

# 现代药学 实验技术

## (第一卷) 药学基本实验技术

郭政 程牛亮 主审  
李青山 丁红 主编



中国医药科技出版社

# 现代药学实验技术

## (第一卷)

### 药学基本实验技术

郭政 程牛亮 主审  
李青山 丁红 主编

中国医药科技出版社

## 内 容 提 要

《现代药学实验技术》共分为四卷,本书是第一卷,主要介绍实验室基本技能。本书详尽地介绍了实验基本知识、实验常用仪器、常用化学试剂、实验用水、称量、常规实验基本操作、化学物质鉴别、滴定分析常用度量仪器的使用等实验室基本技能;药物摩尔质量的测定、药用化合物物理常数的测定、药物溶液性质的测定、化学动力学参数的测定、表面物理化学性质的测定、溶胶性质的测定和药物物相分析等药物的理化性质测定;蒸馏、回流、提取新技术、层析技术和离心分离技术以及常用有机溶剂的纯化等药物的分离纯化技术。

本书内容丰富、资料新颖、结构合理、重点突出,理论和实验技术密切结合。集科学性、实用性于一体。可供高等院校药学类、化工类专业师生参考,也可供医药科研机构、制药企业、药品检验部门的专业技术人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

药学基本实验技术 / 李青山, 丁红主编. —北京: 中国医药科技出版社, 2006. 8

(现代药学实验技术; 1)

ISBN 7 - 5067 - 3458 - 3

I . 药… II . ①李… ②丁… III . 药物学—实验

IV . R9 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 077075 号

美术编辑 陈君杞

责任校对 张学军

版式设计 郭小平

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 100088

电话 010 - 62244206

网址 www.mpsky.com.cn

规格 787×1092mm 1/16

印张 23 1/2

字数 529 千字

印数 1—3000

版次 2006 年 8 月第 1 版

印次 2006 年 8 月第 1 次印刷

印刷 北京市朝阳区小红门印刷厂

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 7 - 5067 - 3458 - 3/R · 2872

定价 35.00 元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

# 《现代药学实验技术》

## 编委会名单

**主任委员** 李青山 丁 红

**副主任委员** 张淑秋 高建平

**委员** (按姓氏笔画为序)

王 地 牛晓峰 白小红 田青平

毕小平 邢 杰 邢桂琴 李卫民

李云兰 李晓妮 何仲贵 杨官娥

张爱平 赵正保 郭美丽 曹德英

裴妙荣

# 《现代药学实验技术》

## 第一卷

### 编委会名单

主编 李青山 丁 红

副主编 张爱平 赵正保 田青平

编 者 张爱平(山西医科大学药学院)

赵正保(山西医科大学药学院)

田青平(山西医科大学药学院)

徐丹丹(山西医科大学药学院)

石恩娴(山西医科大学药学院)

冯秀娥(山西医科大学药学院)

梁泰刚(山西医科大学药学院)

卞 伟(山西医科大学基础医学院)

刁海鹏(山西医科大学基础医学院)

## 前　　言

药学科学正以前所未有的速度发展,新知识、新技术、新方法层出不穷,各分支学科间的交叉、融合、综合发展的趋势更加明显。为适应这一发展趋势,满足医药行业现代化建设对技术人员创新能力和操作能力不断提高的要求,满足我国药学事业飞速发展对人才综合素质培养的要求,我们结合多年教学实践经验和体会组织编写了这套《现代药学实验技术》。

