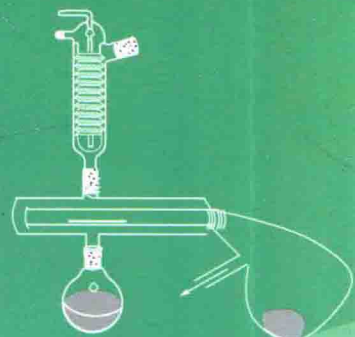
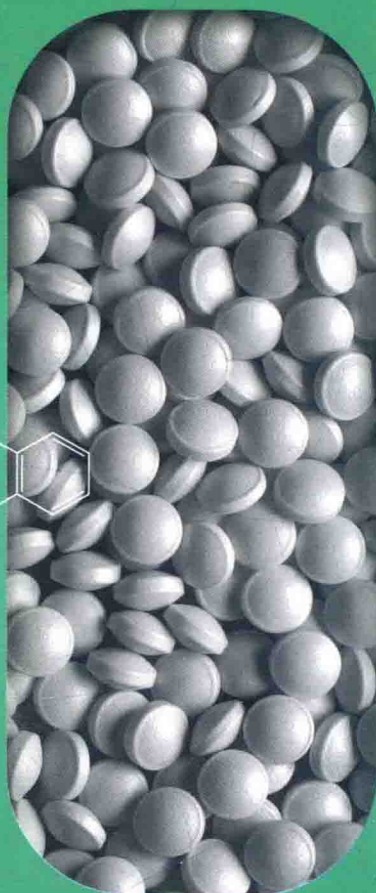
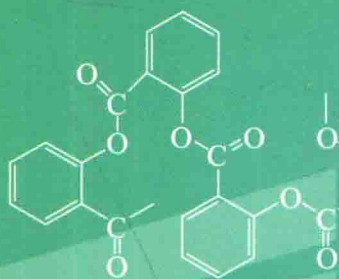




普通高等教育“十二五”规划教材

药物合成反应实验

金英学 谭广慧 李淑英 编



化学工业出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

药物合成反应实验

金英学 谭广慧 李淑英 编



化学工业出版社

· 北京 ·

药物合成反应实验是制药工程专业的重要课程,对培养学生实践创新能力起着至关重要的作用。本书精心选择了有代表性、有典型性的药物合成实验 32 个以及必须掌握的药物合成反应实验一般知识、基本操作和实验技术、常用溶剂的纯化及毒性等内容。

本书不仅可作为制药工程专业及相关专业学生的教材,也可作为从事药物合成相关技术人员的参考书。

图书在版编目 (CIP) 数据

药物合成反应实验/金英学,谭广慧,李淑英编.

北京:化学工业出版社,2014.7

普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-20732-6

I. ①药… II. ①金… ②谭… ③李… III. ①药物化学-有机合成-化学实验-高等学校-教材 IV.
①TQ460.3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 104394 号

责任编辑:赵玉清 马波
责任校对:王静

文字编辑:向东
装帧设计:尹琳琳

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印 装:化学工业出版社印刷厂
710mm×1000mm 1/16 印张10½ 字数160千字
2014年9月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:22.00元

版权所有 违者必究

前 言

药物合成反应实验是制药工程专业的重要课程。制药工程专业是在工程和药学基础上建立的新专业，在办学模式和培养方向等方面还处于探索阶段，还没有突出成功的模式和可以全方位借鉴的经验。教材建设上同样存在很大的差别，在本课程的教学实践中我们感受到迫切需要恰当的教材供实验教学使用，在此背景下我们根据药物合成反应实验教学大纲，结合多年实验教学经验，编写了这本实验教材。

本书包括四章。第1章为药物合成反应实验一般知识。第2章为基本操作和实验技术。第3章为实验部分，收集了32个实验，每个实验一般安排4~6学时，其中有些实验内容是相互关联的，前一个实验产物是下一个实验的原料，目的是引起学生的重视和激发学习兴趣，同时节省实验药品开支。实验内容包含了化学药物合成实验，还有天然物的分离提纯。第4章为常用溶剂的纯化及毒性。溶剂是合成反应的重要媒介，了解溶剂的理化性质，掌握溶剂的纯化方法十分重要。附录，主要列出了人名反应的英汉对照表和常用试剂的中英文编写，以方便读者查阅。化学试剂的英汉对照表。

