

# 药物化学实验讲义

〔药剂专业用〕

药物化学教研室

# 目 录

- |     |                    |       |
|-----|--------------------|-------|
| 实验一 | 镇静催眠、抗癫痫和安定药物的鉴定   | 1-5   |
| 实验二 | 抗生素的鉴定             | 6-12  |
| 实验三 | 几种有机药物的氧化还原性实验     | 13-17 |
| 实验四 | 薄层层析法检查普鲁卡因溶液稳定性实验 | 18-20 |
| 实验五 | 苯妥因钠的制备            | 21-25 |
| 实验六 | 硝酸脱水山梨醇的合成         | 26-29 |
| 实验七 | 地巴唑的合成             | 30-39 |
| 实验八 | 扑热息痛的制备            | 40-42 |

# 实验一. 镇静催眠、抗癫痫和安定药物的鉴定

## 一. 实验目的

熟悉常见的几种CNS药物的主要性质和鉴定方法。

## 二. 实验操作

### (一). 丙二酰脲

#### 1. 铜盐反应

取供试品约50 mg, 加吡啶溶液(1→10) 5 ml, 溶解后, 加铜吡啶试液1 ml, 观察现象。

苯巴比妥      紫色

苯妥因钠      兰色

硫喷妥钠      绿色

安尔      无色

#### 2. 银盐反应:

取苯巴比妥和苯妥因钠各约0.1g分别于试管中, 加 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 试液1 ml与水10 ml, 振摇2分钟, 滤过, 滤液中逐渐加入 $\text{AgNO}_3$ 试液, 即产生白色沉淀。振摇, 观察现象。继续滴加过量的 $\text{AgNO}_3$ 试液, 再观察现象。

### 三). 苯巴比妥类C5取代基的反应。

1. 取苯巴比妥约10 mg, 加 $\text{H}_2\text{SO}_4$  2滴及亚硝酸, 1

钠约5mg, 混合, 即显橙黄色, 随即转橙红色。

2. 取苯巴比妥约50mg, 置试管中, 加甲醛试液1ml, 加热煮沸, 冷却, 沿管壁缓缓加入 $H_2SO_4$  0.5ml, 使成两层, 置水浴中加热, 界面显玫瑰红色。

3. 分别于两个试管中, 取丙烯巴比妥约10mg, 分别滴加溴水和高锰酸钾试液, 观察现象。

### (三) 苯并二氮杂萘类

1. 取利眠宁约50mg, 加稀HCl溶解后, 煮沸数分钟, 使其水解。冷却后的溶液分别做重氮化偶联和Schiff碱试验。

2. 取安定重复上述实验。

3. 取安定的水解液的一部分, 以NaOH中和, 加三酮试液, 加热后, 观察颜色变化。

4. 将硝基安定按上述水解, 过滤, 取滤液进行"3"的实验。

5. 取安定10mg, 溶于 $H_2SO_4$ 后, 置紫外灯下观察荧光。

6. 取安定10mg, 溶于稀HCl后, 加碘化铋钾液, 生成桔红色沉淀。

7. 取供试品的甲醇液一点于滤纸上，将其于溴蒸汽下几分钟，在  $UV\ 254\ nm$  下观察荧光。

安字

深黄荧光

去甲羟安定

亮兰色荧光

利眠定

紫红荧光

硝基安定

棕红色荧光

8. 取一根  $Cu$  丝，沾取利眠定和安字的甲醇液，燃烧，发出绿色火焰。

#### (四)、苯并噻嗪类

1. 取供试品  $10\ mg$ ，加水  $1\ ml$ ，加  $HNO_3$  5滴，观察现象。

2. 取供试品  $10\ mg$ ，加水  $1\ ml$ ，加  $H_2SO_4$  5滴，观察现象。

3. 取供试品  $10\ mg$ ，加水  $1\ ml$ ，加溴水 5滴，

加热至沸，观察现象。

4. 取供试品 10 mg，加水 1 ml，加  $FeCl_3$  试液，观察现象。

5. 取供试品 10 mg，加  $HCl$  1 ml，加过氧化氢数滴，加热至  $80^\circ C$ ，观察现象。

显色 药品	$H_2SO_4$	$HNO_3$	溴水	$FeCl_3$ 试剂	过氧化氢
盐酸丙嗪	放置 5 分钟 后橙色		棕红色		
盐酸乙丙嗪	桃红色，放置 变深。	红色沉淀，加 热溶解而变黄色	暗樱红色。		
盐酸氯丙嗪	同上	红色变淡黄色	鲜绯红色。	红色。	