《现代药学实验技术》涵盖了药学各分支学科的实验技术,除经典技术外,还介绍了一些新的实验技术和新设备,图文并茂,举有实例。本套书打破了长期以来各分支学科间的界限,融合各学科知识,将其实验技术和方法综合融为一体,构成独立体系。编写内容以突出实验技术为主,结合药学各学科的基本理论和基本知识以及实际应用,介绍各实验技术的基本原理、实际操作及必要的仪器设备。该套书共分四卷,第一卷主要介绍实验室基本技能,其中包括实验室基本技能,药物理化性质测定,药物的提取、分离、纯化技术等;第二卷主要介绍现代药物分析技术,其中包括药物的化学分析法、仪器分析法和药品质量控制全分析;第三卷主要介绍现代中药实验技术,其中包括现代中药鉴定技术、现代中药质量控制技术和中药及天然药物的提取分离技术;第四卷主要介绍现代药物制剂技术,其中包括药物制剂基本技术、现代药物制剂新技术及生物药剂学与药物动力学实验技术。每卷均有附录,以方便药学工作者查阅一些常用数据。本书着重体现先进性、科学性和实用性,以适应21世纪药学事业需要创新能力人才的要求。本书可供高等院校药学类专业、有机化工类专业师生参考,也可供医药化工领域专业技术人员从事科学研究、生产、质量检验工作参考。

本套书从2003年开始,由山西医科大学、沈阳药科大学、第二军医大学、河北医科大学、山东大学、西安交通大学、广州中医药大学、首都医科大学、山西中医学院的老师们,历时三载编写而成。但愿本套书能为广大药学工作者提供帮助,成为他们的案头必备书!毋庸讳言,本套书中错误、不足之处在所难免,尚祈读者多多赐教。

《现代药学实验技术》编委会  
2006年5月

# 目 录

## 第一篇 实验室基本技能

<b>第一章 实验基本知识</b>	3
第一节 实验室规则及注意事项	3
第二节 实验报告和实验记录	5
第三节 实验误差及有效数字	7
第四节 实验动物的级别、种类及在医药研究中的应用	12
<b>第二章 实验常用仪器</b>	20
第一节 温度计	20
第二节 常用玻璃仪器和瓷仪器	25
第三节 显微镜	27
<b>第三章 常用的化学试剂</b>	32
第一节 化学试剂的级别	32
第二节 易燃、易爆的化学试剂	32
第三节 有毒的化学试剂	34
<b>第四章 实验用水</b>	37
第一节 实验用水分类	37
第二节 纯化水	37
第三节 二次蒸馏水和超纯水	41
<b>第五章 称量</b>	42
第一节 托盘天平	42
第二节 分析天平	43
第三节 分析天平计量性能	54
第四节 分析天平的使用	56
第五节 天平室的要求	60
第六节 分析天平的维护与保养	60
<b>第六章 实验基本操作</b>	62
第一节 仪器的洗涤和干燥	62
第二节 试剂的取用和估量	64
第三节 溶液的配制与搅拌	66
第四节 加热、蒸发与浓缩、结晶与重结晶	68
第五节 冷却	75

第六节	萃取	77
第七节	离心、过滤与沉淀的洗涤	80
第八节	干燥与干燥剂的选用	84
第九节	气体的制备与收集	86
<b>第七章</b>	<b>化学物质的鉴别</b>	93
第一节	试液、试纸和滤纸	93
第二节	化学物质的鉴别	97
<b>第八章</b>	<b>滴定分析常用度量仪器的使用</b>	111
第一节	容量瓶的使用	111
第二节	滴定管的使用	113
第三节	移液管的使用	118
第四节	定量、可调移液器的使用	122
<b>第九章</b>	<b>实验范例</b>	125
第一节	硫酸亚铁铵的制备	125
第二节	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备及组成的测定	126
第三节	药用氯化钠的制备	127

## 第二篇 药物的理化性质测定

<b>第十章</b>	<b>药物摩尔质量的测定</b>	131
第一节	凝固点降低法测定摩尔质量	131
第二节	相对密度法测定二氧化碳的分子量	134
第三节	黏度法测定聚合物的相对分子量	136
<b>第十一章</b>	<b>药用化合物物理常数的测定</b>	141
第一节	密度的测定	141
第二节	熔点的测定	150
第三节	沸点的测定	153
第四节	折射率的测定	154
第五节	旋光度的测定	157
第六节	电导的测定	162
第七节	液体饱和蒸气压的测定	165
<b>第十二章</b>	<b>药物溶液性质的测定</b>	168
第一节	酸度的测定	168
第二节	药物溶解度的测定	170
第三节	药物解离常数的测定	173
第四节	分配系数的测定	177
第五节	溶液离子强度的测定	179

