



高等院校药学类专业**双语实验**教材

YAOWU HUAXUE
SHUANGYU SHIYAN

药物化学

双语实验

主编 温新民 綦慧敏



中国健康传媒集团
中国医药科技出版社

高等院校药学类专业双语实验教材

药物化学双语实验

主 编 温新民 綦慧敏

副主编 李 伟 管 华 王其宝 刘冬梅

编 委 (以姓氏笔画为序)

王其宝 (济宁医学院)

刘冬梅 (潍坊医学院)

刘潇潇 (潍坊医学院)

闫玉刚 (济宁医学院)

孙延龙 (潍坊医学院)

李 伟 (济宁医学院)

贾海永 (潍坊医学院)

温新民 (济宁医学院)

曾现忠 (潍坊医学院)

綦慧敏 (潍坊医学院)

管 华 (济宁医学院)



中国健康传媒集团
中国医药科技出版社

内 容 提 要

本教材是“高等院校药学类专业双语实验教材”中的一本。本套教材由济宁医学院联合潍坊医学院共同编写。为适应医药行业国际化对药学类人才的需求,结合目前大学生英语水平普遍较高的特点,本套教材采用中英文双语编写。本教材共包括药物化学实验基本知识、药物合成实验、附录三个部分,其中第二部分包括 11 个实验。

本教材适合高等药学院校药学类专业使用。

图书在版编目(CIP)数据

药物化学双语实验 / 温新民, 綦慧敏主编. —北京: 中国医药科技出版社, 2019.1
高等院校药学类专业双语实验教材
ISBN 978-7-5214-0720-4

I. ①药… II. ①温… ②綦… III. ①药物化学-化学实验-双语教学-高等学校-教材
IV. ①R914-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2019) 第 010248 号

美术编辑 陈君杞

版式设计 易维鑫

出版 中国健康传媒集团 | 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

规格 787×1092mm 1/16

印张 5 1/2

字数 116 千字

版次 2019 年 1 月第 1 版

印次 2019 年 1 月第 1 次印刷

印刷 三河市双峰印刷装订有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978-7-5214-0720-4

定价 16.00 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

药物化学实验是药物化学课程的重要组成部分，其目的是通过实验加深理解药物化学的基本理论和基本知识，掌握药物合成的基本原理和基本方法，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，进一步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的作风、严谨求实的科学态度及创新能力。

本实验教材由三大部分组成，第一部分介绍了实验室的安全常识和基本知识；第二部分收集了 9 个药物合成实验，在实验内容上考虑到专业的差异性，我们选择了不同难度和实验时间长度不一的实验，可供不同专业、不同层次的学生选择使用；第三部分为附录，附有常用的实验技术和实验方法，供参考使用。

本教材具体分工如下：第一部分由綦慧敏编写；第二部分中，实验一和实验五由刘冬梅编写，实验二由贾海永编写，实验三由刘潇潇编写，实验四由孙延龙编写，实验六由曾现忠编写，实验七和第三部分由温新民编写，实验八由管华编写，实验九由闫玉刚编写，实验十由李伟编写，实验十一由王其宝编写。

为适应新世纪对新一代药学类专业人才的需求，本实验教材以综合实验为基础，突出创新和设计实验的重点。同时，本实验教材采用中英文对照编写，可以使学生的专业英语水平得以提高。在今后的使用过程中，我们仍要不断收集意见、总结经验，以便进一步提高完善。

编 者

2018 年 10 月

目 录

第一部分 药物化学实验基本知识	1
第二部分 药物合成实验	4
实验一 阿司匹林（乙酰水杨酸）的合成	4
Experiment 1 Synthesis of Aspirin	7
实验二 盐酸普鲁卡因的合成	11
Experiment 2 Synthesis of Procaine Hydrochloride	14
实验三 贝诺酯的合成	18
Experiment 3 Synthesis of Benorilate	20
实验四 苯佐卡因的合成	23
Experiment 4 Synthesis of Benzocaine	26
实验五 磺胺醋酰钠的合成	29
Experiment 5 Synthesis of Sulfacetamide Sodium	32
实验六 巴比妥的合成	36
Experiment 6 Synthesis of Barbitol	39
实验七 扁桃酸的合成	43
Experiment 7 Synthesis of Mandelic acid	45
实验八 乙酰苯胺的制备	47
Experiment 8 Synthesis of Acetanilide	48
实验九 诺氟沙星的合成	50
Experiment 9 Synthesis of Norfloxacin	56
实验十 苯妥英钠的合成	64
Experiment 10 Synthesis of Phenytoin Sodium	66
实验十一 TLC（薄层层析色谱）技术原理与应用	69
Experiment 11 Thin Layer Chromatography (TLC)	72
第三部分 附录	75
附录一 旋转蒸发仪的使用	75

