



高等学校教材

制药工程专业 实验指导

○ 天津大学 等编



化学工业出版社
教材出版中心

高等学校教材

制药工程专业实验指导

天津大学 天津理工大学 天津科技大学
天津商学院 中国药科大学 合肥工业大学 编
安徽中医学院 河北工业大学
河北科技大学 沈阳药科大学



化学工业出版社
教材出版中心

· 北京 ·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

制药工程专业实验指导/天津大学等编. —北京: 化学工业出版社, 2005. 7

高等学校教材

ISBN 7-5025-7348-8

I. 制… II. 天… III. 制药工业-化学工程-实验-高等学校-教材 IV. TQ46-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 076589 号

高等学校教材

制药工程专业实验指导

天津大学 天津理工大学 天津科技大学 天津商学院

中国药科大学 合肥工业大学 安徽中医学院

河北工业大学 河北科技大学 沈阳药科大学

编

责任编辑: 何 丽

文字编辑: 胡全胜

责任校对: 吴 静

封面设计: 于 兵

。 * *

化学工业出版社 出版发行
教材出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

购书咨询: (010)64982530

(010)64918013

购书传真: (010)64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京永鑫印刷有限责任公司印刷

三河市前程装订厂装订

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 11 字数 233 千字

2005 年 8 月第 1 版 2005 年 8 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-7348-8

定 价: 19.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

前 言

20 世纪 90 年代以来, 制药科学技术及其行业的快速发展极大地驱动了对制药工程专业人才的需求, 诞生了新兴学科——制药工程及其教育。1995 年受美国科学基金资助, 在新泽西州立大学 Rutgers 分校化学与生物化工系诞生了第一个制药工程研究生教育计划, 标志着制药工程专业教育的开端。1998 年加州大学 Fullerton 分校设立本科教育计划, 目前美国、加拿大、英国、德国、日本和印度等国家的十几所高校设置了该专业。

国内从 20 世纪 50 年代开始, 就有与制药工程专业类似的专业, 如化学制药专业、中药制药专业、微生物制药专业等。1998 年国家教育部对理工科本科专业目录进行了较大调整, 在化工与制药类下设置了制药工程专业, 1999 年全国正式开始招生。由于“药品”的特殊性和重要性, 不少高校越来越重视这个专业, 通过转型或新建设立制药工程专业, 截至 2004 年底全国已有 142 所高校设立了制药工程专业, 每年招收本科生人数已达 8000 余人。

制药工程是工程学、药学、化学、生物技术和相关管理法规相互渗透而形成的新兴交叉学科, 它与传统化工、药学类专业有密切联系, 但存在本质区别。制药工程是一门工程技术科学, 是在化学制药、中药制药、生物制药等领域中寻求共性知识和普遍规律, 主要解决药品生产过程中的工程技术问题和实施 GMP 管理, 培养药品质量和制药过程效率双向定位的创新性人才。

制药工程专业以工程学、药学、化学和生物技术为基础, 研究通过化学或生物反应及分离等单元操作, 探索制造药物的基本原理及实现工业化生产的工程技术, 包括新工艺、新设备、GMP 管理等方面研究、开发、放大、设计、质控与优化等, 降低成本、提高效率, 最终实现药品“安全、有效、稳定、可控”的规模化生产和过程的规范化管理。

由于制药工程本科专业实验教学工作已经开始起步, 很多新办制药工程专业的高校迫切希望能有一本《制药工程专业实验指导》书供实验课教学参考。天津大学联合国内 10 所高校共同编写此书, 以促进全国制药工程本科专业建设。本书受到由天津大学化工学院牵头, 国内 13 所高校共同参加的“全国化工高等教育学会‘十五’教育研究课题‘制药工程本科专业建设研究’项目”的资助。

本书主要面向三、四年级本科生开设, 实验内容涉及制药工程专业基础课和专业课, 包括药物化学、药物合成反应、天然药物化学、药物分析、工业药剂学、制药工艺学、制药分离工程、药品生产质量管理工程、制药设备及工程设计等课程内容。本实验指导内容较全面且具有代表性, 涵盖化学制药、中药制药、生物制药各领域关于药物合成、提取、发酵、分离与纯化、药物制剂等方面内容, 并结合药物检测技术等, 使学

