宜放干燥处,注意防潮防腐蚀,每季加油一次。

2. 调压变压器 调节电源电压的一种仪器。常常用来调节加热器温度或搅拌器转速,有机械和电子两大类。调压变压器使用时应注意旋钮要缓慢旋转,以防止碳刷或电位器的触点受损。调压器不宜长期过载使用,否则容易烧毁。使用完毕,应将旋钮调回零位再关电源。保存在干燥处,防潮、防腐蚀。

3. 电热套 主要由玻璃纤维包裹电热丝构成,碗状。制成不同大小以适应不同尺寸

烧瓶,靠调变电压来改变温度。最高使用温度 250℃ 左右。因其工作时内部电热丝温度极高,故洒入易燃有机溶剂可能引发火灾。使用时应特别予以注意。

4. 烘箱 主要用来干燥玻璃仪器,以及那些无腐蚀性、受热不易分解的药品。注意:挥发性易燃物或用易燃有机溶剂淋洗过的玻璃仪器切勿放入烘箱,以防引发火灾或爆炸。往烘箱里放玻璃仪器时,要由上而下依次放入,以免残留水滴淌下,使已烘热的玻璃仪器炸裂。拿取已烘干的玻璃仪器时,应戴手套或用干布垫手,以防止烫伤。刚取出的热玻璃仪器遇水可能炸裂。如果需要特别干燥的仪器,取出后应将仪器放到干燥器中,也可用电吹风的冷风档吹干。

5. 电动搅拌器 药物实验室最常用的仪器之一,用来搅拌混合液(固)体。由调速电机带动搅拌棒构成。一般靠改变电压来调整转速。根据调压方式不同,分为机械式和电子式。机械式使用普通调压变压器,电子式则由可调电子稳压器来调整电压。有些电子式电动搅拌还配有数码转速显示,使用非常方便,但价格稍贵。

电动搅拌使用时应保持清洁干燥,定期加润滑油。注意不要超负荷运转。

6. 磁力搅拌器 由可旋转的磁铁部分和一根用玻璃或塑料密封的软铁(又称转子)构成。将转子投入盛有欲搅拌反应物的容器中,把容器置于内装旋转磁铁的搅拌器托盘上,接通电源后,磁铁不断旋转,带动容器内软铁也随之旋转,达到搅拌的目的。一般磁力搅拌器都装有控速的旋钮,以控制磁铁转速,大部分还配有各类可控温的加热装置等等。

7. 真空泵 真空泵是用来产生真空的设备。实验室中最常用的小型真空泵有旋片式(机械式)和循环水式(水力喷射式)。旋片式真空泵最重要的部分是泵体:一个圆柱状的空腔,内装带有滑片的转子。电动机带动转子旋转,靠滑片赶排作用排出气体,形成真空。旋片式真空泵工作可靠,真空度高,但噪音较大,维护复杂。循环水式真空泵的主体是金属制的真空喷嘴,其结构和玻璃抽滤水嘴完全相同。它利用水泵打水至喷射水嘴,借助喷嘴和扩散管截面的变化,以高压流体通过形成真空。循环水式真空泵结构简单,噪音小,但真空度受水蒸气压的限制,无法在高真空状态使用。

8. 旋转蒸发器 用来浓缩蒸发液体的设备,主要由底座、支架、冷凝管、真空装置和水浴锅几部分组成。操作时由于烧瓶不断旋转,加大了蒸发面积,故蒸发较均匀,速度快,不会爆沸,不易分解,效率高。旋转蒸发器已成为现代药物化学实验室中最常用的仪器之一。

9. 熔点测定仪 用来测定有机物熔点。实验室常用的有显微式和数字式两大类。显微式借助显微镜观察有机物熔融过程,目测判断熔点。有机物熔融时仪器可自动控温,数字显示,比起提勒(Thiele)管前进了一大步。但毕竟仍由肉眼观察,准确度受操作者制约。数字式熔点测定仪则由微电脑控制,光电检测,自动化程度高,操作方便,可外接打印机,高档机还带有计算机接口,处理数据特别方便。缺点是价格偏高。

10. 旋光仪 测定不对称化合物的重要参数——旋光度的仪器。实验室常用有自动和手动两种。二者基本结构相似,但自动式增加了光电检测装置,使用起来更方便。

11. 电泳仪 利用物质电泳特性进行定性或定量分析的仪器。常常用来分析氨基酸、肽类、蛋白质、酶等,也可用来进行少量混合物的分离或电泳制备。在分子生物学研究中非常重要。

12. 钢瓶 钢瓶,又称高压气瓶,压力下贮存或运输气体的容器,材质有碳钢、不锈钢、

合金钢及玻璃钢等。钢瓶属高压容器,使用时要特别注意安全。

(1) 各种气体有其专用钢瓶(不同用途钢瓶材质、结构均有差异),严禁混用。几种常用钢瓶的标色见表 1.1。

(2) 钢瓶应放在阴凉、干燥、远离热源处,防止日光照晒。不得接触强酸、强碱及水浸。实验现场应尽量少放钢瓶。

(3) 搬运钢瓶要旋好瓶帽,轻拿轻放,防止摔碰或剧烈振动。

(4) 钢瓶要放稳,装上减压表后方能使用。瓶中气不可用尽,残气不得低于 0.5%。

(5) 使用可燃气体时,一定要安装防回火装置。

(6) 钢瓶必需定期进行安全检查,未经过安检的钢瓶严禁使用。

表 1.1 气体钢瓶的标色

气体类别	瓶身颜色	横条颜色	标字颜色	气体类别	瓶身颜色	横条颜色	标字颜色
氮	黑	棕	黄	氯	草绿	白	白
空气	黑		白	氨	黄		黑
二氧化碳	黑		黄	氩	灰		黑
氧	天蓝		黑	其他可燃气体	红		
氢	深绿	红	红	其他不可燃气体	黑		

除上述设备外,实验室还有天平等常用设备,这些设备在其他化学实验(如无机化学实验)中已使用过,这里不再赘述。

(三) 金属用具

常用的金属用具有:铁夹、铁圈、铁架台、三脚架、镊子、剪刀、三角锉刀、圆锉刀、打孔器、热水漏斗、水浴锅、变压器、水蒸气发生器、煤气灯(喷灯)、鱼尾灯头、不锈钢刮刀等,用时不要乱拿乱放,并尽量少接触水,以防止锈蚀。

(四) 装置

1. 回流装置 回流装置如图 1.2 所示。其中图 1.2 (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 1.2 (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。

2. 搅拌装置 搅拌装置如图 1.3 所示。反应过程中进行搅拌,可避免容器内局部过热而导致其他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 1.3(a)是可以同时进行搅拌、回流、加料的装置,图 1.3(b)还可同时测反应液的温度(如用四颈瓶可免去 Y 形管)。

搅拌装置中常用的密封装置如图 1.4 所示。图 1.4(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 1.4(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目塞组成。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 1.4(c)是一种液封装置,常用液体石蜡(或