

 NPTGJC

全国普通高等专科学校教育药学类规划教材
QUANGUO PUTONG GAODENG ZHUANKE JIAOYU YAOXUELEI GUIHUA JIAOCAI

药物化学 实验 (第二版)

PHARMACOCHEMISTRY EXPERIMENT

主编 惠春

PHARMACOCHEMISTRY
EXPERIMENT



中国医药科技出版社

内 容 提 要

本教材涉及的实验药物, 包含理论教材各章中的常用代表药物; 有机定性鉴别的实验操作步骤严格遵循 05 版药典的技术规定; 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在于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。

本教材适合高等专科药学及药剂专业实验教学使用。

图书在版编目 (CIP) 数据

药物化学实验/惠春主编. —2 版. 北京: 中国医药科技出版社, 2006. 1

全国普通高等专科教育药学类规划教材

ISBN 7-5067-3319-6

I. 药... II. 惠... 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 (2005) 第 150076 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 $\frac{1}{16}$

印张 6

字数 120 千字

印数 22000—27000

版次 2006 年 1 月第 2 版

印次 2006 年 1 月第 6 次印刷

印刷 廊坊市海翔印刷有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 7-5067-3319-6/G·0471

定价 10.00 元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

序 言

1993年,原国家医药管理局科技教育司鉴于我国药学高等专科学校教育一直没有进行全国性的教材建设,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。1995年,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。其后,又根据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的需要,立即组织编审、出版了相关的配套教材(实验指导、习题集),以加强对学生的实验教学,培养学生的实际操作能力。

该套规划教材是国家教委“八五”教材建设的一个组成部分。从当时高等药学专科教育的现实情况考虑,统筹规划、全面组织教材建设活动,为优化教材编审队伍,确保教材质量,规范教材规格,起到了至关重要的作用。也正因为如此,这套规划教材受到了药学专科教育的大多数院校的追崇及广大师生的喜爱,其使用情况一直作为全国高等药学专科教育教学质量评估的基本依据之一,可见这套教材的影响之大。

由于我国的高等教育近年进行了一系列改革,我国药学高等专科学校教育变化也较大,加之教学大纲的不断调整,这套教材已不能满足现在的教学需要,亟需进行修订。但是,因为原主管部门已不再管理我国药学高等专科学校教育,加之一些高等药学专科学校已经合并到其他院校,原普通高等专科学校教育药学类教材建设委员会已不能履行修订计划。因此,全国高等医药院校药学类教材编辑委员会接管了这项工作,组成了新的普通高等专科学校教育药学类教材建设委员会,组织了这套规划教材的修订,希望修订后的这套规划教材能够适应当前高等药学专科教育发展的需求。在修订过程中,考虑到高等专科学校教育中全日制教育、函授教育、自学考试等多种办学形式,力求使这套教材能具有通用性,以适应不同办学形式的教学要求。学术是有继承性的,虽然第一版的一些作者已经退休或因为其他原因离开了药学高等专科学校教育岗位,不能继续参加这套教材的修订工作,但是他们对这套教材做出了非常重大的贡献,在此,我们谨对他们表示衷心的感谢。

这套规划教材修订出版后,竭诚欢迎使用本教材的广大读者提出宝贵意见,以便我们进行教材评优工作,不足之处我们将在以后修订时改正。

全国普通高等专科学校教育
药学类规划教材建设委员会
2003年12月

普通高等专科学校教育药学类规划教材编委会

(第二版)

- 名誉主任委员 郑筱萸
- 主任委员 姚文兵 (中国药科大学)
- 副主任委员 (按姓氏笔画排名)
- 尹 舫 (湖北中医学院)
- 王 玮 (河南大学药学院)
- 罗向红 (沈阳药科大学)
- 郭 姣 (广东药学院)
- 委 员 (按姓氏笔画排名)
- 丁 红 (山西医科大学)
- 于信民 (菏泽医学高等专科学校)
- 马祥志 (湖南长沙医学院)
- 王润铃 (天津医科大学)
- 王庸晋 (长治医学院)
- 刘 斌 (天津医学高等专科学校)
- 刘志华 (怀化医学高等专科学校)
- 孙 涛 (宁夏医学院)
- 吴琪俊 (右江民族医学院)
- 宋智敏 (哈尔滨医科大学大庆校区)
- 张德志 (广东药学院)
- 李淑惠 (长春医学高等专科学校)
- 肖孟泽 (井冈山医学高等专科学校)
- 陈 旭 (桂林医学院)
- 林 宁 (湖北中医学院)
- 罗载刚 (黔南医学高等专科学校)
- 赵冰清 (湖南师范大学药学院)
- 徐世义 (沈阳药科大学)
- 徐晓媛 (中国药科大学)
- 高允生 (泰山医学院)
- 黄林帮 (赣南医学院)
- 谭桂山 (中南大学药学院)