生掌握药物制造的整个过程及质量控制,突出制药工程专业特色及药品生产的特殊性。同时,学习现代化制药过程中连续自动化模拟控制操作,熟悉工程化放大生产的制药技术要求,并熟悉各种检测技术的原理和定性、定量分析在制药过程质量监控中的广泛应用。本实验指导内容主要结合药品生产和科研技术的发展,开设较高水平的综合性实验为主,运用综合的实验方法、实验手段对学生的知识、能力、素质形成综合的培养,为学生今后从事药品生产和科研开发作必要的准备。

本实验指导内容力求完整详细,以供其他高校选择其中某一整个实验项目,或者某个实验项目中的某些部分做实验教学内容参考。本书也可供其他专业及相关科技人员参考。

本书由天津大学蒋建兰教师组织、协调并统稿。参加本书编写工作的有:

(学校按笔划排序)

天津大学——蒋建兰、赵广荣、曲红梅、李霞、朱宏吉、白鹏;

天津理工大学——李战强;

天津科技大学——张黎明;

天津商学院——张明春、韩克勤、张彦青、郑平、解军波;

中国药科大学——王亚楼;

合肥工业大学——姚日生、张洪斌、徐红梅、朱慧霞、冯乙巳、邓胜松;

安徽中医学院——黄鹏、胡海霞、刘劲松、黄和平、李传润、何黎琴、钟国坤;

河北工业大学——李梦青;

河北科技大学——康怀萍;

沈阳药科大学——郭春。

本书由天津大学赵广荣、黄耀东、魏振平、李霞审稿,柴诚敬指导,并对书稿提出许多宝贵意见,在此表示衷心的感谢。

本书编写过程中,得到了各学校院、系领导给予的大力支持与指导,在此表示衷心的感谢。

同时,衷心感谢天津大学化工基础实验中心的张金利、胡瑞杰、胡彤宇、汤涛等,制药工程系白鹏,他们在自行研制开发药物合成、药物结晶、中药提取、滴丸剂制备、离子交换法制水、医药溶剂精馏回收等教学实验设备上给予的指导、支持与合作。

由于编者水平有限,制药工程专业实验教学工作仍在不断完善之中,书中不妥之处甚至错误在所难免,恳请读者批评指正。

编者

于天津大学

2005年6月

目 录

导言	1
第 1 部分 化学制药	6
实验 1-1 阿司匹林的制备	6
实验 1-2 联苯乙酸的制备	10
实验 1-3 曲尼司特的制备	14
实验 1-4 达尔丰的制备	19
实验 1-5 苯妥英钠的制备	24
实验 1-6 贝诺酯的制备	28
实验 1-7 苯佐卡因的制备	30
实验 1-8 磺胺醋酰钠的制备	33
实验 1-9 水杨酰苯胺的制备	37
实验 1-10 对羟基苯乙酮的制备	40
实验 1-11 桂皮酰哌啶的制备	42
实验 1-12 维生素 C 的精制	45
实验 1-13 共沸精馏和萃取精馏回收医药溶媒	49
实验 1-14 离子交换法制备纯水	58
第 2 部分 中药制药	65
实验 2-15 黄芪多糖的提取和含量测定	65
实验 2-16 陶瓷膜分离技术提取中药有效部位	68
实验 2-17 槐花米中芦丁的提取、精制和鉴定	72
实验 2-18 苦参生物碱的提取分离与鉴定	77
实验 2-19 猪苓多糖的提取、纯化和测定	81
实验 2-20 粉防己碱的提取、分离与鉴定	84
实验 2-21 大黄游离蒽醌的提取精制及检识	88
实验 2-22 薯蓣皂苷元的提取精制和鉴别	92
实验 2-23 茶叶中咖啡因的提取	96
实验 2-24 丹参葡萄糖注射液的 HPLC 指纹图谱的初步识别与建立	98
第 3 部分 生物制药	102
实验 3-25 基因工程菌发酵及其蛋白药物的表达检测	102
实验 3-26 灰黄霉素的发酵与提取	107
实验 3-27 醋酸泼尼松的生物转化	110
实验 3-28 发酵法生产右旋糖酐工艺	114

