



高等院校药学与制药工程专业规划教材

药物化学 实验教程

Experimental Course of
Medicinal Chemistry

主 编 杜文婷

副主编 陈小林 陈 静



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社



高等院校药学与制药工程专业规划教材

Experimental Course of Medicinal Chemistry

药物化学实验教程

主 编 杜文婷

副主编 陈小林 陈 静

编 委 李



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS
浙江大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

药物化学实验教程 / 杜文婷主编. -- 杭州: 浙江大学出版社, 2017.8

ISBN 978-7-308-16990-5

I. ①药… II. ①杜… III. ①药物化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①R914—33

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第132340号

药物化学实验教程

杜文婷 主编

策划编辑 阮海潮(1020497465@qq.com)
责任编辑 阮海潮
责任校对 陈静毅 郝 娇
封面设计 周 灵
出版发行 浙江大学出版社
(杭州市天目山路148号 邮政编码310007)
(网址: <http://www.zjupress.com>)
排 版 杭州兴邦电子印务有限公司
印 刷 浙江省邮电印刷股份有限公司
开 本 787mm×1092mm 1/16
印 张 5
字 数 113千
版 次 2017年8月第1版 2017年8月第1次印刷
书 号 ISBN 978-7-308-16990-5
定 价 25.00元

版权所有 翻印必究 印装差错 负责调换

浙江大学出版社发行中心电话 (0571) 88925591; <http://zjdxcs.tmall.com>

前 言

药物化学是一门发现与发明新药,合成化学药物,阐明药物理化性质,研究药物分子与机体生物大分子之间相互作用规律的综合性学科,是药学领域的重要基础性学科。在化学基础课与药剂学、药理学、药物分析等应用学科之间起到承前启后的桥梁作用。

药物化学也是一门实验性很强的学科。通过实验加深理解药物化学的基本理论和基础知识,掌握药物合成及其结构修饰的基本方法,进一步巩固有机化学实验的操作技术及理论知识,培养学生理论联系实际的能力,实事求是、严谨认真的科学态度和良好的工作习惯。

本教材适用于应用型药学本科生和药学专科生。结合药学教学的特点,本教材分三部分:第一部分介绍了实验室的安全常识和基本知识;第二部分介绍了常见有机药物的制备方法和性质鉴定;第三部分介绍了实验基本操作技能,包括常用溶剂的纯化和干燥、药物化学实验基础操作技能、仪器设备的使用操作等;附录包括核磁共振中常见溶剂在氘代试剂中的化学位移值等常用化学数据。

本教材的编著得到了浙江省“325”卫生高层次创新人才培养工程项目资助。如有疏漏和不妥之处,敬请读者及同行专家提出宝贵意见。

编 者

2017年6月

目 录

第一部分 实验室基本知识

一、实验室基本规则与注意事项	(1)
二、实验预习要求	(2)
三、实验室安全及事故预防	(2)
四、化学药品、试剂的贮存及使用	(4)
五、废品的销毁	(4)
六、实验报告书写要求	(5)

第二部分 有机药物合成及性质鉴别

实验一 有机药物的定性试验	(6)
实验二 常用药物的稳定性试验	(9)
实验三 药物的配伍变化实验	(13)
实验四 阿司匹林(乙酰水杨酸)的合成	(17)
实验五 二氢吡啶钙离子拮抗剂的合成	(20)
实验六 磺胺醋酰(钠)的合成	(23)
实验七 苯妥英钠的合成	(26)
实验八 利胆酸的合成	(30)

第三部分 实验基本操作技能

一、药物化学实验常用玻璃器皿的名称与使用	(32)
二、常用溶剂的性质和纯化	(33)
三、重结晶与抽滤	(36)
四、萃取	(37)
五、蒸馏	(37)
六、干燥	(38)
七、薄层色谱	(40)
八、柱色谱	(41)
九、磁力搅拌器的使用操作	(43)
十、旋转蒸发仪的使用操作	(44)

附 录 实验常用数据

一、常用元素相对原子质量	(45)
二、常用有机溶剂沸点、密度	(46)
三、常见氘代溶剂和杂质峰在 ^1H 谱中的化学位移值	(47)
参考文献	(49)
药物化学实验报告	(51)

第一部分 实验室基本知识

一、实验室基本规则与注意事项

药物化学是一门实验性很强的学科。药物化学实验项目涵盖药物的定性实验、化学反应、单元技能和仪器操作等方面,安全要求很高。实验前,学生必须熟悉实验内容,通晓实验室的一些基本规则与一般注意事项,遵守安全操作须知和操作规程,力求避免危险情况的发生。

1. 了解实验室环境和水、电、气位置,熟悉安全用具,如灭火器、沙桶以及急救箱的放置地点和使用方法。操作有可能发生危险的实验前,应准备好防护用品,如眼镜、面罩、手套及其他防护设备。