附录二	常见元素的原子量表	77
附录三	常用的冰盐冷却剂	78
附录四	共沸混合溶剂	79
附录五	常用有机溶剂的物理常数	80
附录六	常用的无机干燥剂	81
参考文献		82

第一部分 药物化学实验基本知识

一、实验室安全及事故的预防与处理

药物化学是一门实践性很强的学科，因此，在进入实验室进行实验之前，要求参加实验者必须对实验课程的内容有充分的准备，要通晓实验室的一些基本规则，遵守实验室安全操作须知，避免可能发生的一些危险情况。

（一）眼睛安全防护

在实验室中，眼睛是最容易受到伤害的。飞溅出的腐蚀性化学药品和化学试剂，进入眼睛会引起灼伤和烧伤；在操作过程中，溅出的碎玻璃片或某些固体颗粒，也会使眼睛受到伤害；更有甚者，有可能发生的爆炸事故，更容易使眼睛受到损伤。因此在实验室中，最重要的是要佩戴合适的防护目镜。防护目镜一般是有机玻璃材质，并有护框，可以遮挡住整个眼睛。安全起见，在进入实验室后要养成戴防护目镜的习惯。

倘若有化学药品或酸、碱液溅入眼睛，应尽快用大量的水冲洗眼睛和脸部，并尽快到最近的医院进行治疗。若有固体颗粒或碎玻璃进入眼睛内，切记不要揉眼睛，立即去有关医院进行诊治。

（二）预防火灾

有机药物合成实验中，由于经常使用挥发性的、易燃性的各种有机试剂或溶剂，最容易发生的危险就是火灾。因此在实验中应严格遵守实验室的各项规章制度，以预防火灾的发生。

在实验室或实验大楼内禁止吸烟。实验室中使用明火时应考虑周围的环境，如周围有人使用易燃易爆溶剂时，应禁止明火。

一旦发生火灾，不要惊慌，须迅速切断电源、熄灭火源，并移开易燃物品，就近寻找灭火的器材，扑灭火苗。如容器中少量溶剂起火，可用石棉网、湿抹布或玻璃盖住容器口，扑灭火苗；其他着火，采用灭火器进行扑火，并立即报告有关部门或打 119 火警电话报警。

在实验中，万一衣服着火了，切勿奔跑，否则火借风势越烧越烈。可就近找到灭火喷淋器或自来水龙头，用水冲淋使火熄灭。

（三）伤、烫伤和试剂灼伤处理

1. 割伤 遇到割伤时，如无特定的要求，要用水充分清洗伤口，并取出伤口中碎玻璃或残留固体，用无菌的绷带或创可贴进行包扎、保护。大伤口应注意压紧伤口或血管，进行止血，并急送医疗部门进行处理。

2. 烫伤 因火焰或因触及灼热物体所致的小范围的轻度烫伤、烧伤，可通过立即将受



伤部位浸入冷水或冰水中约 5 分钟以减轻疼痛。重度的大范围的烫伤或烧伤应立即去医疗部门进行救治。

3. 化学试剂 对于不同的化学试剂灼伤, 处理方法不一样。

(1) 酸 立即用大量水冲洗, 再用 3%~5%碳酸氢钠溶液淋洗 10~15 分钟。严重者将灼伤部位拭干包扎好, 到医院治疗。

(2) 碱 立即用大量水冲洗, 再用 2%醋酸溶液 25%醋酸溶液或 1%硼酸溶液淋洗, 以中和碱, 最后再水洗 10~15 分钟。

(3) 溴 立即用大量水冲洗, 再用 10%硫代硫酸钠溶液淋洗或用湿的硫代硫酸钠纱布湿敷该灼伤处, 至少 3 小时。

(4) 有机物 用乙醇擦洗可以除去大部分有机物。然后再用肥皂和温水洗涤即可。

(四) 中毒预防

有毒物质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, 应根据毒物性质进行解毒, 并立即送有关医疗单位救治。