前 言

药物化学实验是国家食品药品监督管理局组织编审出版的实验教材，本教材适合高等专科药学及药剂专业实验教学使用。

高等职业教育不同于精英教育，它立足于以能力为本，以岗位为目标，因为较强的实践技能是其在工作岗位上赖以立足的根本。药物化学的实践性教学是整个药物化学教学环节中的重要组成部分。

药物化学实验是在药化理论课的基础上分支出的一门独立的实践课，是建立在无机化学、有机化学及有关化学实验基础上的实验课程。在实验内容上除了巩固和验证所学过的理论知识及基本操作外，还要在学习了药物化学理论课及有关基础理论课的基础上加强同学们在独立工作、独立思考、独立解决问题能力方面的培养。

职业技能既是学生进入职业的通行证又是今后终身学习和发展的基础。强化学生的技能训练应是高技能人才培养过程中的重心所在，因此我们根据高职高专的人才培养目标编写了本实验教材，力求在所学理论知识指导下提高药学及药剂专业学生的实验技能水平，同时也尽量缩短人才和市场需求之间的距离。

本教材涉及的实验药物，包含理论教材各章中的常用代表药物；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，通过这些基本实践操作的训练，希望能提高和巩固学生的动手和动脑能力；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，并牢牢树立药品质量第一的观点；药物合成实验的安排目的是在于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，培养学生理论联系实际的作风，实事求是、严格认真的科学态度与良好的工作习惯。

药物化学的计划学时各校安排不同，可根据具体情况从中选择适当的内容进行训练。

本实验教材是由长春医学高等专科学校的惠春老师、桂林医学院的杨

新平老师及黔南民族医学高等专科学校的龚元老师共同编写的。限于水平，难免有误，我们将在使用过程中不断总结经验，听取各方面意见，以便进一步修正提高。

2005年10月

目 录

第一部分 实验须知	(1)
第二部分 药物化学实验基本知识	(2)
一、实验室的安全及事故的预防与处理.....	(2)
二、实验室常用仪器、设备和应用范围.....	(3)
三、重结晶及过滤.....	(10)
四、干燥器的使用.....	(11)
五、实验的预习、记录及实验报告.....	(12)
第三部分 药物溶解度实验	(16)
实验一 药物在水中的溶解度实验.....	(16)
第四部分 药物的变质实验	(18)
实验一 药物的氧化变质实验.....	(18)
实验二 盐酸普鲁卡因水解变质实验.....	(22)
第五部分 药物的定性鉴别实验	(24)
实验一 几种有机药物的定性鉴别 (一).....	(24)
实验二 几种有机药物的定性鉴别 (二).....	(31)
实验三 一定范围内未知药品的区分和鉴别.....	(36)
第六部分 药物合成实验	(38)
实验一 盐酸普鲁卡因的合成.....	(38)
实验二 苯佐卡因的合成.....	(41)
实验三 巴比妥的合成.....	(44)
实验四 阿司匹林的合成.....	(47)
实验五 对乙酰氨基酚的合成.....	(49)
实验六 贝诺酯的合成.....	(51)
实验七 水杨酰苯胺的合成.....	(53)
实验八 苯妥英钠的合成.....	(55)
实验九 烟酸的合成.....	(57)
实验十 磺胺醋酰钠的合成.....	(59)
实验十一 磺胺嘧啶锌与磺胺嘧啶银的制备.....	(62)
实验十二 诺氟沙星银与诺氟沙星锌的制备.....	(64)
实验十三 甲酚磺酸钠的合成.....	(66)
实验十四 苯氧乙酰二乙胺的合成.....	(67)

实验十五 维生素 K ₃ 的合成	(69)
实验十六 二氢吡啶钙离子拮抗剂的合成	(71)
实验十七 地巴唑的合成	(73)
实验十八 亚胺-154 的合成	(75)
实验十九 氯霉素的合成	(77)
第七部分 附录	(83)
一、药品中英文名对照	(83)
二、常用试剂的分级	(84)
三、试剂选用原则	(84)
四、常用试剂配制	(84)
五、其他	(85)