<b>第十三章 化学动力学参数的测定</b>	180
第一节 化学动力学参数的测定	180
第二节 快速反应研究技术	185
第三节 药物贮存期的预测	187
<b>第十四章 表面及胶体性质的测定</b>	191
第一节 比表面积的测定	191
第二节 孔容和孔隙率的测定	196
第三节 孔径和孔径分布的测定	198
第四节 粒径的测定与粒度分布	199
第五节 表面张力的测定	208
第六节 表面活性剂的亲水亲油平衡值	211
<b>第十五章 溶胶性质的测定</b>	214
第一节 溶胶和乳状液的制备	214
第二节 ζ电势及电解质聚沉值的测定	217
第三节 黏度的测定	219
第四节 临界胶束浓度的测定	223
<b>第十六章 物相分析</b>	228
第一节 X射线衍射法测定药物晶型	228
第二节 差热分析	231

### 第三篇 药物化学成分的基本分离、提纯技术

<b>第十七章 蒸馏</b>	237
第一节 常压蒸馏	237
第二节 减压蒸馏	240
第三节 分馏	254
第四节 水蒸气蒸馏	263
第五节 分子蒸馏技术	268
<b>第十八章 回流</b>	272
第一节 普通回流	272
第二节 加料搅拌回流	274
第三节 干燥回流	276
第四节 油水分离回流	276
第五节 气体吸收回流	277
<b>第十九章 提取新技术</b>	279
第一节 超声提取技术	279
第二节 微波提取技术	284
第三节 动态循环连续逆流提取技术	289

<b>第二十章 离心分离技术</b>	291
第一节 离心分离原理	291
第二节 离心分离类型	292
第三节 实验用离心机的构造与类型	294
第四节 制备性超速离心的分离方法	298
第五节 分析性离心机	301
<b>第二十一章 层析技术</b>	303
第一节 薄层层析技术	303
第二节 柱层析技术	311
第三节 纸层析技术	323
第四节 大孔吸附树脂技术	326
<b>第二十二章 有机溶剂的纯化</b>	332
第一节 溶剂的纯度	332
第二节 溶剂的纯化	333
第三节 常见有机溶剂的纯化方法	337
<b>参考文献</b>	347
<b>附录</b>	349
附录一 常见酸、碱溶液的浓度及相对密度	349
附录二 不同温度下水的饱和蒸气压	349
附录三 弱电解质的电离常数	350
附录四 常用难溶化合物的溶度积常数 (291~298K)	351
附录五 常见沉淀物的 pH	352
附录六 常见配离子的稳定常数	353
附录七 元素的相对原子质量	354
附录八 常用缓冲溶液的配制	355
附录九 液体的折射率 (25°C)	358
附录十 不同温度下水表面张力 (N·m <sup>-1</sup> )	358
附录十一 液体的黏度	359
附录十二 水的黏度	359
附录十三 乙醇在水中的表面张力	360
附录十四 某些有机物在水中的表面张力	360
附录十五 某些物质的蒸气压	361
附录十六 薄层层析及纸层析常用显色剂配制及显色方法	361

## **第一篇 实验室基本技能**

---



# 第一章 实验基本知识

## 第一节 实验室规则及注意事项

### 一、实验室规则

为了保证实验的正常进行和实验室安全，进入实验室的所有工作人员必须遵守实验室规则。

首先不要将食物、餐饮具等带入实验室，也不要在实验室吸烟；其次进行实验前应检查实验所需的药品、仪器是否齐全；实验过程中应严守纪律，保持肃静。集中思想，规范操作，仔细观察实验现象，及时将实验现象和实验数据如实详细地记录在实验报告本上。小心使用仪器和实验室设备，注意节约药品、水、电。实验室应保持整洁，实验台面应清洁。养成良好的实验习惯，及时将各种废液等放入废液缸或其他规定的回收容器内；实验结束后，将所用仪器洗净并放回原处。整理好药品，擦干净实验台及试剂架，清理水槽和周围地面，最后检查水、电。