刺激性及神经性毒物中毒, 先用牛奶或鸡蛋白使之冲淡或缓和, 再设法催吐, 使误入口中的毒物吐出, 并送医院救治。

吸入气体中毒者, 将中毒者移至室外通风处, 解开衣领或纽扣, 使其呼吸新鲜空气, 必要时施行人工呼吸。

二、化学药品、试剂的储存及使用

(一) 化学药品的储存

一般实验室中不应储存过多的化学药品和试剂, 应实行需要多少, 领用多少的原则。

在大多数情况下, 实验室所用的化学药品都贮存在带磨口塞(最好是标准磨口)的玻璃瓶内, 高黏度的液体放在广口瓶中, 一般性液体存放在细颈瓶内, 氢氧化钠和氢氧化钾溶液保存在带橡皮塞或塑料塞的瓶中。对于能够与玻璃发生反应的化合物(如氢氟酸), 则使用塑料或金属容器, 碱金属存放在煤油中, 黄磷则需以水覆盖。

对光敏感的物质, 包括醚在内, 都有形成过氧化物的倾向, 在光线的作用下更是如此, 应将它们贮存在棕色玻璃瓶中。

对产生毒性或腐蚀性蒸气的物质(如溴、发烟硫酸、盐酸、氢氟酸)建议放在通风橱内专门的地方。

少量的或对潮湿气和空气敏感的物质常密封贮存于玻璃安瓿中。某些毒品(如氰化物、砷及其化合物等)应按有关部门的规定进行贮存。

(二) 化学药品使用中注意的事项

有机溶剂具有易燃和有毒两个特点。

易燃的有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)在室温时有较大的蒸气压, 当空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时, 遇到明火会立即发生燃烧爆炸。而且有机溶剂都较空气的密度大, 会沿着桌面或地面飘移至较远处, 或沉积在低洼处。因此, 在实验室中用剩的火柴梗切勿乱丢, 以免引起火灾。也不要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。



有机溶剂以较为隐蔽的方式产生对人的毒害，在使用中应注意最大限度地减少与有机溶剂的直接接触。不要掉以轻心。实验室中应充分通风。在正规、小心的操作下，有机溶剂不致造成任何健康问题。操作有毒试剂和物质时，必须戴橡皮手套或一次性塑料手套，操作后立即洗手。注意切勿让有毒物质触及五官或伤口。

三、废品的销毁

碎玻璃和其他锐角的废物不要丢入类似废纸篓的容器中，应该使用专门的废物箱。

不要把任何用剩的试剂倒回到试剂瓶中，因为这会对试剂造成污染，影响其他人的实验；更会由于操作疏忽导致错误引入异物，有时会发生剧烈的化学反应甚至会引起爆炸。

危险的废品，如会放出毒气或能够自燃的废品（活性镍、磷、碱金属等），决不能丢弃在废物箱或水槽中。不稳定的化学品和不溶于水或与水不混溶的溶液也禁止倒入下水道。应将它们分类集中后处理。对倒掉后能与水混溶，或能被水分解或腐蚀性液体，必须用大量的水冲洗。

金属钾或钠的残渣应分批小量地加到大量的乙醇中予以分解（操作时须戴防护目镜）。

四、实验的预习、记录和报告

在实验前，对所做的实验应该充分做好预习工作。预习工作包括反应的原理、可能发生的副反应、反应机制、实验操作的原理和方法、产物提纯的原理和方法、注意事项及实验中可能出现的危险及处置方法，应给出详细的报告。同时还要对化学试剂和溶剂的理化常数等要记录在案，以便查询。

做好实验记录和实验报告是每一个科研人员必备的基本素质。实验记录应记在专门的实验记录本上，实验记录本应有连续页码。所有观察到的现象、实验记录、原始数据、操作和后处理方法、步骤均应及时、准确，详细地记录在实验记录本上，并签名，以保证实验记录的完整性、连续性和原始性。将实验情况记录在便条纸、餐巾纸、纸巾等容易失落或损失的地方的任何做法都是错误的。