第一部分 实验须知

药物化学实验教学的目的是训练学生掌握进行药物化学实验的基本技能和基本知识，验证药物化学中所学的理论和概念，培养学生正确选择药物合成、分离提纯与鉴定的方法及分析和解决实验中所遇到问题的思维和动手能力。同时通过药物化学实验的培训可以提高学生理论和实际相结合的能力，可以端正他们的科学态度并使他们成为具有扎实基本操作技巧的岗位合格人才。

安全实验是药物化学实验的基本要求。实验前学生必须认真阅读药物化学实验的基本常识，了解实验室的安全问题；在实验开始前认真预习有关实验内容，明确实验的目的和要求，了解实验的基本原理和方法，写好实验的预习报告，了解所用药品和试剂的毒性和其他性质，重点牢记操作中的注意事项，合理安排好每一次实验。

仔细观察实验中出现的各种现象并随时记录是每个学生必须完成的任务，要求每个学生准备一个顺序编号的记录本，如实地记下所用实验药品、试剂、仪器等的纯度、规格、用量，实验中出现的现象，实验时温度及 pH 的变化等。

按规定量称量或量取药品和试剂，为了减免杂质的引入，多余的药品和试剂不可返回原容器内。取用完毕，应立即盖上瓶塞，归还原处。

保持实验台面、地面的清洁和干燥，所有废弃的固体和滤纸等应丢入污物缸内，以免堵塞水槽或下水道；对于产生异嗅或有毒物质的实验操作应在通风橱内进行。

实验完毕，及时清洗所用器皿，整理实验室，关好水、电、煤气等。

第二部分 药物化学实验基本知识

一、实验室的安全及事故的预防与处理

在药物化学实验中经常使用乙醚、乙醇、丙酮和苯等易燃溶剂；使用硫酸、盐酸、硝酸、强碱等腐蚀性的试剂和原料。这些药品或试剂若使用不当，就有可能产生着火、爆炸、烧伤等事故。此外，玻璃仪器、煤气及电器设备等使用不当或处理不当也会发生错误，但只要实验者认真预习和了解实验中所用物品和仪器的性能、用途、可能出现的问题及预防措施，严格执行操作规程，时刻树立安全第一的思想，就能有效地避免可能出现的危险，确保实验的顺利进行。

(一) 一般注意事项

1. 作好实验前的充分预习，了解所用药品的性能及危害。易燃易爆挥发的物品不得放在敞口的容器内加热。
2. 对有可能发生危险的实验，在操作时要带防护面罩或防护眼镜。
3. 严格按照操作中规定量称取所用药品、试剂，取完后，应立即盖上瓶塞，归还原处。取出来的药品、试剂不得再倒回原容器内以免造成污染。
4. 实验结束后及时洗手，严禁在实验室内吸烟、喝水或吃食品。
5. 实验时保持台面、地面清洁，实验完毕整理好实验室，经实验老师检查合格后方可离开。
6. 要熟悉灭火器等安全用具的放置地点和使用方法，一旦发生事故，掌握一般的处理方法。

(二) 实验室中发生事故的预防

1. 火灾的预防

(1) 可能发生火灾的隐患 盛有易燃有机溶剂的容器不得靠近火源，不用明火加热。回流或蒸馏液体时应事先加好沸石，以防因溶液过热而暴沸冲出。烧瓶不能放在直火上加热，可根据液体沸点的高低选择使用石棉网、油浴、水浴或电热套；冷凝管里要保持流水通畅，以免大量蒸汽逸出造成火灾；减压蒸馏时，要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接受器，不可用锥形瓶，否则可能会发生炸裂；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。开启贮有挥发性液体的瓶塞和安瓶时，先冷却后开启；对于生成有毒或有腐蚀性气体的实验，应在通风橱内进行。

(2) 火灾预防 实验过程中由于操作不当，一旦发生火灾，首先立即切断火源（关闭煤气、切断电源），并快速移开附近的易燃物质；在周围无其他易燃物的情况下，少量溶剂着火，可任其烧完；锥形瓶内着火可用石棉网或湿布盖灭。若火势较大应该采用下列灭火器材：