### 二、实验注意事项

#### (一) 防火

尽可能使火源与易燃溶剂远离，尽量不用明火直接加热。将大量的易燃溶剂存放在危险药品橱内。煤气开关应经常检查，并保持完好。一旦发现漏气立即熄灭火源，打开窗户，用肥皂水检查漏气地方。

#### (二) 防爆

在保证实验精确度的条件下，尽可能使用最少量的易爆药品。不要用直火加热易燃易爆物质。使用醚类物质前，先检查有无过氧化物的存在，同时在通风较好的地方或通风橱中进行。对于易爆炸的固体，不要重压或撞击，以免发生爆炸。对于其残渣，也要小心销毁。不要随意与各种化学试剂混合。

#### (三) 防毒

有少量有毒气体产生的实验应在通风橱内进行。毒气量较大时，需备有吸收和处理装置。实验时不得把金属汞洒落在实验台上或地上。如果洒落，应使用硫磺粉盖在洒落的地方。要避免有毒药品进入口内或接触伤口，含有毒药品的废液需认真处理，不得排入下水道。

#### (四) 防电

不要用湿手直接接触电器插头等，以免触电。

**(五) 防腐蚀**

防止浓酸和浓碱溅在皮肤和衣物上，尤其不要溅入眼内。

**(六) 常见意外事故的处理**

(1) 创伤：不要用手抚摸伤处，也不要用水洗涤。若为玻璃创伤，先把碎玻璃从伤处挑出，伤口较小时，可用创可贴敷盖伤口。若为轻伤可用生理盐水或硼酸液擦洗伤口，涂以红汞或碘酒，必要时撒些消炎粉或敷些消炎膏，用绷带包扎。伤势较重时，先用酒精在伤口处清洗消毒，然后用纱布按住伤口压迫止血，立即送往医院。

(2) 烫伤：切勿用冷水冲洗伤处。伤处皮肤未破时，可涂抹饱和碳酸氢钠溶液或用碳酸氢钠粉糊敷于伤处，也可抹獾油或烫伤膏；若伤处皮肤已破，可涂抹 10% 的高锰酸钾溶液。

(3) 受强酸（强碱）腐蚀：先用大量水冲洗，然后分别用饱和碳酸氢钠溶液（或稀氨水、肥皂水）和 1% 的柠檬酸或 2% 的醋酸溶液洗，最后再用水冲。

(4) 受白磷灼伤：用 5% 的硫酸铜或 1% 的硝酸银或浓高锰酸钾溶液洗后进行包扎。

(5) 受液溴腐蚀致伤：立即用苯或甘油洗涤伤口，再用水洗。

(6) 吸入刺激性气体或有毒气体：若吸入氯气、氯化氢气体，可吸入少量酒精和乙醇的混合蒸气以解毒。若吸入硫化氢或一氧化碳气体，立即到室外呼吸新鲜空气。但要注意氯气、溴中毒不可进行人工呼吸，一氧化碳中毒不可施用兴奋剂。

(7) 毒物进入口内：将一杯温开水中加入 5~10mL 稀硫酸铜溶液，内服后，用手指伸入咽喉部，促使呕吐出毒物，然后立即送往医院。

(8) 触电：立即切断电源，然后在必要时进行人工呼吸。

(9) 起火：立即熄灭附近所有火源，切断电源，并移开附近的易燃物质。其次根据失火原因和火场周围情况，采取不同的方法灭火。但无论使用哪种灭火器，都应从火的四周开始向中心扑灭，把灭火器的喷出口对准火焰的底部（表 1-1）。

若油类和有机溶剂着火，则要用砂或灭火器灭火，也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末。

若电器着火，切断电源，然后用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火。

若衣服着火，切勿奔跑，而应立即在地上打滚，邻近人员可用毛毯或棉胎等东西盖在其身上，使之隔绝空气而灭火。

表 1-1 常用灭火器及其适用范围

灭火器类型	药液成分	适用范围
酸碱式灭火器	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ，NaHCO <sub>3</sub>	非油类及切断电路的电器失火
泡沫式灭火器	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> ，NaHCO <sub>3</sub>	油类及易燃液体失火
二氧化碳灭火器	液态二氧化碳	电器失火
干粉灭火器	主要由 NaHCO <sub>3</sub> 、硬脂酸铝、云母粉、滑石粉、石英粉等混合	油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件及易燃物品的初起火灾
1211 灭火器	CF <sub>2</sub> ClBr 气体	油类、有机溶剂、精密仪器及高压电气设备失火