实验 3-29	青霉素的提取与精制	118
实验 3-30	赖氨酸发酵	122
实验 3-31	富集微量元素酵母发酵生产工艺	125
实验 3-32	辅酶 Q ₁₀ 的制备及检测	127
实验 3-33	胸腺肽制备工艺	130
第 4 部分	药物制剂	133
实验 4-34	片剂的制备和影响其质量因素的考察	133
实验 4-35	阿司匹林片的制备及影响片剂质量因素的考察	136
实验 4-36	盐酸曲马多缓释微丸的制备	140
实验 4-37	乳糖酸红霉素冻干粉针剂的制备	144
实验 4-38	HPLC 法检测盐酸洛美沙星注射液有关物质变化	149
实验 4-39	滴丸剂的制备	152
实验 4-40	银杏叶黄酮硬胶囊剂的制备	155
实验 4-41	中药口服液的制备	158
实验 4-42	板蓝根颗粒剂的制备及质量考察	161
实验 4-43	水杨酸软膏剂的制备实验	164

导 言

制药工程专业实验是对学生所学专业课知识的综合运用与实践,让学生理论联系实际,明确药品生产的特殊性,对药品生产的基本工艺流程有一个较完整的感性和理性认识。通过专业实验训练,提高学生的动手能力,分析和解决实际问题的能力,同时也为今后从事药品的生产和科研开发做必要准备。专业实验是集中实践教学环节中必不可少的部分。

通过专业实验,使学生掌握基本的操作技能,学习专业实验中的药物制备技术、过程质量监控技术及其检测方法、药物制备过程中设备的布置、连接、作用和控制等,培养学生具有一定的设计实验方案能力,利用实验数据进行分析、处理的能力,学习如何将实验方案变成实际可操作的实践过程,及运用文字进行表述实验内容的能力等。

本课程要求学生在掌握制药工程专业基础课和专业课等理论知识,并受到过相关专业基础实验课的训练,在此基础上进行专业实验训练。

本课程为制药工程专业本科生三年级或四年级开设的专业必修课,属集中实践教学环节,64~96学时,2.0~3.0学分。也可供相关专业选修。

学生实验守则

1. 实验前做好预习,不做预习和无故迟到不得进入实验室。
2. 进入实验室后,服从教师指导。在指定地点进行实验。在实验室内,不得喧哗、打闹,不得吸烟、随地吐痰、乱扔纸屑及其他杂物。未经允许,不得操纵、拨弄仪器设备。
3. 按照实验要求做好准备,经指导教师检查许可后,方可接通电源或启动设备,要精心使用仪器设备,严格遵守操作规程。
4. 在实验进行的前后,必须洗净双手,必要时进行适当的消毒处理。要求穿实验服进行实验。
5. 实验过程中,所有使用的器具不得随意借用、混用,用毕需处理的应及时消毒灭菌,妥善放置。若仪器设备发生故障或损坏时,首先要切断电源并报告指导教师及时处理。
6. 进入生物实验室必须保证衣着整洁和身体的清洁,应保持实验室的洁净度,尽量避免走动和交谈。
7. 未经许可不得私自转接、培养微生物,禁止将微生物私自带出。避免原始菌种受到污染。
8. 实验后,将仪器设备、用具及场地整理复原。经教师检查合格后方可离开实验室。