其中实验报告应按照规定的格式撰写，文前包括以下几个方面：实验题目、实验人、实验日期、室温等基本信息。正文包括以下几个方面：实验目的，实验原理，试剂或溶剂理化常数，试剂规格及用量，实验操作及实验现象，实验结果（包括产率、产品状态等）以及讨论部分。

第二部分 药物合成实验

实验一 阿司匹林（乙酰水杨酸）的合成

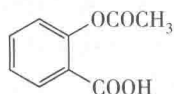
一、实验目的

1. 掌握酯化反应的原理及基本操作。
2. 巩固重结晶、熔点的测定、抽滤等操作。
3. 熟悉阿司匹林中杂质的来源及去除方法。

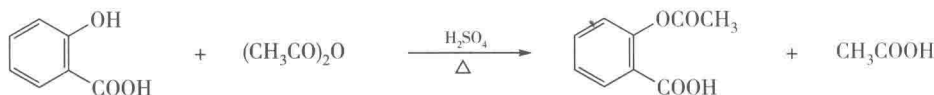
二、实验原理

阿司匹林（aspirin），又称乙酰水杨酸，为水杨酸类解热镇痛药。具有解热、镇痛、抗炎、抗风湿及抗血小板聚集等作用，临床常用于感冒发热、头痛、牙痛、神经痛、关节痛及类风湿关节炎等。近来发现阿司匹林能够抑制血小板中血栓素 A_2 的合成，抗血小板聚集，预防心血管疾病等。

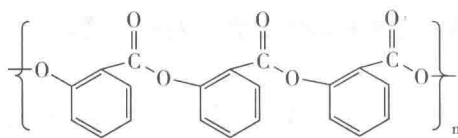
阿司匹林为白色针状结晶或结晶性粉末，化学名为 2-乙酰氧基苯甲酸，熔点（mp.） $135\sim 140\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，分子式 $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$ ，分子量 180.16。易溶于乙醇，溶于三氯甲烷、乙醚、乙酸乙酯，微溶于水。阿司匹林的化学结构式为：



阿司匹林的合成通常以水杨酸为原料，经浓硫酸催化，与乙酸酐在酚羟基上发生酰化反应制备得到，其合成路线如下：



反应过程中，水杨酸分子之间可以发生缩合，生成少量聚合物。该聚合物不溶于碳酸氢钠溶液，而阿司匹林能与碳酸氢钠反应生成水溶性钠盐，可利用此性质把聚合物从阿司匹林中去除。



阿司匹林粗产品中还含有杂质水杨酸，该杂质可能由于乙酰化反应不完全或在分离步骤中发生水解而产生，可在各步纯化和产物的重结晶过程中除去。水杨酸含有酚羟基，可与 FeCl_3 形成深色络合物，而乙酰水杨酸因酚羟基已被酰化，不与 FeCl_3 显色，利用该方法可以检测阿司匹林粗品中的水杨酸。

三、仪器和试剂

仪器：磁力加热搅拌器，球形冷凝器，温度计，三颈瓶（250 ml），圆底烧瓶（100 ml），烧杯（250 ml），布氏漏斗，抽滤瓶。

试剂：水杨酸，乙酸酐，浓硫酸，饱和碳酸氢钠溶液，浓盐酸，乙酸乙酯，活性炭，乙醇，10% FeCl_3 溶液。

四、实验步骤

（一）酯化

在装有球形冷凝器及温度计的 250 ml 三颈瓶中（注 1），依次加入水杨酸 10 g，乙酸酐 14 ml（注 2），浓硫酸 5~10 滴。磁力搅拌，油浴加热，维持反应温度为 70~75 °C。反应 30 分钟，停止搅拌，将三颈瓶从油浴移出，室温冷却至 35~40 °C 后，将反应液倾入装有 200 ml 冷水的烧杯中，不断用玻璃棒搅拌，直至阿司匹林固体全部析出，抽滤，用少量冷水淋洗所得固体，压干，得阿司匹林粗品。