(10) 伤势较重者，立即送往医院。

## 第二节 实验报告和实验记录

### 一、实验报告

实验报告是实验工作的概括和总结，是科研工作者分析、归纳、整理实验记录，讨论实验结果并把实验获得的感性认识上升为理性认识的过程。实验报告必须在科学实验的基础上进行。

实验报告的种类繁多，根据不同的实验类型可以采取不同的实验报告格式。一般情况下，实验报告主要包括以下内容：用最简练的语言反映实验的内容；明确的实验目的；写明实验依据的原理；尽量采用表格、框图、符号等形式，清晰、明了地表示实验步骤。若用文字叙述则要力求简练；及时如实地记录实验现象和数据；根据实验现象做出简明解释，写出主要反应式。分题目做出小结或最后得出结论。若有数据计算必须将计算公式和有关数据写出来，不能只写出计算结果；针对实验中遇到的异常实验现象或结果处理时出现的异常结论进行讨论，提出自己的见解或收获，也可对实验方法和实验内容等提出自己的意见。

### 二、实验记录

实验记录在科学研究过程中具有非常重要作用，是观察和测量结果的信息贮存，是实验条件、环境、实验设备等信息的贮存，是进行科学思维和研究，撰写实验报告的依据。

实验记录时必须遵守下列原则：

#### (一) 实验记录的原始性

实验的内容要如实记入正式实验记录本，不要随意地写在零碎的纸片上。实验记录本必须忠实完整地记录，每一页应该编码并记录实验日期。所有测量及有关资料直接记在记录本上，不得涂抹。数据一旦记录，不允许再作改动。重复实验而获得的新数据应重新记录，不能修改上次实验的结果。

#### (二) 实验记录的及时性

实验过程中，现象一旦发生，数据一旦测出，就应立即进行记录，不能凭回忆作记录，以免发生错记。

#### (三) 实验记录的完整性

应记录实验的条件，如温度、大气压等；实验的过程，如实验日期、操作顺序、所用仪器设备的型号、厂家、精密度等；观察到的现象，如颜色、状态、气味、快慢等；测量到的数据等等。还需将各种可能的干扰、相互因素的影响等记录下来。

#### (四) 实验记录的系统性

对于实验时间较长的实验，应连续观察和连续记录。

### (五) 实验记录的客观性

记录实验数据和实验现象必须忠实、详尽和准确。如果需要改正数据，可在不正确的数据上划一条线，然后在原数据上面或旁边写上正确的数据。应用色泽持久的笔作记录，颜色最好是黑色或蓝色的，切勿用铅笔、易退色的笔或色笔书写。应用普遍使用的标准词汇来记录，尽量避免用简写、暗号或数字。