本书由哈尔滨师范大学金英学，谭广慧，李淑英共同编写。第一章的1.1~1.4节（0.8万字）由金英学编写；第一章的1.5节、第二章、第三章（7.4万字）由谭广慧编写；第四章（5.2万字）由李淑英编写；附录（1.6万字）由金英学、于沙沙、梁波颖、董超编写。郭刚、方雯对个别实验进行了重复验证实验，并协助确定了每个实验的药品和溶剂的用量。

本书是在哈尔滨师范大学化学化工学院制药工程专业多年教学经验基础上编写的，得到了哈尔滨师范大学优秀教材资助项目支持，以及化学化工学院省级重点学科建设项目资助。感谢哈尔滨师范大学教务处郭崇林、袁桂婷、化学化工学院曲凤玉等的大力支持。

鉴于作者水平，书稿中不妥之处，敬请广大读者指正。

编者

2014年2月

目 录

第 1 章 药物合成反应实验一般知识	1
1.1 实验室规则	1
1.2 实验室安全知识	2
1.3 合成仪器的装配和洗涤	6
1.4 实验预习、实验记录和实验报告的基本要求	9
1.5 常用工具书与文献	10
第 2 章 基本操作和实验技术	17
2.1 加热和冷却	17
2.2 干燥与干燥剂	20
2.3 搅拌与搅拌器	25
2.4 熔点的测定	26
2.5 蒸馏和沸点的测定	27
2.6 分馏	28
2.7 减压蒸馏	31
2.8 水蒸气蒸馏	35
2.9 萃取	37
2.10 重结晶提纯法	38
2.11 色谱法	42
第 3 章 实验部分	54
3.1 乙酰苯胺的制备	54
3.2 对硝基乙酰苯胺的制备	55
3.3 2,4-二氯乙酰苯胺的制备	56
3.4 丙酰氯的制备	57
3.5 苯丙酮的制备	58

3.6	呋喃丙烯酸制备	59
3.7	对硝基苯甲醛制备	60
3.8	间硝基苯甲醛制备	61
3.9	苯亚甲基苯乙醛酮(查尔酮)制备	62
3.10	阿司匹林的制备	63
3.11	二苯甲醇制备	66
3.12	对硝基苯甲酰- β -丙氨酸制备	67
3.13	2-巯基-4-甲基-6-羟基嘧啶制备	68
3.14	对硝基苯甲酸制备	69
3.15	对硝基苯甲酸乙酯制备	71
3.16	对氨基苯甲酸乙酯制备	72
3.17	对硝基肉桂酸制备	73
3.18	<i>N</i> -(4-甲基苯磺酰基)-邻氨基苯甲酸甲酯制备	74
3.19	α -溴代丙酰甘氨酸制备	75
3.20	2-亚氨基-4-噻唑酮制备	76
3.21	2,4-噻唑二酮制备	77
3.22	苯妥英钠的合成	78
3.23	磺胺醋酰钠制备	81
3.24	桂皮酰哌啶制备	83
3.25	烟酸制备	86
3.26	香豆素-3-羧酸的合成	88
3.27	苯佐卡因的合成	90
3.28	阿魏酸哌嗪盐和阿魏酸川芎嗪盐的合成	93
3.29	盐酸普鲁卡因制备	95
3.30	维生素 K ₃ 制备	98
3.31	大孔吸附树脂分离皂苷	100
3.32	大枣中多糖的提取	102
第4章	常用溶剂的纯化及毒性	104
4.1	溶剂的纯化	104

4.2 关于毒性、危害性化学药品的知识	110
4.3 常见溶剂的理化性质及毒性	113
附录	146
一、常用符号及缩略语表	146
二、重要化学试剂英汉对照表	148
三、部分人名反应英汉对照表	161
参考文献	162

第 1 章 药物合成反应

实验一般知识

1.1 实验室规则

为了保证实验的正常进行，培养良好的实验习惯，并保证实验室的安全，学生必须严格遵守化学实验室的规则。

① 切实做好实验前的准备工作。实验前的准备工作，包括预习、找全所需要的器材。通过预习实验内容，了解本实验所涉及的药品和溶剂的性质，从而在实验中确保做到安全使用。

② 进入实验室时，应熟悉实验室环境、灭火器材、急救药箱的放置地点和使用方法。严格遵守实验室的安全守则和每个具体实验操作中的安全注意事项。若发生意外事故，应及时处理并报请老师进一步处理。