（二）精制

将所得阿司匹林粗品放入 150 ml 锥形瓶中，缓慢加入饱和碳酸氢钠水溶液 125 ml（注 3），搅拌到没有二氧化碳放出为止。抽滤，除去不溶物并用少量水洗涤。将所得滤液倒入 250 ml 烧杯中，冰浴冷却，向烧杯中滴加浓盐酸，同时用玻璃棒搅拌，调至 pH 为 2，溶液中有白色固体析出。抽滤，用冷水洗涤，尽量压干。

将所得固体置于附有球形冷凝器的 100 ml 圆底烧瓶中，加入少量乙酸乙酯，加热至阿司匹林全部溶解，稍冷，加入活性炭脱色 10 分钟，趁热抽滤，冷却至室温，析出白色结晶（注 4）。待结晶析出完全后，抽滤，干燥，得阿司匹林精品。称重，计算收率。

（三）结构确证

1. 标准物 TLC 对照法 取阿司匹林标准品及阿司匹林精品各 40 μg ，分别置于点样板内，加入 2 滴无水乙醇溶解，点样于硅胶 GF254 高效预制薄层板上，以石油醚-乙酸乙酯-冰醋酸（12:6:0.1）为展开剂，紫外灯下观察，记录标准品与样品斑点位置，并计算 R_f 值。

2. 熔点的测定 取阿司匹林精品 5 mg，研成粉末，装于熔点管内，测定并记录阿司匹林的熔点。测定三次，取平均值。

（四）水杨酸杂质检测

取两只洁净试管，分别加入少量水杨酸和阿司匹林精品，各加入 1 ml 乙醇溶解后，分



别加入一滴 10% FeCl_3 溶液，盛水杨酸的试管中有红色或紫色出现，盛阿司匹林精品的试管中应为淡黄色或浅紫色。

五、注意事项

1. 乙酰化反应所用玻璃仪器均需干燥。
2. 乙酸酐有强烈乙酸味，易燃，有腐蚀性、催泪性，勿接触皮肤或眼睛，以防引起损伤。
3. 碳酸氢钠水溶液加到阿司匹林中，会产生大量的气泡，注意分批少量加入，边加边搅拌，防止气泡产生过多引起溶液外溢。
4. 如没有阿司匹林析出，可用玻璃棒轻轻摩擦锥形瓶的内壁，或加热将乙酸乙酯挥发一些，再冷却。

六、思考

1. 本实验乙酰化反应中所用仪器、量具为什么必须进行干燥？
2. 阿司匹林制备过程中加入少量浓硫酸的目的是什么？能否用其他酸代替？
3. 阿司匹林制备过程中可能发生哪些副反应？产生哪些副产物？
4. 阿司匹林精制过程中加入饱和碳酸氢钠的目的是什么？
5. 本实验中重结晶溶剂选择的依据是什么？通过该溶剂可以去除哪些杂质？



Experiment 1 Synthesis of Aspirin

1. Objective

1.1 To study the principle and the operation of esterification reaction.

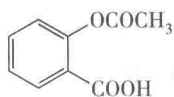
1.2 To strengthen the operations of recrystallization, melting point determination, and suction filtration.

1.3 To understand the source of the impurities in aspirin and learn how to remove them.

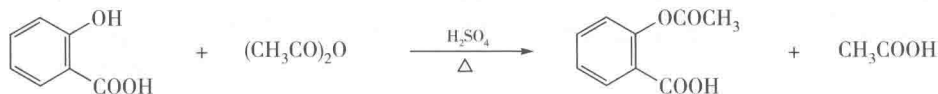
2. Principle

Aspirin, an antipyretic analgesic drug of salicylates, is also named as acetylsalicylic acid, which is used for the treatment of cold, headache, toothache, neuralgia, arthralgia and rheumatoid arthritis due to its beneficial effects of anti-pyretic analgesis, anti-inflammatory and anti-rheumatism. In recent years, it has been used for preventing cardiovascular events by virtue of its capacity of restraining the agglomeration of blood platelet by inhibiting the synthesis of TXA_2 .