学生实验规范

1. 在进行实验前必须认真预习, 包括熟悉实验目的、要求, 掌握实验原理, 掌握实验基本操作方法和步骤。并写出实验预习报告, 其内容应包括以下部分: (1) 实验目的、要求; (2) 实验原理; (3) 主要仪器和试剂; (4) 实验流程及装置图; (5) 实验步骤; (6) 实验数据、实验现象记录表格。未写预习报告者不得进行实验。
2. 带预习报告及必备工具按时到指定实验室实验。
3. 认真听实验指导老师的讲解, 回答老师的提问, 记录实验注意事项, 不懂的地方及时向实验指导老师请教。
4. 实验过程中认真操作, 严格遵守操作规程, 仔细观察, 如实记录实验现象和实验数据。
5. 实验过程中注意节约水、电、试剂和各种消耗品, 爱护仪器设备和实验室的各种设施。如果损坏仪器设备应及时向实验指导老师报告, 并按照有关规定办理相应赔偿手续。
6. 实验结束时对使用过的仪器设备填写使用记录, 认真整理, 打扫实验室, 保持实验室的清洁卫生。
7. 实验记录应交给实验指导老师审阅签字, 经实验指导老师同意后方可离开。
8. 实验结束后学生应按时完成实验报告, 应按实验记录认真如实撰写, 做到字迹工整, 图表绘制清晰规范。

实验室守则

1. 实验室人员要认真学习政治理论、钻研实验技术。在实验室主任指导下, 团结互助, 努力完成教学、科研、实验室建设和管理等任务。
2. 实验室应开出教学计划或大纲要求和必修实验课, 课前认真备课, 课上细心指导, 培养学生科学实验能力, 训练严格的科学态度和作风。教育学生爱护国家财产, 精心使用和保管仪器设备。
3. 加强仪器设备和器材的管理, 保证账、卡、物相符。定期进行保养、维修、检验, 保持仪器设备完好和实验数据的准确、可靠。
4. 做到安全生产、文明实验, 实验后或下班前应组织好仪器设备和场地的整理等恢复工作, 做好电、水、气、汽、药品及门窗的检查, 防止发生事故。经常保持室内外环境的文明整洁, 注意节约能源。

实验安全守则

1. 学生在实验前必须了解实验中的安全注意事项, 了解实验中所用试剂的特性和

仪器设备的使用方法，并牢记操作的安全注意事项。实验开始前，指导老师应重申实验中应特别注意的安全事项，指出其正确的安全操作方法。

2. 水、电一经使用完毕需立即关闭。

3. 使用电器时，要防止人体与电器导电部位直接接触，不能用湿手或手握湿物接触电源插头。各带电设备的全部外壳等应连接地线，实验完毕立即切断电源。

4. 使用易燃、易爆药品时要远离明火并防止各种火星产生，用毕立即按照规范封存，需点燃的气体要了解其爆炸极限，先检验并确保其纯度。

5. 有强烈腐蚀性的药品如浓酸、浓碱等，使用时切忌溅在衣物或身体上。

6. 接触有毒药品时需戴橡皮手套，操作完毕立即洗手。切忌将有毒药品接触身体，尤其是伤口处。产生有刺激性或有毒气体的实验操作必须在通风橱内进行。

7. 绝对不允许随意混合各种化学药品，以免发生意外。要严格遵守药品尤其是危险品的开启、取用、稀释、混合、研磨、存放等各种操作的规程。一旦有药品尤其是危险品洒落在桌上或地上，要尽可能地收集起来，采取正确措施对残留物进行处理，同时报告指导老师。