二氧化碳灭火器 用以扑灭有机物及电器设备的着火；

泡沫灭火器 适用于大的火灾。

油浴和有机溶剂着火时，绝对不能用水浇。若衣服着火，可用厚的外衣包裹使其熄灭。较严重者用防火毯包住躺在地上，直至火灭，或者用自来水熄灭。

2. 割伤

取出伤口中的玻璃或固体物，用蒸馏水清洗后涂红药水，敷创可贴即可。严重的割伤按紧主动脉搏管急送医院。

3. 烫伤

轻伤涂烫伤膏，重伤涂药后急送医院。

4. 试剂灼伤

酸：用清水洗，然后以 3% ~ 5% 的碳酸氢钠溶液清洗，最后再用清水洗。

碱：用清水洗，然后以 1% ~ 2% 硼酸液清洗，最后再用清水洗。

5. 试剂或异物溅入眼内

酸：用清水冲洗后再以 1% 碳酸氢钠液洗。

碱：用清水冲洗后再以 1% 硼酸液洗。

玻璃：在盆中用清水洗，切勿用手揉。

实验室急救箱内物品：红药水、创可贴、烫伤膏、消毒剂、镊子、医用剪刀、绷带、纱布、1% 硼酸溶液、1% 及饱和碳酸氢钠溶液、医用酒精。

二、实验室常用仪器、设备和应用范围

(一) 玻璃仪器的洗涤

一般洗涤先用自来水冲洗，然后用洗衣粉、去污粉或洗洁精刷洗；当玻璃器皿中残留有酸性或碱性物质时，可用碱液或酸液处理；若残留物可溶在有机溶剂中，则需选择适当的有机溶剂处理；对黏附在器皿上的污垢先用纸擦再用洗液浸泡。合成实验使用的玻璃器皿自来水冲洗即可，药品的精制及定性鉴别所使用的器皿还需用蒸馏水淋洗 2 ~ 3 次。

(二) 称量药品

1. 固体药品的称量

常量合成实验可选用上皿天平，半微量制备时可使用扭力天平，定量分析时用分析天平进行称量。称重时可用玻璃容器或称量纸，易吸潮的药品可选用干燥的称量瓶迅速称取。

2. 液体药品的称量

一般的液体药品可选用量筒或称重方法，当需要量较精确时可用移液管量取。

(三) 常用仪器用具和装置

熟悉实验时需要的常用仪器、用具和装置是对实验者的起码要求。现将实验中比较常用的仪器设备、用具和常用装置及使用注意事项分别介绍如下。

1. 常用仪器

(1) **玻璃仪器** 化学玻璃仪器一般由钾玻璃制成，有普通玻璃仪器和标准磨口的玻璃仪器两类。标准磨口有不同的标号，常用的标准磨口有 10、14、19、24、29、34、40、50 等多种。这些编号是指磨口最大端直径的毫米数。相同编号的内外磨口可以紧密连接，有