③ 实验时应遵守纪律，保持安静。要集中精神，认真操作，细致观察，积极思考，忠实记录，不得擅自离开。

④ 遵从教师的指导，按照实验教材所规定的步骤、仪器及试剂的规格和用量进行实验。若要更改，须征求教师同意后，才可改变。

⑤ 保持实验室的整洁。暂时不用的器材，不要放在实验台上。污水、污物、残渣、火柴梗、废纸、塞芯和玻璃片等应分别放在指定的地点，不得乱丢，更不得丢入水槽；废酸、废碱和废溶剂应分别倒入指定的容器中统一处理。

⑥ 爱护公共仪器和工具，应在指定的地点使用，并保持整洁。要节约用水、电、煤气和药品。如有仪器损坏要办理登记换领手续。

⑦ 实验完毕离开实验室时，应把水、电和煤气等开关关闭。清洁实验仪器，打扫实验室，清理废物容器。

1.2 实验室安全知识

由于药物合成反应实验所用药品多数是有毒、可燃、有腐蚀性或有爆炸性的，所用的仪器大部分是玻璃制品，所以切忌粗心大意。防止如割伤、烧伤乃至火灾、中毒或爆炸等事故。必须认识到化学实验室是潜在危险的场所，然而，只要重视安全问题，提高警惕，实验时严格遵守操作规程、加强安全措施，事故是可以避免的。下面介绍实验室的安全守则和实验室事故的预防和处理。

1.2.1 实验室的安全守则

① 实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确，在征得指导教师同意之后，才可以进行实验。

② 实验进行时，不得离开岗位，要注意反应进行的情况及装置有无漏气和损坏现象。

③ 当进行有可能发生危险的实验时，要根据实验情况采取必要的安全措施，如戴防护眼镜、面罩或橡胶手套等，但不能戴隐形眼镜。

④ 使用易燃、易爆药品时，应远离火源。实验试剂不得入口。严禁在实验室吸烟或吃食物、饮品。实验结束后要细心洗手。

⑤ 熟悉安全用具如灭火器材、沙箱以及急救药箱的放置地点和使用方法，并妥善保管。安全用具和急救药品不准移作他用。

1.2.2 实验室事故的预防

(1) 火灾的预防 实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的，着火是有机合成实验室常见的事故之一，应尽可能避免使用明火。

① 在操作易燃的溶剂时要特别注意，应远离火源，勿将易燃液体放在敞口容器中（如烧杯）直火加热，加热必须在水浴中进行，切勿使容器密闭。否则，会造成爆炸。当附近有露置的易燃溶剂时，切勿点火。

② 在进行易燃物质试验时，应养成先将酒精一类易燃物质搬开的习惯。

③ 蒸馏装置不能漏气，如发现漏气时，应立即停止加热，检查原因。

若因塞子被腐蚀时，则待冷却后，才能换掉塞子。接收瓶不宜用敞口容器如广口瓶、烧杯等，而应用窄口容器如锥形烧瓶等。从蒸馏装置接收瓶出来的尾气的出口应远离火源，最好用橡皮管引入下水道或室外。

④ 回流或蒸馏低沸点易燃液体时应注意：

a. 应放数粒沸石或素烧瓷片或一端封口的毛细管，以防止暴沸。若在加热后发现未放这类物质时，绝不能急躁，不能立即揭开瓶塞补放，而应停止加热，待被蒸馏的液体冷却后才能加入。否则，会因暴沸而发生事故。

b. 严禁明火加热。

c. 瓶内液量不能超过瓶容积的 2/3。

d. 加热速度宜慢，不能快，避免局部过热。总之，蒸馏或回流易燃低沸点液体时，一定要谨慎从事，不能粗心大意。

⑤ 用油浴加热蒸馏或回流时，必须避免由于冷凝用水溅入热油浴中致使油外溅到热源上而引起火灾的危险。通常发生危险的原因，主要是由于橡皮管套在冷凝管进水或出水口上不紧密、开动水阀过快、水流过猛把橡皮管冲出来，或者由于套不紧漏水。所以，要求橡皮管套入侧管时要紧密，开动水阀也要慢动作，使水流慢慢通入冷凝管内。