#### 附 原国家药品监督管理局对药品研究实验记录的暂行规定

国家药品监督管理局 2000 年 1 月 3 日颁发《药品研究实验记录暂行规定》，具体内容如下：

**第一条** 为加强对药品研究的监督管理，保证药品研究实验记录真实、规范、完整，提高药品研究的质量，根据《中华人民共和国药品管理法》、《国家档案法》以及药品申报和审批中的有关要求，制定本规定。

**第二条** 凡在我国为申请药品临床研究或生产上市而从事药品研究的机构，均应遵循本规定。

**第三条** 药品研究实验记录是指在药品研究过程中，应用实验、观察、调查或资料分析等方法，根据实际情况直接记录或统计形成的各种数据、文字、图表、声像等原始资料。

**第四条** 实验记录的基本要求：真实、及时、准确、完整、防止漏记和随意涂改。不得伪造、编造数据。

**第五条** 实验记录的内容通常应包括实验名称、实验目的、实验设计或方案、实验时间、实验材料、实验方法、实验过程、观察指标、实验结果和结果分析等内容。

(一) **实验名称：**每项实验开始前应首先注明课题名称和实验名称，需保密的课题可用代号。

(二) **实验设计或方案：**实验设计或方案是实验研究的实施依据。各项实验记录的首页应有一份详细的实验设计或方案，并由设计者和(或)审批者签名。

(三) **实验时间：**每次实验须按年月日顺序记录实验日期和时间。

(四) **实验材料：**受试样品和对照样品的来源、批号及有效期；实验动物的种属、品系、微生物控制级别、来源及合格证编号；实验用菌种（含工程菌）、瘤株、传代细胞系及其来源；其他实验材料的来源和编号或批号；实验仪器设备名称、型号；主要试剂的名称、生产厂家、规格、批号及有效期；自制试剂的配制方法、配制时间和保存条件等。实验材料如有变化，应在相应的实验记录中加以说明。

(五) **实验环境：**根据实验的具体要求，对环境条件敏感的实验，应记录当天的天气情况和实验的微小气候（如光照、通风、洁净度、温度及湿度等）

(六) **实验方法：**常规实验方法应在首次实验记录时注明方法来源，并简述主要步骤。改进、创新的实验方法应详细记录实验步骤和操作细节。

(七) **实验过程：**应详细记录研究过程中的操作，观察到的现象，异常现象的处理及其产生原因影响因素的分析等。

(八) **实验结果：**准确记录计量观察指标的实验数据和定性观察指标的实验变化。

(九) **结果分析：**每次(项)实验结果应做必要的数据处理和分析，并有明确的文字

小结。

(十) 实验人员：应记录所有参加实验研究的人员。

#### 第六条 实验记录用纸

(一) 实验记录必须使用本研究机构统一专用的带有页码编号的实验记录本或科技档案专用纸。记录用纸(包括临床研究用病历报告表)的幅面，由研究单位根据需要设定。

(二) 计算机、自动记录仪器打印的图表和数据资料，临床研究中的检验报告书、体检表、知情同意书等应按顺序粘贴在记录本或记录纸或病历报告表的相应位置上，并在相应处注明实验日期和时间；不宜粘贴的，可另行整理装订成册并加以编号，同时在记录本上相应处注明，以便查对。

(三) 实验记录本或记录纸应保持完整，不得缺页或挖补；如有缺、漏页，应详细说明原因。

#### 第七条 实验记录的书写

(一) 实验记录本(纸)竖用横写，不得使用铅笔。实验记录应用字规范，字迹工整。

(二) 常用的外文缩写(包括实验试剂的外文缩写)应符合规范。首次出现时必须用中文加以注释。实验记录中属译文的应注明其外文名称。

(三) 实验记录应使用规范的专业术语，计量单位应采用国际标准计量单位，有效数字的取舍应符合实验要求。

第八条 实验记录不得随意删除、修改或增减数据。如必须修改，须在修改处画一斜线，不可完全涂黑，保证修改前记录能够辨认，并应由修改人签字，注明修改时间及原因。

第九条 实验图片、照片应粘贴在实验记录的相应位置上，底片装在统一制作的底片袋内，编号后另行保存。用热敏纸打印的实验记录，须保留其复印件。

第十条 实验记录应妥善保存，避免水浸、墨污、卷边，保持整洁、完好、无破损、不丢失。

#### 第十一条 实验记录的签署、检查和存档

(一) 每次实验结束后，应由实验负责人和记录人在记录后签名。

(二) 课题负责人或上一级研究人员要定期检查实验记录，并签署检查意见。

(三) 每项工作结束后，应按归档要求将药品研究实验记录整理归档。

第十二条 本规定由国家药品监督管理局负责解释。

第十三条 本规定自发布之日起实施。

### 第三节 实验误差及有效数字

由于外界条件的影响、仪器的优劣以及感觉器官的限制，实验测得的数据只能达到一定的准确度。即实测值与真实值不可能完全一致，二者之间的差值称为实验误差。实验误差一般分为系统误差、随机误差和过失误差。