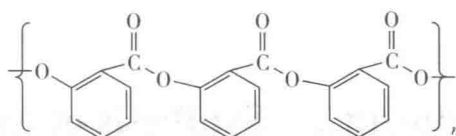
The aspirin is a white, needle-like crystal or crystalline powder with the chemical name of 2-acetoxybenzoic acid, melting point of $135\sim 140\text{ }^\circ\text{C}$, formula of $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$ and molecular weight of 180.16. It is freely soluble in ethanol, soluble in chloroform, ether and ethyl acetate, and slightly soluble in water. The compound is represented by the following structural formula:



The synthesis of aspirin involves a simple condensation reaction between acetic anhydride and hydroxy group on salicylic acid in the presence of a catalytic amount of H_2SO_4 . The synthetic route is as following:



During the reaction, salicylic acid can condensate with itself to produce a polymer byproduct. Comparing with the polymer, the aspirin has a free carboxylic acid group. Therefore, the aspirin can react with NaHCO_3 and form a water-soluble sodium salt. However, the polymer can not react with NaHCO_3 , which makes it possible to separate the polymer from aspirin.



Another impurity in the aspirin is salicylic acid which may be from the unreacted material or the hydrolysis product of aspirin. It can be removed in the process of purification and recrystallization. The hydroxy group on salicylic acid can react with ferric chloride and form deep colour complex. However, the reaction can not arise because the hydroxy group in aspirin has been acetylated and is not free.

3. Apparatus and Materials

Apparatus: magnetic heating stirrer, condenser-Allihn type, thermometer, three necked flask (250 ml), round bottom flask (100 ml), beaker (250 ml), Buser funnel, suction flask.

Materials: salicylic acid, acetic anhydride, concentrated sulfuric acid, saturated sodium bicarbonate aqueous solution, concentrated hydrochloric acid, ethyl acetate, active carbon.

4. Procedures

4.1 The esterification of salicylic acid

10 g of salicylic acid, 14 ml of acetic anhydride and 5~10 drops of concentrated sulfuric acid are added into a 250 ml three necked flask equipped with a reflux condenser and thermometer (Note 5.1 and 5.2). The reaction mixture is heated on an oil bath to 70~75 °C under magnetic stirring. 30 min later, the stirrer is stopped. The reaction mixture is moved out the bath, cooled to about 35~40 °C, then poured into 200 ml of cold water in a beaker. Aspirin is precipitated little by little under constantly stirring with a glass rod. After being filtrated and washed with cold water, the crude aspirin is obtained.

4.2 The purification of crude aspirin

The crude aspirin is put into a 150 ml beaker, and 125 ml of saturated sodium bicarbonate aqueous solution is added. Keep stirring until without release of carbon dioxide. Filter off the solids and wash with a small amount of water. The filtrate solution is poured into a 250 ml beaker and added concentrated hydrochloric acid until the pH value gets to 2 (Note 5.3). The resultant white solid is washed with cold water and filtered under reduced pressure.

The above product is put into a 100 ml round bottom flask equipped with a spherical condenser, and small quantities of ethyl acetate is added to dissolve the solid under heating condition. After cooling down the solution to about 70~80 °C, active carbon is added and kept boiling for 10 min, then immediately filtered. The white crystal will generate completely when the solution is cooled to room temperature (Note 5.4). Purified aspirin is obtained after the

crystal is filtered and dried. Finally, the theoretical yield is calculated.

4.3 The identification of aspirin

4.3.1 Thin Layer chromatography (TLC) Place 40 μg of standard aspirin and your purified aspirin separately in the spot plate and dissolve in two drops of ethanol. With a separate spotter for each compound, load the samples on a TLC plate. The eluting solution is a 12:6:0.1 mixture of petroleum ether, ethyl acetate and acetic acid. Visualize the eluted compounds on the plate using UV light, circle any spots observed with your pencil and note the colors and intensities of each spot. Measure the distance from the origin to the center of each spot and also the distance from the origin to the top of the solvent front. Use these values to calculate the R_f values for each spot.

4.3.2 Melting point analysis Place 5 mg of your purified aspirin into the well of a spot plate. Use the bottom of a test tube to grind into a fine powder. Prepare a sample for melting point analysis by inserting a small amount of your crystals into closed end capillary tubes and place this in the melting point apparatus. Record your melting range of each sample. Values are the means of three replicates.