时两种玻璃仪器因磨口编号不同而无法直接连接，可通过不同编号的磨口接头（也称变径接头）使之连接。

图 1-1 是一些常用的标准磨口玻璃仪器。

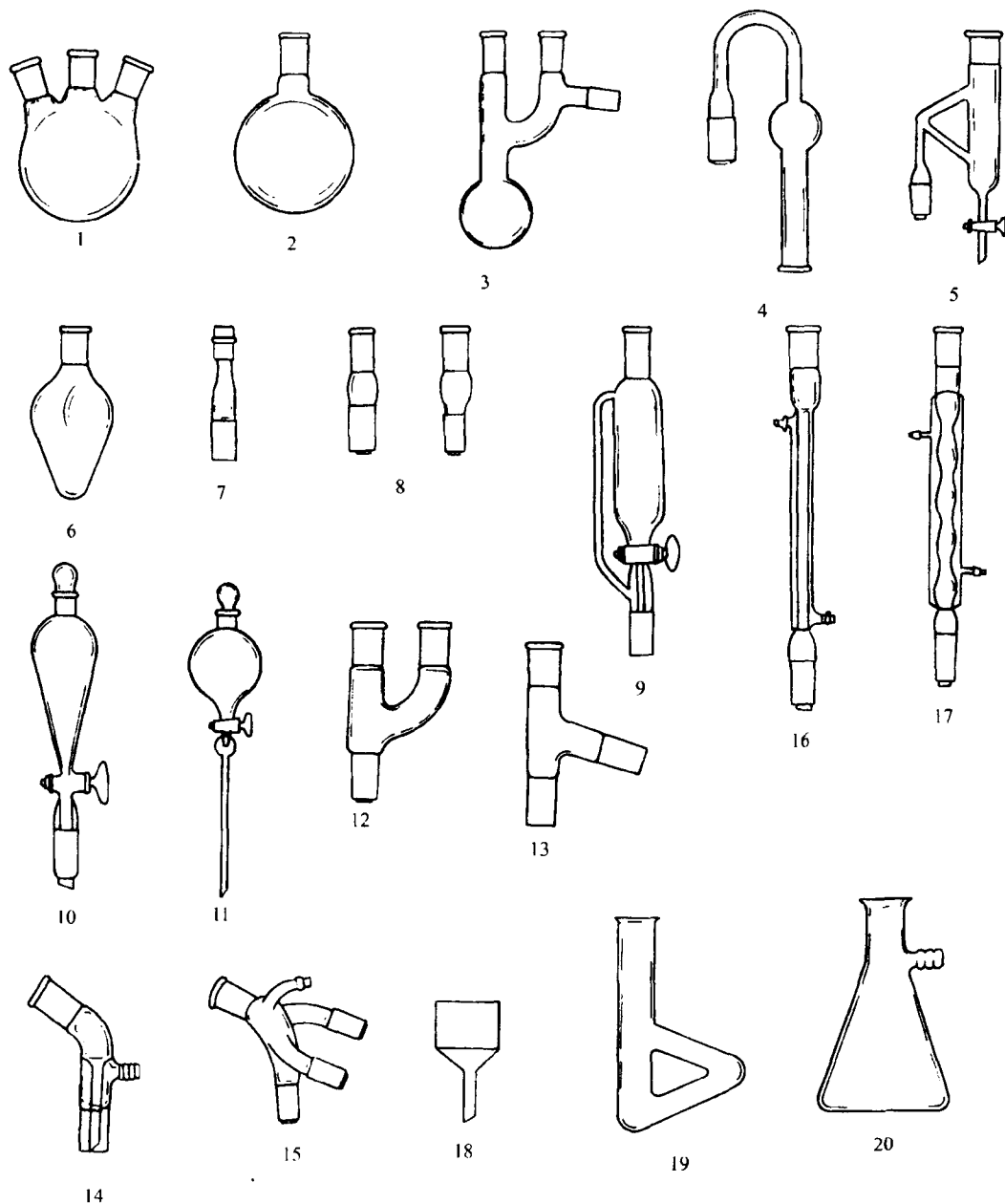


图 1-1 常用玻璃仪器

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. 滴液漏斗；12. 丫形管；13. 75°蒸馏头；14. 真空接液管；15. 多尾接液管；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）

使用标准磨口仪器时应注意：

①保持磨口表面的清洁，不得沾有固体物质，否则会使磨口对接时不紧密，甚至损坏磨口；

②用后立即拆卸、洗净，各个部件分开存放，否则放置太久磨口的连接处会粘牢，难拆开；

③装配仪器时，应按照先下后上、先中间后两旁的顺序，使磨口连接处不受到应力，否则仪器易破裂；

④一般使用时，磨口无需涂润滑剂，以免沾污反应物或产物；若反应物中有强碱，则应涂润滑剂，以免磨口连接处因碱腐蚀而粘牢，无法拆开。

(2) 电学仪器

①磁力搅拌器

磁力搅拌是通过电动旋转的磁铁带动反应器中的搅拌子（包有一段磁铁的玻璃或聚四氟乙烯）来搅拌反应混合物。一般的磁力搅拌器都有控制磁铁转速的旋钮及可控制温度的加热装置。使用时，将容器置搅拌器上，接通电源后，慢慢旋转控制旋钮，调至所需速度进行搅拌。若需加热，旋转加热旋钮逐渐升温，必要时可再连一台变压器以便更好地控制温度和搅拌速度。（现有将控制温度和磁力搅拌结合在一起的仪器“集热式恒温加热磁力搅拌器”）。使用完毕，应先将旋钮慢慢转到零，再切断电源。用后应注意保养，清理干净，放干燥处保存，防潮，防腐蚀。电磁搅拌加热温度不宜过高，时间不宜过长，若需加热到较高温度（一般 120℃ 以上）应在油浴中用玻璃管套住的电阻丝（或热得快）加热。

②机械搅拌器

这类搅拌器由电机座、电动机、调速器三部分组成，搅拌时，通过电动机驱动搅拌棒来搅拌反应混合物。机械搅拌一般适用于油水等溶液或固-液反应，不适于搅拌黏稠的反应物。若超负荷使用或通电后电动机不转（或因反应物太稠，或因安装不当卡住），很容易发热而烧坏电动机。平时应注意经常保持清洁干燥、防潮防腐蚀。轴承应经常加油保持润滑。

③旋转蒸发仪

旋转蒸发仪是由变速马达 2 带动可旋转的蒸发瓶 4（圆底烧瓶）、冷凝管 1 和接收瓶 3 组成（见图 1-2），可在常压或减压下操作，可一次进料，也可分批吸入蒸发料液。由于蒸发器的不断旋转，可免加沸石而不会暴沸。蒸发器旋转时，会使料液的蒸发的表面积大大增加，加快了蒸发速度。旋转蒸发仪是实验室回收溶剂、浓缩溶液常用的快速蒸馏仪器。