8. 对于特殊材料的处理，应在指导老师的指导下，利用特定的处理方法进行处理，不得随意自行处理，甚至随便丢弃或倾倒。

9. 所有药品不得携带出室外，剩余的危险品要交还老师，实验完毕必须洗净双手。指导老师和实验员在锁门前要检查水、电、气等是否关闭。

10. 在实验过程中，如发生安全事故，应立即报告老师，并采取适当措施。

制药工程专业实验报告

实验名称： _____

学生姓名： _____ 同组人： _____

实验地点： _____

实验时间： _____

班级、学号： _____ 级 _____ 班 _____

指导教师： _____

实验成绩： _____

□□□□大学□□□□学院□□□□系

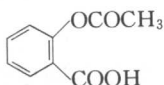
实验报告应包括以下内容。

1. 实验目的及要求。
2. 实验原理：含过程原理，仪器、仪表原理，设备原理等。
3. 实验设备与材料：设备名称、型号，试剂药品名称、规格等。
4. 实验流程：应有流程简图及叙述，以实际实验过程为准。
5. 实验现象及数据记录：应对实验中观察到的现象进行记录，并完整、准确地记录各种实验数据。
6. 数据处理及结论：写明数据处理之原理、公式、计算过程，得出合理的结论。
7. 结果分析及讨论：应对实验中所获得各种图表和数据进行分析，并用所学专业知
识给予充分、合理的解释或说明。
8. 实验中问题及思考：对实验中存在的问题找出改进方法，或提出自己的一些新
见解。

第 1 部分 化学制药

实验 1-1 阿司匹林的制备

阿司匹林 (Aspirin) 的化学结构式为:



化学名: 2-(乙酰氧基) 苯甲酸, 又称乙酰水杨酸。

分子式: $C_9H_8O_4$, 相对分子质量: 180.16

性状: 白色针状或片状结晶, 无臭或微带醋酸臭, 味微酸, 遇湿气缓慢分解。熔点 $135\sim 140^{\circ}\text{C}$ 。易溶于乙醇, 可溶于三氯甲烷、乙醚, 微溶于水。

早在 18 世纪人们就从柳树皮中提取出具有止痛、退热、抗炎的一种化学物质——水杨酸。但是由于水杨酸严重刺激口腔、食道和胃壁黏膜从而限制了其应用。为了克服这一缺点, 人们在水杨酸分子中引入了乙酰基, 即制备了乙酰水杨酸, 又名阿司匹林 (Aspirin)。

阿司匹林是一类解热镇痛药, 用于治疗头疼、牙痛、肌肉痛、神经疼、关节疼等慢性钝痛及伤风、感冒、发烧等疾病, 对风湿热及活动型风湿性关节炎等病疗效显著, 是一种首选药物。近年的实验表明它还可以抑制血小板中血栓素 $A_2(TXA_2)$ 的合成, 已知 $A_2(TXA_2)$ 有强大的血小板聚集及血栓形成的作用。高浓度阿司匹林能够抑制血管壁中环氧酶, 减少 $A_2(TXA_2)$ 的合成, 因而有抗血小板聚集及血栓形成的作用, 其治疗范围又进一步扩大到预防血栓形成, 治疗心血管疾患, 并有望发展成为心血管系统疾病的预防药。其主要副反应是会引起幽门痉挛及会引起刺激胃黏膜的胃肠道反应, 长期服用有可能导致胃肠道出血。由于粗阿司匹林中会含有水杨酸及其他水杨酸衍生物如乙酰水杨酸酐、乙酰水杨酰水杨酸酯等, 这些杂质具有免疫活性, 可能导致服用阿司匹林的过敏反应, 因此需要进行限量检查。