⑥ 当处理大量的可燃性液体、挥发性物质时，应在通风橱中或在指定的地方进行，室内应无火源。

⑦ 不得把燃着或者带有火星的火柴梗或纸条等乱抛乱掷，完全熄灭后丢入指定地点。否则，会发生着火或爆炸等危险。

(2) 爆炸的预防 在药物合成实验中，一般预防爆炸的措施如下。

① 蒸馏装置必须正确，不能造成封闭体系，应使装置与大气相连通；减压蒸馏时，要用圆底烧瓶做接收器，不可使用锥形烧瓶。否则，易发生破裂。

② 切勿使易燃易爆的气体接近火源，有机溶剂如醚类和汽油一类的蒸气与空气相混时极为危险，可能会由一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸。

③ 使用乙醚等醚类时，必须检查有无过氧化物存在，如果发现有过氧化物存在时，应立即用硫酸亚铁除去过氧化物。除去乙醚中过氧化物的方法详见第 4 章常用溶剂的纯化及毒性。使用乙醚时应在通风较好的地方

或在通风橱内进行。

④ 对于易爆的固体，如重金属乙炔化物、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等都不能重压或撞击，以免引起爆炸，对于这些危险的残渣，必须小心销毁。例如，重金属乙炔化物可用浓盐酸或浓硝酸使它分解，重氮化合物可加水煮使它分解等。

⑤ 卤代烷勿与金属钠接触，因反应剧烈易发生爆炸。钠屑须放于指定的地方。

(3) 中毒的预防 ① 剧毒药品应妥善保管，不许乱放，实验中所用的剧毒物质应有专人负责发放，并向使用毒物者提出必须遵守操作规程。实验后有毒残渣必须作妥善而有效的处理，不准乱丢。② 有些剧毒物质会渗入皮肤，因此，接触这些物质时必须戴橡胶手套，操作后应立即洗手，切勿让毒品沾及五官或伤口。例如，氰化钠沾及伤口后就会随血液循环至全身，严重的会造成中毒死伤事故。③ 在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行，使用后的器皿应及时清洗。在使用通风橱时，实验开始后不要把头伸入橱内。

(4) 触电的预防 使用电器时，应防止人体与电器导电部分直接接触，不能用湿手或用手握湿的物体接触电插头。为了防止触电，装置和设备的金属外壳等都应连接地线，实验后应切断电源，再将连接电源插头拔下。

1.2.3 事故的处理和急救

(1) 火灾的处理 实验室一旦发生失火，室内全体人员应积极而有序地参加灭火，一般采用如下措施：一方面防止火势扩展，立即关闭煤气灯，熄灭其他火源，拉开室内总电闸，搬开易燃物质；另一方面立即灭火。有机化学实验室灭火，常采用使燃着的物质隔绝空气的办法，通常不能用水。否则，反而会引起更大火灾。在失火初期，不能用口吹，必须使用灭火器、砂、毛毡等。若火势小，可用数层湿布把着火的仪器包裹起来。如在小器皿内（如烧杯或烧瓶内）着火，可盖上石棉板或瓷片等，使之隔绝空气而灭火，绝不能用口吹。

① 如果油类着火，要用砂或灭火器灭火，也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末。

② 如果电器着火，应切断电源，然后才用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火（注意：四氯化碳气有毒，在空气不流通的地方使用有危险！），因为这些灭火剂不导电，不会使人触电。绝不能用水和泡沫灭火器灭火，因为水能导电，会使人触电甚至死亡。

③ 如果衣服着火，切勿奔跑，而应立即在地上打滚，邻近人员可用毛毡或棉被一类东西盖在其身上，使之隔绝空气而灭火。

总之，当失火时，应根据起火的原因和火场周围的情况，采取不同的方法灭火。无论使用哪一种灭火器材，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。