显色 药品	氧化剂 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	HNO <sub>3</sub>	溴水	FeCl <sub>3</sub> 试剂	过氧化氢
奋乃静	红色， 加热变深。				深红， 放置 失
吐立抗		兰色，后 转为红紫 色			
氟奋乃静	桃红色 (甲醇液)， 再加一滴 硫酸铁 铵试液 变为红 紫色。				
盐酸三氟拉嗪		微带红色 的白色沉 淀，放置 后红色加 深，加热 后变为黄 色。	棕色， 变成淡桃 红色。	琥珀色	

## 实验二、抗生素的鉴定

### 一、实验目的:

熟悉常见的几种抗生素药物的主要性质鉴别方法。

### 二、实验操作:

#### (一) 青霉素G-Na:

1. 取本品0.4%水溶液10滴,加盐酸羟胺饱和醇溶液10滴,1N KOH 5滴,在沸水溶液加热数分钟,放冷,加1N HCl 5滴及 $FeCl_3$ 试液1~2滴(勿多加),即显紫红色。

2. 取本品约0.1g,加蒸馏水5ml溶解后,加HCl 2滴,即产生白色沉淀。此沉淀能在乙醇、 $CHCl_3$ 、乙醚或过量的HCl中溶解。

3. 取本品约20mg,炽灼灰化后,残渣加蒸馏水数滴与HCl 1滴,滤过,用铂丝沾取滤液,在无色火焰中燃烧,

6 火焰即显鲜黄色。



4. 取供试品2mg置试管中,用0.05ml水润湿,加入浓 $H_2SO_4$ 2ml,摇匀,观察现象(即溶液颜色变化),将试管浸入沸水浴中1分钟,再观察颜色变化。

5. 取供试品2mg置试管中,用硫酸-甲醛代替步骤4中的浓 $H_2SO_4$ ,重复实验,观察溶液颜色变化。

表:青霉素和头孢霉素与 $H_2SO_4$ 及 $H_2SO_4-HCHO$ 的显色反应结果

显色 药品	试剂 $H_2SO_4$	$H_2SO_4$ 100℃ 加热1分钟后	$H_2SO_4$ -甲醛	$H_2SO_4$ -甲醛 100℃热1分钟
氨苄青霉素	几乎无色	几乎无色	几乎无色	暗黄
苯星青霉素	几乎无色	几乎无色	几分钟后出现棕黄色	红棕色
双氯青霉素	几乎无色	" " " "	淡绿黄色	淡黄色
羧甲基青霉素	" " " "	" " " "	棕红色	暗红色
头孢菌素IV	" " " "	淡黄色	淡黄色	黄色
头孢菌素II	淡黄色	几乎无色	红色	棕红
噻孢霉素	黄色	棕粉红色	红色	棕红

## (二). 氨基甙类:

### 1. 茚三酮反应:

(1). 分别取硫酸链霉素、硫酸庆大霉素、硫酸卡那霉素 5mg 于试管中, 加蒸馏水 1ml, 溶解后, 加茚三酮的水饱和正丁醇溶液 (1:1000) 1ml 与吡啶 0.5ml, 在沸水浴上加热 5 分钟, 观察颜色变化。

### (2). N-甲基葡萄糖苷反应:

分别取链霉素、庆大霉素、卡那霉素约 50mg 于试管中, 加 1ml 水溶解后, 加 1N HCl 2ml, 在水浴中加热 10 分钟, 加 2M NaOH 2ml 与 2% 乙酰丙酮的水溶液 1ml, 置水浴中加热 5 分钟, 冷却后加对二甲基氨基苯甲酰试液 1ml, 观察颜色变化。

### (3). 麦芽酚反应:

取链霉素约 20mg, 加水约 5ml 溶解后, 加氯化 8. 钠试液 0.3ml, 置水浴上加热 5 分钟, 加酸铁铵

试液 0.5 ml, 即显紫红色。

(4). 取链霉素约 0.5 mg, 加蒸馏水 4 ml, 溶加氢氧化钠试液 2.5 ml 与 0.1% 8-羟基喹啉的丙酮溶液 1 ml, 放冷至 15°C, 加次酸钠试液 3 滴, 即显橙红色。