一、实验目的

- 通过阿司匹林的合成, 掌握酯化反应和精制原理及基本操作。
- 熟悉药物合成实验装置的安装及使用。
- 掌握水杨酸的限量检查方法。

二、实验内容

(1) 水杨酸与醋酐反应合成阿司匹林。

(2) 阿司匹林粗品精制。

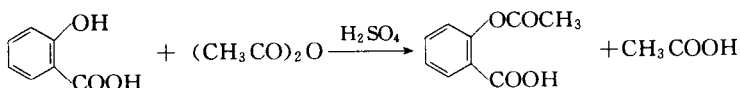
(3) 水杨酸的限量检测。

三、实验时间

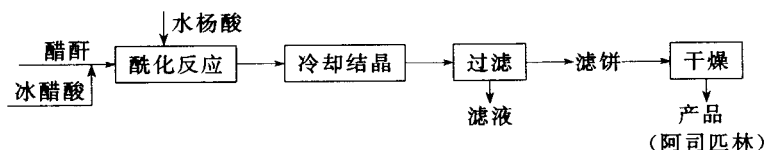
步骤	所需时间/h
酯化反应	1.5
粗品精制	4
水杨酸限量检测	0.5

四、实验原理

阿司匹林的合成是以水杨酸为原料，在硫酸催化下，用醋酐乙酰化制得。



工艺流程



五、实验材料与设备

1. 实验设备与仪器

药物合成实验装置^①、电子天平、熔点仪。

2. 实验试剂与材料

水杨酸、冰醋酸、乙醇、浓盐酸、醋酐、浓硫酸、硫酸铁铵，活性炭；

烧杯、玻璃棒、量筒、移液管、容量瓶、吸球、滴管、称量纸、牛角勺。

3. 实验前准备

水杨酸对照液的配制：精密称取水杨酸 0.1g，加少量水溶解后，加入 1mL 冰醋酸，摇匀。加适量冷水，制成 1000mL 溶液，摇匀。精密吸取 1mL，加入 1mL 乙醇，48mL 水，及 1mL 新配制的稀硫酸铁铵溶液，摇匀。

稀硫酸铁铵溶液的配制：取 1mol/L 盐酸溶液 1mL，加硫酸铁铵指示液 2mL（取硫酸铁铵 8g 加水 100mL 使溶解即得）后，加适量冷水，制成 100mL 溶液，摇匀。

六、实验步骤

实验装置流程见图 1-1。

^① 天津大学化工基础实验中心制造，包括：玻璃夹套反应釜、玻璃夹套精制釜、活性炭吸附罐、不锈钢温水槽、不锈钢冰水槽、不锈钢乙醇槽、不锈钢回流冷凝器、不锈钢气液分离器、不锈钢真空缓冲罐、旋片式真空泵、超级恒温循环器、搅拌电机、螺旋桨式搅拌器。