4.4 The determination of salicylic acid

Place a spatula tip of salicylic acid and purified aspirin in two clean test tubes and add 1 ml of ethanol. After the solid has been dissolved completely, add a drop of ferric chloride (10%). The tube containing salicylic acid will turn red or purple color. The other tube containing purified aspirin will remain yellow or turn light purple color. If it is the latter one, it indicates salicylic acid remains in your recrystallization.

5. Notes

5.1 All glasswares used in acetate reaction must be dried.

5.2 Acetic anhydride is an irritant and combustible liquid with a very pungent, penetrating, vinegar-like odor. Don't contact your eyes and skin for fear of hurt.

5.3 Plenty of bubbles will be generated during the process of mixing saturated sodium bicarbonate with aspirin. Add in several batches and stir continuously to avoid overflowing.

5.4 If no aspirin solid appears, we may scrape inside the flask gently with a glass rod or evaporate some ethyl acetate to form the crystal.

6. Questions

6.1 Why must you dry the glasswares used in the acetate reaction?

6.2 What is the purpose of adding concentrated sulfuric acid into the reaction mixture? Could it be substituted by other acids?

6.3 What side reactions will occur in the reaction? What are the byproducts?

6.4 What is the purpose of adding saturated sodium bicarbonate during the purification process of aspirin?

6.5 What is the principles for the recrystallization solvent in the experiment? What impurities can be removed by the solvent?

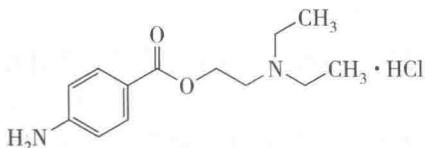
实验二 盐酸普鲁卡因的合成

一、实验目的

1. 根据水与二甲苯共沸的原理，掌握分水器的使用和酯化脱水反应的操作。
2. 通过局部麻醉药盐酸普鲁卡因的合成，掌握铁粉还原反应的操作。
3. 通过对盐酸普鲁卡因的精制，掌握盐析等分离方法的操作。

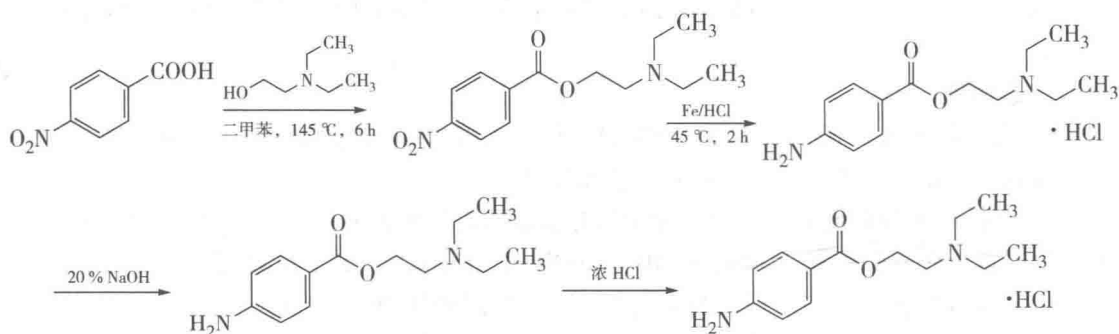
二、实验原理

盐酸普鲁卡因为局部麻醉药，作用强，毒性低。临床上主要用于浸润、脊椎和传导麻醉。盐酸普鲁卡因的化合物名为对氨基苯甲酸 2-二乙氨基乙酯盐酸盐，化学结构为：



本品为白色细微针状结晶或结晶性粉末，无臭，味微苦而麻。熔点为 153~157℃。易溶于水，溶于乙醇，微溶于三氯甲烷，几乎不溶于乙醚。

本品以对硝基苯甲酸为原料，经过酯化及还原反应得到盐酸普鲁卡因粗品，再经过盐析等分离方法进行精制。



三、仪器和试剂

仪器：磁力加热搅拌器，球形冷凝器，温度计，三颈瓶（250 ml），圆底烧瓶（100 ml），烧杯（250 ml），布氏漏斗，抽滤瓶。

试剂：对硝基苯甲酸， β -二乙氨基乙醇，二甲苯，3% HCl，20% NaOH，活化铁粉，10% Na_2S ，活性炭，浓 HCl，乙醇，连二亚硫酸钠（保险粉）。