(2) 玻璃割伤 玻璃割伤是常见的事故，受伤后要仔细观察伤口有没有玻璃碎粒，如有，应先把伤口处的玻璃碎粒取出。若伤势不重，先进行简单的急救处理，如涂上万花油，再用纱布包扎；若伤口严重流血不止时，可在伤口上部约10cm处用纱布扎紧，减慢流血、压迫止血，并随即到医院就诊。

(3) 药品的灼伤 ①酸灼伤：皮肤被酸灼伤时，立即用大量水冲洗，然后用5%碳酸氢钠溶液洗涤后，涂上油膏，并将伤口包扎好。眼睛被酸灼伤时，抹去溅在眼睛外面的酸，立即用水冲洗，用洗眼杯或将橡皮管套上水龙头用慢水对准眼睛冲洗后，即到医院就诊，或者再用稀碳酸氢钠溶液洗涤，最后滴入少许蓖麻油。衣服被溅上酸时，依次用水、稀氨水和水冲洗。地板溅上酸时，撒上石灰粉，再用水冲洗。②碱灼伤：皮肤被碱灼伤时，先用水冲洗，然后用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液洗涤，再涂上油膏，并包扎好。眼睛被碱灼伤时，抹去溅在眼睛外面的碱，用水冲洗，再用饱和硼酸溶液洗涤后，滴入蓖麻油。衣服被碱灼伤时，先用水洗，然后用10%醋酸溶液洗涤，再用氢氧化铵中和多余的醋酸，最后用水冲洗。③溴灼伤：如溴弄到皮肤上时，应立即用水冲洗，涂上甘油，敷上烫伤油膏，将伤处包扎好。如眼睛受到溴的蒸气刺激，暂时不能睁开时，可对着盛有酒精的瓶口注视片刻。

上述各种急救法，仅为暂时减轻疼痛的措施。若伤势较重，在急救之后应速送医院诊治。

(4) 烫伤 轻伤者涂以玉树油或鞣酸油膏，重伤者涂以烫伤油膏后即送医院诊治。

(5) 中毒 溅入口中而尚未咽下的毒物应立即吐出来,用大量水冲洗口腔;如已吞下时,应根据毒物的性质服解毒剂,并立即送医院急救。

① 腐蚀性毒物 对于强酸,先饮大量的水,再服氢氧化铝膏、鸡蛋清;对于强碱,也要先饮大量的水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒都需灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

② 刺激性及神经性毒物 先服牛奶或鸡蛋白使之缓和,再服用硫酸铜溶液(约 30g 溶于一杯水中)催吐,有时也可以用手指伸入喉部催吐后,立即到医院就诊。

③ 吸入气体中毒 将中毒者移至室外,解开衣领及纽扣。吸入少量氯气或溴气者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

1.2.4 急救用具

(1) 消防器材 泡沫灭火器、四氯化碳灭火器(弹)、二氧化碳灭火器、沙、石棉布、毛毡、棉胎和淋浴用的水龙头。

(2) 急救药箱 碘酒、双氧水、饱和硼酸溶液、1%醋酸溶液、5%碳酸氢钠溶液、70%酒精、玉树油、烫伤药膏、万花油、药用蓖麻油、硼酸膏或凡士林、磺胺药粉、洗眼杯、消毒棉花、纱布、胶布、绷带、剪刀、镊子、橡皮管等。

1.3 合成仪器的装配和洗涤

1.3.1 仪器的装配

仪器装配得正确与否,对于实验的成败有很大关系。第一,在装配一套装置时,所选用的玻璃仪器和配件都必须是洁净的,否则往往会影响产品的产量和质量。第二,所选用的器材要恰当。例如,在需要加热的实验中,如需选用圆底烧瓶时,应选用质量好的,其容积大小,应为所盛反应物占其容积的 1/2 左右为好,最多也不应超过 2/3。第三,装配时,应首先选好主要仪器的位置,按照一定的顺序逐个地装配起来,先下后上、从左至右。在拆卸时,按相反的顺序逐个拆卸。

仪器装配要求做到严密、正确、整齐和稳妥。在常压下进行反应的装

置，应与大气相通，不能密闭。铁夹的双钳内侧有橡皮或绒布，或缠上石棉绳、布条等。否则，容易将仪器损坏。

总之，使用玻璃仪器时，最基本的原则是切忌对玻璃仪器的任何部分施加过度的压力或扭歪，实验装置的马虎不仅看上去使人感觉不舒服，而且也是潜在的危险。因为扭歪的玻璃仪器在加热时会破裂，有时甚至在放置时也会崩裂。