④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。

⑤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，将洗净的玻璃仪器插到气流管上，使用时打开电源开关即可。

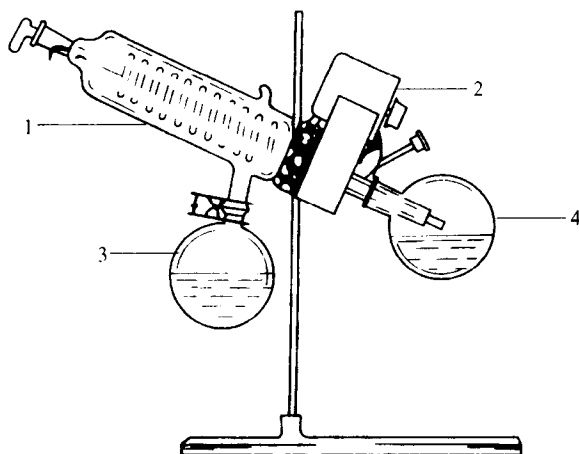


图 1-2 旋转蒸发仪

1. 冷凝管; 2. 变速马达; 3. 接收瓶; 4. 蒸发瓶

⑥ 烘箱

烘箱用以干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、加热时不分解的物品。挥发性易燃物或刚用酒精、丙酮淋洗过的玻璃仪器切勿放入烘箱内，以免发生爆炸。

一般干燥玻璃仪器时应先沥干，无水滴下时才放入烘箱，升温加热，将温度控制在 $100 \sim 120^{\circ}\text{C}$ 左右。往烘箱里放玻璃仪器时应自上而下依次放入，以免残留的水滴流下使已烘热的玻璃仪器炸裂。取出烘干后的仪器时，应用干布衬手，防止烫伤。取出后不能碰水，以防炸裂。取出烘干后的热玻璃器皿，若任其自行冷却，则器壁常会凝上水汽。可用电吹风吹入冷风助其冷却，以减少壁上凝聚的水汽。若有鼓风机，烘完后可开启鼓风机开关，使鼓风机工作，待仪器冷至近室温时，取出使用。

⑦ 电加热套

电加热套（电热套）是玻璃纤维包裹着电热丝织成帽状的加热器，加热或蒸馏易燃有机物时，由于它不是明火，因此具有不易引起着火的优点，热效率也高。加热温度用调压变压器控制，最高加热温度可达 400°C 左右，是合成实验中一种简便、安全的加热装置。电热套内电热丝的温度很高，故勿使易燃溶剂进入帽内，以免引起火灾。电热套的容积一般与烧瓶的容积相匹配，从 50ml 起，各种规格均有。电热套主要用做回流加热的热源。用它进行蒸馏或减压蒸馏时，随着蒸馏的进行，瓶内物质逐渐减少，这时使用电热套加热，就会使瓶壁过热，造成蒸馏物被烤焦的现象。若选用稍大一号的电热套，在蒸馏过程中，不断降低垫电热套的升降台的高度，会减少烤焦现象。

⑧ 紫外分析仪

紫外分析仪（荧光灯）是药物合成、天然药物化学实验检测有荧光化合物的常用仪器。

它是用两支低压汞灯管通过紫色滤光片把绝大部分的可见光滤去，使通过的紫外光的波长一般在 254nm 或 365nm 。荧光灯有波长 254nm 和 365nm 两种型号，它们的使用方法和

注意事项相同，但用途不同。254nm 荧光灯用于在 254nm 处显荧光的有机化合物的分析，365nm 的荧光灯用于 365nm 处显荧光的有机化合物的分析。

使用时，接上电源，指示灯亮，灯光立即发光，即可将待检测物放在灯下观察分析。罩上黑布遮去室内可见光效果更佳。

因采用低压汞灯，勿需预热，可随开随关。灯开后，勿自下而上直接观看滤光片，以免紫外光伤害眼睛。仪器应放清洁干燥处，避免受震、受潮。灯管及滤光片应避免用手直接接触，以防污染造成失透现象。

2. 常用装置

(1) 回流装置

有机化学反应常有溶剂存在，并较长时间进行加热。为了尽量减少溶剂及原料、产物的挥发损失，避免燃烧、爆炸等事故。这时就要用回流装置。图 1-3 (a) 是一般的回流装置，若需防潮，可在冷凝管顶端装一干燥管。若在回流时有刺激性气体（如二氧化硫、氯化氢、溴化氢等）产生，可用图 1-3 (b) 带有吸收反应中生成气体的回流装置。