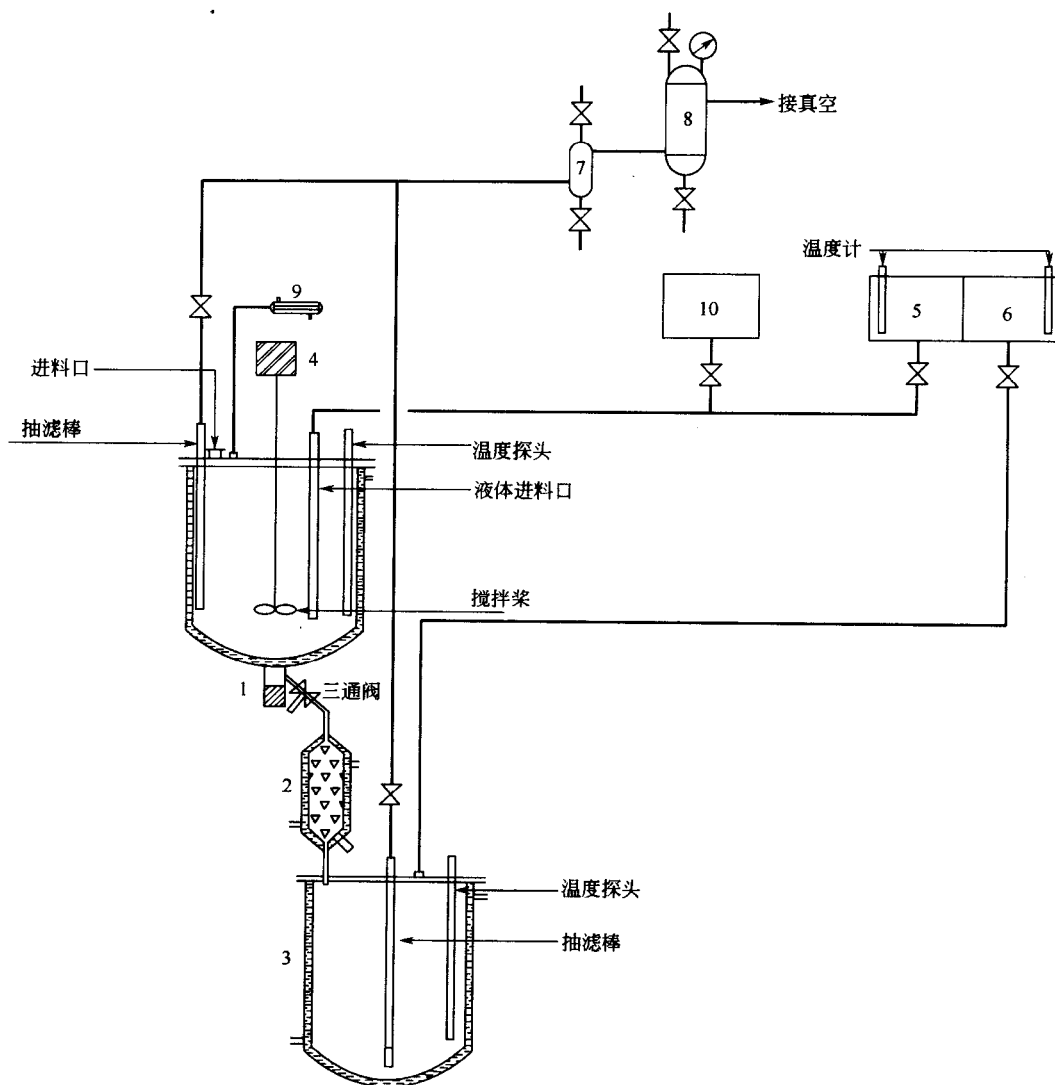


图 1-1 药物合成实验装置流程

1—反应釜；2—活性炭吸附罐；3—精制釜；4—搅拌电机；5—冰水槽；

6—溫水槽；7—氣液分離器；8—真空緩沖罐；9—回流冷凝器；10—乙醇槽

1. 酯化

(1) 温水槽、冰水槽中均按用量加入纯水，开启水温控制，至所需温度备用。

(2) 从反应釜进料口依次按量加入干燥的水杨酸 40g, 醋酐 65mL, 浓硫酸 3mL。

搅拌，混合均匀。

(3) 开启恒温循环器加热, 至反应釜中温度为 $70\sim 75^{\circ}\text{C}$ 时向回流冷凝器中通入冷却水。

(4) 搅拌下保温约 1h 左右 (用 8.5% 的 FeCl_3 溶液检测不得呈紫色)。

(5) 停止搅拌及保温，稍冷，向反应釜中加入冰水 300mL。

(6) 搅拌 15min, 抽滤, 得粗品。

2. 精制

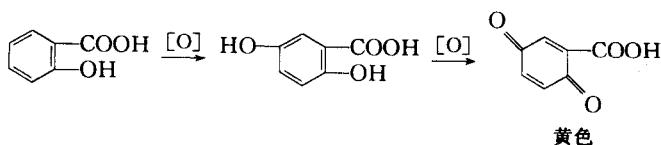
- (1) 调节恒温循环器加热, 使反应釜中温度达到 60℃。
- (2) 向反应釜中加入 100mL 乙醇, 搅拌, 至阿司匹林全部溶解。
- (3) 打开釜底放液三通阀, 使釜内料液流经活性炭吸附罐后进入精制釜。
- (4) 向精制釜中加入 300mL 温水 (40~50℃)。
- (5) 调节恒温循环器温度至 5~8℃, 使精制釜冷却结晶 (析出白色结晶)。
- (6) 结晶完全后, 抽滤, 并用少量冰水洗涤后并抽去水分。
- (7) 调节恒温循环器温度至 60℃, 开启真空, 进行真空干燥。
- (8) 取出产品, 称重、测熔点。