1.3.2 常用玻璃器皿的洗涤和保养

1.3.2.1 玻璃器皿的洗涤

进行化学实验必须使用清洁的玻璃仪器。应该养成实验用过的玻璃器皿立即洗涤的习惯。由于污垢的性质在当时是清楚的，用适当的方法进行洗涤是容易办到的。若时间长了，会增加洗涤的困难。器皿是否清洁的标志是：加水倒置，水顺着器壁流下，内壁被水均匀润湿有一层既薄又均匀的水膜，不挂水珠。

洗涤的一般方法是用水、洗衣粉、去污粉刷洗。刷子是特制的，如瓶刷、烧杯刷、冷凝管刷等，但用腐蚀性洗液时则不用刷子。洗涤玻璃器皿时不应用沙子，它会擦伤玻璃乃至使之龟裂。若难于洗净时，则可根据污垢的性质选用适当的洗液进行洗涤。如果是酸性（或碱性）的污垢用碱性（或酸性）洗液洗涤；有机污垢用碱液或有机溶剂洗涤。下面介绍几种常用洗液。

(1) 铬酸洗液 这种洗液氧化性很强，对有机污垢破坏力很强。倾去器皿内的水，慢慢倒入洗液，转动器皿，使洗液充分浸润不干净的器壁，数分钟后把洗液倒回洗液瓶中，用自来水冲洗。若壁上沾有少量碳化残渣，可加入少量洗液，浸泡一段时间后在小火上加热，直至冒出气泡，碳化残渣可被除去。但当洗液颜色变绿，表示失效应该弃去不能倒回洗液瓶中。

(2) 盐酸 用浓盐酸可以洗去附着在器壁上的二氧化锰或碳酸盐等污垢。

(3) 碱液和合成洗涤剂 配成浓溶液即可。用以洗涤油脂和一些有机物（如有机酸）。

(4) 有机溶剂洗涤液 当胶状或焦油状的有机污垢如用上述方法不能

洗去时，可选用丙酮、乙醚、苯浸泡，要加盖以免溶剂挥发，或用氢氧化钠的乙醇溶液亦可。用有机溶剂作洗涤剂，使用后可回收重复使用。

若用于精制或有机分析用的器皿，除用上述方法处理外，还需用蒸馏水洗涤。

1.3.2.2 玻璃器皿的干燥

有机化学实验经常都要使用干燥的玻璃仪器，故要养成在每次实验后马上把玻璃仪器洗净和倒置使之干燥的习惯，以便下次实验时使用。干燥玻璃仪器的方法有下列几种。

(1) 自然风干 是指把已洗净的仪器在干燥架上自然风干，这是常用和简单的方法。但必须注意，若玻璃仪器洗得不够干净时，水珠便不易流下，干燥就会较为缓慢。

(2) 烘干 把玻璃器皿顺序从上层往下层放入烘箱烘干，放入烘箱中干燥的玻璃仪器，一般要求不带有水珠。器皿口向上，带有磨砂口玻璃塞的仪器，必须取出活塞后，才能烘干，烘箱内的温度保持在 $100\sim 105^{\circ}\text{C}$ ，约 0.5h，待烘箱内的温度降至室温时才能取出。切不可把很热的玻璃器皿取出，以免破裂。当烘箱已工作时则不能往上层放入湿的器皿，以免水滴落下使热的器皿骤冷而破裂。

(3) 吹干 有时仪器洗涤后需立即使用，可使用吹干，即用气流干燥器或电风吹干。首先将水尽量沥干后，加入少量丙酮后摇洗并倾出，先通入冷风吹 $1\sim 2\text{min}$ ，待大部分溶剂挥发后，再吹入热风至完全干燥为止，最后吹入冷风使仪器逐渐冷却。

1.3.2.3 常用仪器的保养

有机化学实验常用各种玻璃仪器的性能是不同的，必须掌握它们的性能、保养和洗涤方法，才能正确使用，提高实验效果，避免不必要的损失。下面介绍几种常用的玻璃仪器的保养和清洗方法。