安装回流装置的仪器主要由反应瓶和冷凝管两部分组成。反应瓶大小一般盛反应物 1/2~2/3 为宜。当反应中有气体或泡沫产生时应选择体积较大的反应瓶。回流时多用球形冷凝管，若反应化合物沸点较低，或其中有毒性较大原料或溶剂时，可选用蛇形冷凝管，以提高回流效率。高于 130℃ 时可选用空气冷凝管。

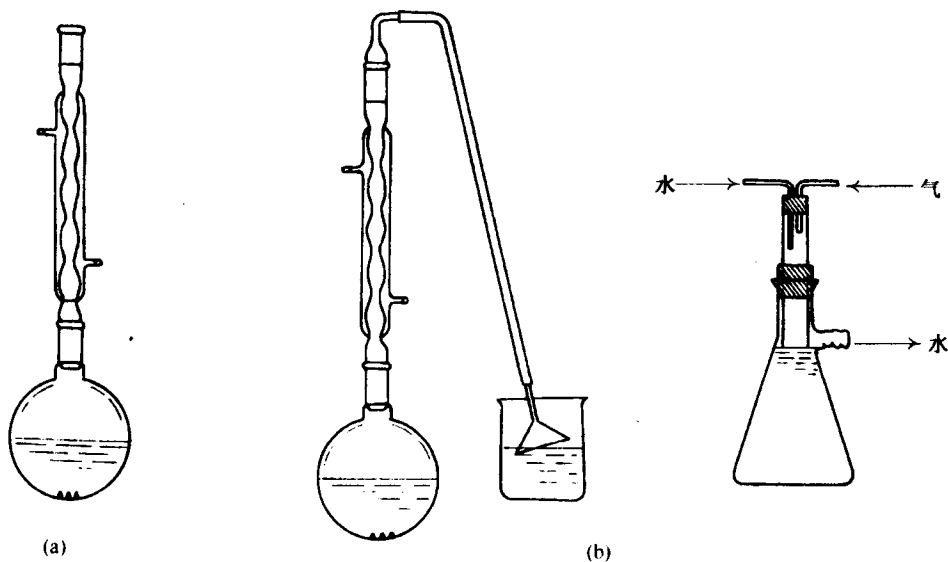


图 1-3 回流装置

(2) 搅拌装置

当反应在均相溶液中进行时一般可以不要搅拌，因加热时溶液存在一定程度的对流，从而保持液体各部分均匀地受热。如果是非均相反应，或反应物之一是逐渐滴加时，为了尽可能使其迅速均匀地混合，以避免因局部过浓过热而导致其他副反应发生或有机物的

分解；有时反应物是固体，如不搅拌将影响反应顺利进行；在这些情况下就需要进行搅拌操作。在反应过程中进行搅拌，不但可以较好地控制反应温度，同时也能缩短反应时间，提高产率。

常用的搅拌装置见图 1-4。图 1-4 (a) 是可同时进行搅拌、回流和加料的装置。图 1-4 (b) 装置还可同时测量反应的温度。

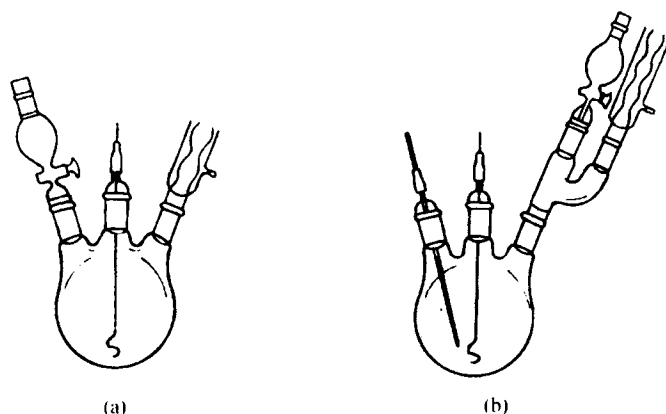


图 1-4 搅拌装置

搅拌装置中常用的密封装置如图 1-5 所示。图 1-5 (a) 的装置是简易密封装置，但如果装置不妥当或操作不慎，容易损坏磨口套管。图 1-5 (b) 是聚四氟乙烯制成的搅拌密封塞，它由螺旋盖 4、中间的硅橡胶密封垫圈 6 和下面的标准口塞 5 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。使用时只需选用适当直径的搅拌棒插入标准口塞与垫圈孔中，在垫圈与搅拌棒接触处涂少许甘油润滑，旋上螺旋盖至松紧合适，并把标准口塞紧在烧瓶上即可。图 1-5 (c) 是一种液封装置，常用液体石蜡（或其他惰性液体）进行密封。