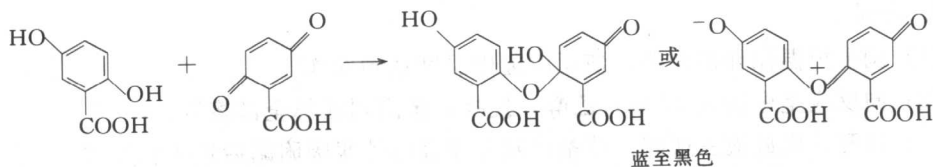
3. 水杨酸限量检查

取阿司匹林 0.10g, 加乙醇 1mL 溶解后, 加冷水适量, 制成 50mL 溶液。立即加入 1mL 新配制的稀硫酸铁铵溶液, 摇匀; 30s 内如显色, 与对照液比较不得更深, 水杨酸的限量为 0.1%。

七、注意事项

- (1) 小心安装、使用设备, 特别是不要打碎玻璃仪器。
- (2) 水杨酸应当预先干燥, 乙酸酐也应是新蒸的并且纯度较高; 取用浓硫酸、乙酸酐的量筒和反应器等也应干燥。
- (3) 冰醋酸、结晶母液以及 FeCl_3 水溶液均系酸性液体, 对皮肤以及眼睛具有刺激性和腐蚀性, 应避免与皮肤直接接触, 不慎沾上时, 应及时用大量清水冲洗。
- (4) 醋酐具有催泪性和腐蚀性, 取用时必须带乳胶手套并在通风橱中进行, 不慎沾上时, 应及时用大量清水冲洗。
- (5) 在初始加料混合时, 水浴应为室温, 或控制水温在 30℃ 下, 以防止反应剧烈而冲料。
- (6) 反应温度不宜过高, 时间也不要太长, 否则会增加副产物的生成。
- (7) 用溶剂重结晶时溶液不宜加热过久, 也不宜采用高沸点溶剂。因为乙酰水杨酸容易受热分解。
- (8) 乙酰水杨酸受热后容易分解, 分解温度为 128~135℃。熔点较难测定, 在测定熔点时, 可以先将热载体加热到 120℃ 左右后再放入样品测定。
- (9) 水杨酸原料中可能混有苯酚等杂质, 在制备阿司匹林过程中会产生乙酰苯酯和阿司匹林苯酯, 它们在碳酸钠中不溶, 故应检查阿司匹林在碳酸钠中的不溶性杂质。
- (10) 本品在制备过程中, 会由于反应不完全而带入未反应的水杨酸; 在成品储存过程中, 也会发生酯基的水解而产生水杨酸。水杨酸的存在不仅增加了对人体胃肠道的刺激, 而且还较易氧化生成一系列醌式有色物质, 这是阿司匹林不稳定变色的主要原因。





八、实验报告内容

- (1) 实验名称、实验目的、实验原理。
- (2) 实验记录：时间、操作步骤、现象、温度等，并记录熔点、最终产品质量及计算收率。
- (3) 实验结果与讨论。

参考文献

- 1 尤启冬. 药物化学. 北京：化学工业出版社，2003. 179~180
- 2 刘文英主编. 药物分析. 北京：人民卫生出版社，2000. 99~100
- 3 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2000 年版二部. 北京：化学工业出版社，2000. 327~328
- 4 郑虎主编. 药物化学. 北京：人民卫生出版社，2003. 182~185.

思考题

1. 向反应液中加入少量浓硫酸的目的是什么？
2. 本反应可能发生哪些副反应？产生哪些副产物。
3. 阿司匹林产品精制选择溶媒依据什么原理？
4. 讨论反应终点控制的原理及目的。
5. 写出自己在实验中的一些体会，为了提高产品纯度和产率可以进行哪些改进？

(天津大学 曲红梅

河北科技大学 康怀萍

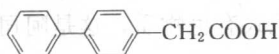
河北工业大学 李梦青

合肥工业大学 姚日生 邓胜松)

实验 1-2 联苯乙酸的制备

联苯乙酸 (Felbinac) 的化学名为 1,1'-Biphenyl-4-acetic acid。

化学结构式：



分子式：C₁₄H₁₂O₂，相对分子质量：212.24

联苯乙酸为白色针状结晶或结晶性粉末。溶于二氯甲烷、三氯甲烷和 DMF，不溶于乙醚、水。熔点 163~165℃。