(1) 温度计 温度计水银球部位的玻璃很薄，容易破损，使用时要特别小心，一不能用温度计当搅拌棒使用；二不能测定超过温度计的最高度的温度；三不能把温度计长时间放在高温的溶剂中。否则，会使水银球变形读数不准。

温度计用后要让它慢慢冷却，特别在测量高温之后切不可立即用水冲

洗。否则，会破裂或水银柱断裂。应悬挂在铁架台上，待冷却后把它洗净抹干，放回温度计盒内，盒底要垫上一小块棉花。如果是纸盒，放回温度计时要检查盒底是否完好。

(2) 冷凝管 冷凝管通水后很重，所以安装冷凝管时应将夹子夹在冷凝管的重心的地方，以免翻倒。洗刷冷凝管时要用特制的长毛刷，如用洗涤剂或有机溶液洗涤时，则用软木塞塞住一端，不用时，应直立放置使之易干。

冷凝管分为直形冷凝管、空气冷凝管、球形冷凝管和蛇形冷凝管。

(3) 蒸馏烧瓶 蒸馏烧瓶的支管容易碰断，故无论在使用时或放置时都要特别注意保护蒸馏烧瓶的支管，支管的熔接处不能直接加热。

其洗涤方法和烧瓶的洗涤方法相同，参阅无机化学实验。

(4) 分液漏斗 分液漏斗的活塞和盖子都是磨砂口的，若非原配的可能不严密，所以使用时要注意保护。各个分液漏斗之间也不要相互调换，用后一定要在活塞和盖子的磨砂口间垫上纸片，以免日久难于打开。

(5) 砂芯漏斗 砂芯漏斗在使用后应立即用水冲洗，否则难以洗净。滤板不太稠密的漏斗可用强烈的水流冲洗，如果是较稠密的，则用抽滤方法冲洗。必要时用有机溶剂洗涤。

1.4 实验预习、实验记录和实验报告的基本要求

学生在本课程开始时，必须认真地阅读本书第一部分实验的一般知识。在进行每个实验时，必须做好预习、实验记录和实验报告。

(1) 预习 为了使实验能够达到预期的效果，在实验之前要做好充分的预习和准备，预习时除了要求反复阅读实验内容，领会实验原理，了解有关实验步骤和注意事项外，还需在实验记录本上写好预习提纲。以制备实验为例预习提纲包括以下内容：

- ① 实验目的；
- ② 主反应和重要副反应的反应方程式；
- ③ 原料、产物和副反应的物理常数，原料用量（单位：g，mL，

mol) 及计算的理论产量;

- ④ 正确而清楚地画出装置图;
- ⑤ 用图表形式表示实验步骤。

(2) 实验记录 实验记录本应该是一装订本, 不得用活页纸或散纸。

记录本按照下列格式做实验记录:

- ① 空出记录本头几页, 留作编目用;
- ② 把记录本编好页码;
- ③ 每做一个实验, 应从新的一页开始;

④ 若你对实验操作没有变动时, 不必再把操作细节记上。但应记录: 试剂的规格和用量, 仪器的名称、规格、牌号, 实验的日期, 实验花费的时间, 实验现象和数据。对于观察的现象应忠实地详尽地记录, 不能虚假。判断记录本内容的标准, 是记录必须完整, 且组织得好和清楚, 不仅自己现在能看懂, 甚至几年后也能看懂, 而且还使其他人能看得明白。如漏记了主要内容, 就将难以补救了。

(3) 实验报告 实验报告应包括实验的目的要求、反应式、主要试剂的规格、用量(指合成实验)、实验步骤和现象、产率计算、讨论等。要如实记录填写报告, 文字要精练, 图要准确, 讨论要认真。关于实验步骤的描述, 不应照抄书上的实验步骤, 应该对所做的实验内容作概要的描述。实验报告应包括:

- ① 实验题目;
- ② 实验目的;
- ③ 反应式, 主反应, 副反应;
- ④ 主要试剂及产物的物理常数;
- ⑤ 仪器装置图;
- ⑥ 实验步骤和现象记录;
- ⑦ 产品外观、重量、产率;
- ⑧ 讨论。

1.5 常用工具书与文献

进行化学实验, 必须了解反应物和产物的物理常数, 以及它们之间的