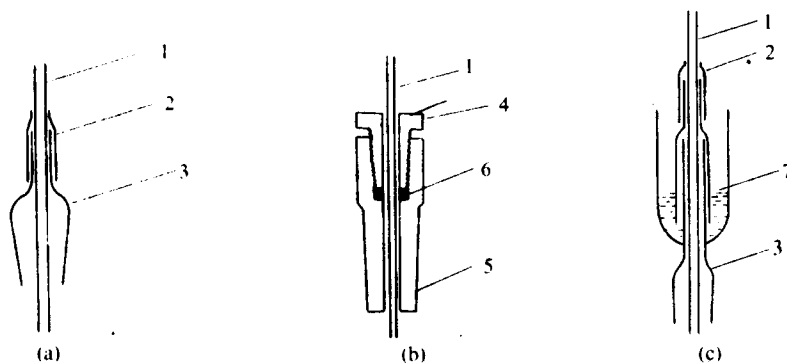


图 1-5 密封装置

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

搅拌所用的搅拌棒有不同形状，见图 1-6。在进行搅拌反应时，可根据需要选择不同形状的搅拌棒。

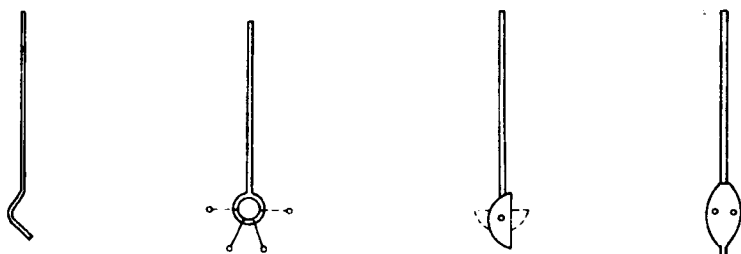


图 1-6 搅拌棒

(3) 蒸馏装置

蒸馏是分离两种以上沸点相差较大的液体和除去有机溶剂的常用方法。

① 常压蒸馏

图 1-7 是常用的常压蒸馏装置，其中图 1-7 (a) 是最常用的蒸馏装置。图 1-7 (b) 是蒸除较大量溶剂的装置，由于液体可自滴液漏斗中不断地加入，可调节滴入速度，使其与蒸出的速度基本相等，从而可避免使用较大的蒸馏瓶。

使用常压蒸馏装置时需注意如下问题：一般蒸馏瓶内的液体的体积不能超过瓶容积的 $\frac{2}{3}$ ；加沸石；温度计水银球上端应与支管下端齐平；整套装置必须与大气相通；在任何情况下都不能将液体蒸干。

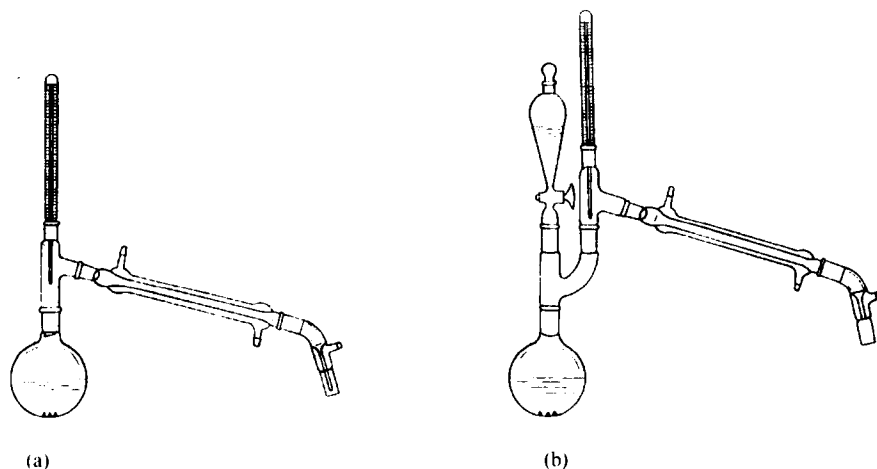


图 1-7 常压蒸馏装置

② 减压蒸馏

当液体的蒸气压与外界大气压相等时，液体开始沸腾。此时的温度就是该液体在常压下的沸点。液体沸腾时的温度与外界压力有关，随着外界压力的降低而降低，若用真空泵减低蒸馏瓶内液体表面上的压力，液体就会在低于其沸点的温度沸腾，这种在减压下进行