### (三). 四环素类

#### (1). 与浓 $H_2SO_4$ 反应

取本品 0.5 mg, 加浓  $H_2SO_4$  2 ml, 观察颜色变化。

四环素      深紫色

金霉素      兰色 → 绿色

土霉素      朱红色

强力霉素      黄色

甲烯土霉素      橙红色

(2). 三氯化铁反应:

取样品0.5mg, 加入  $FeCl_3$  试液几滴, 观察颜色变化。

四环素 红棕色

金霉素 深褐色

土霉素 橙褐色

强力霉素 褐色

(3) 荧光反应:

A: 取样品数mg, 加浓HCl 2ml, 1分钟后在紫外灯下观察。

四环素:

金霉素:

土霉素:

强力霉素

B. 取本品数mg, 加少量蒸馏水溶解, 加热后  
再观察。

四环素:

金霉素:

土霉素

强力霉素:

(四) 氧霉素:

1. 取本品50mg, 加吡啶5ml, NaOH试液5ml,  
混匀, 置沸水浴中, 加热数分钟, 吡啶显深红色。

2. 取本品10mg, 加稀乙醇1ml, 溶解后加氯化钙溶液(1→100)3ml, Zn粉50mg, 置水浴上加热10分钟, 倾取上清液, 加无水乙酸钠0.1g与苯甲酰氯2滴, 立即用力振摇1分钟, 加 $FeCl_3$ 试液0.5ml, 必要时可加稀HCl适量使上层液澄清 紫红或紫色。按同一方法不加Zn粉试加以比较。

3. 取本品 50 mg, 加乙醇 NaOH 试液 2 ml 溶解, 防止乙醇散失, 在水浴上加热 15 分钟, 溶液显氯化物的鉴别反应。

#### (五)、红霉素:

1. 取本品 5 mg, 加  $H_2SO_4$  2 ml, 缓缓振摇, 即显红棕色。

2. 取本品 3 mg, 加丙酮 2 ml 溶解后, 加盐酸 2 ml, 即显橙黄色, 渐变为紫色, 再加  $CHCl_3$  2 ml, 振摇,  $CHCl_3$  层显兰色。

#### 思考题:

写出本实验各药物部分鉴定中所利用的基团名称及结构式。

## 实验三：几种有机物药物的氧化还原性实验

### 一、实验目的

通过本次实验以加强学生对药房工作中采取防止药物氧化还原措施重要性的认识。

### 二、实验操作

#### (一) 供试液的准备

配制下列药物适当量：

1. 1% 水杨酸钠水溶液
2. 1% 间苯二酚水溶液
3. 1% 安乃近水溶液
4. 1% 异烟肼水溶液
5. 1% 抗坏血酸水溶液
6. 0.05% 依色林水溶液
7. 0.1% 肾上腺素水溶液

(二) 分别取上述试液各 2 ml，置于 7 支小试管中，加

入3%过氧化氢试液5滴，将7支试管同时置水浴中加热，在不同时间内观察各管颜色变化，并记录结果。

颜色变化 药物	反 应 时 间				
	0分	5分	10分	30分	60分
水杨酸钠					
间苯二酚					
安乃近					
异烟肼					
抗坏血酸					
依色林					
肾上腺素					

结论: \_\_\_\_\_



(三). 按下述步骤进行试验:

1. 取试管6支, 分别装入水杨酸钠溶液各(加塞并编号).
  2. 取1号试管在光源(日光或电灯光)下直接照射(或拔去塞子, 暴露于空气中).
  3. 取2号试管在光源下直接照射, (或拔去塞子暴露空气中), 并置于水浴上加热。
  4. 取3号试管加入3%过氧化氢试液5滴。
  5. 取4号试管加入2%亚硫酸氢钠溶液2ml, 再加入3%过氧化氢试液5滴。
  6. 取5号试管, 加入 $\text{Cu}^{2+}$ 试液(0.2 mg/ml) 1滴, 再加入3%过氧化氢试液5滴。
  7. 取6号试管, 加入 $\text{Cu}^{2+}$ 试液1滴及EDTA试液(1 mg/ml) 1ml, 再加入3%过氧化氢试液5滴。
- 将2~6号试管同时置水浴上加热, 观察7支试