2. 实验前应检查仪器设备是否完整无损,装置是否安装正确、稳妥,在征得带教老师检查、同意后方可进行实验。

3. 实验中应保持安静、胆大心细、集中精神,严格按步骤进行操作,认真观察化学反应进行的情况和装置的状态,如是否有漏气、破裂等。实验过程中不得擅离职守。

4. 实验中所用的药品和试剂,必须严格按照规定量取,不得随意散失、遗弃;取出的药品、试剂不可再倒回原瓶中;取用完毕,应立即盖上瓶塞,归还原处。公用药品、试剂、仪器和其他实验工具应在指定的地点使用。

5. 实验中应爱惜公共物品和讲究卫生,保持实验室台面、地面、水槽整洁,仪器设备摆放整齐,不得随意乱丢纸屑、玻璃屑、残渣、火柴棒以及沸石等废弃物品。废酸和废碱以及废弃有机物应倒入废液缸,不能倒入水槽;对反应中产生的有害气体要按规定处理。一切有毒的气体实验,都应在通风橱内进行。

6. 实验中应遵从带教老师和实验管理老师的指导,注意安全,若发生意外事故,立即报告教师及时处理;实验完毕,及时洗净仪器、物归原处,整理实验室,关闭水、电、火源等,所有物品不得擅自带出实验室。

7. 进入实验室前要穿实验服,严禁穿背心和拖鞋进入实验室,严禁在实验室内吸烟或饮食。实验结束后要细心洗手。

8. 养成记录实验现象和实验数据的良好习惯。实验记录是研究实验内容和书写实验报告的重要依据,对正确解释实验结果会有很大的帮助。因此在进行实验时,要做到观察仔细,思考积极,记录及时、准确,不得涂抹。实验记录本应有连续页码,不准用散页纸记录,以保证实验记录的完整性、连续性和原始性。

二、实验预习要求

在实验前,应该充分做好预习工作。预习实验相关的课件、视频和知识点,预习内容包括了解反应原理、化学试剂和溶剂的理化常数、可能发生的副反应、实验操作原理和方法、产物提纯原理和方法、注意事项及实验中可能出现的危险及处置办法。同时还要了解反应中化学试剂的化学计量学用量。

三、实验室安全及事故预防

进行药物化学实验,所用的药品、原料、试剂种类繁多,而且经常要使用易燃、易爆、有毒和强腐蚀性的化学药品,若使用不当,就有可能引发火灾、爆炸、中毒、灼伤等事故。同时,实验中经常使用的有玻璃仪器、电热套、电磁炉、恒温搅拌设备等,上述设备处理不当也会发生事故,增加潜在的危险性。但是,只要掌握实验基本常识及正确的基本操作,就能有效地防止事故的发生。掌握一般事故的处理方法,也能把事故造成的损失降至最低。

1. 眼睛安全防护

在实验室中,眼睛是最容易受到伤害的。如果有化学药品或酸、碱液溅入眼睛,应赶快用大量的水冲洗眼睛和脸部,并尽快就近治疗。若有固体颗粒或碎玻璃渣进入眼睛内,请切记不要揉眼睛,应立即诊治。为安全起见,必要时,实验中宜戴防护目镜。

2. 火灾预防与处理

在药物化学实验室中,容易发生的危险就是火灾。因此,在实验中应严格遵守实验安全须知和操作规程,预防火灾的发生。

防火的基本原则是使火源远离易燃溶剂。不用开口容器盛放易燃溶剂,用完后应及时加盖存放在阴凉处。回流或蒸馏溶剂时,应加沸石防止暴沸,若在加热时发现未放沸石,则应待反应体系稍冷后再补加;同时冷凝水要保持循环畅通。使用有机溶剂的反应不能用明火加热,宜根据温度要求分别使用水浴、油浴或电热套等加热。在使用或反应产生易燃、易爆气体或低沸点、易挥发的液体时,要保持室内空气畅通,防止一切可导致火星发生的举动。

一旦发生火灾,不要惊慌失措,应立即启动应急预案,如切断电源,熄灭火源,迅速移开易燃物;若容器内溶剂着火,可用石棉网或湿布盖灭;桌面、地面小火可使用湿布或黄沙盖灭;油浴或有机溶剂着火,切勿用水扑灭,否则会使火焰蔓延,无异于“火上浇油”。火较大时应根据具体情况采用各种灭火器,灭火时应从火的四周开始向中心扑灭,并把灭火器对准火焰的底部。若衣服着火,切勿乱跑;对于小火可以将衣服脱下把火熄灭,或用石棉布覆盖着火处;较严重时,应躺在地上打滚或用防火毯紧紧裹住使火闷灭。若被火烧伤,轻者在伤处涂以烫伤膏,重者立即送医院治疗。发现着火或在灭火的同时,应立即报告有关部门或打“119”火警电话报警。

3. 爆炸预防与处理

药物合成实验中,一定要预判可能发生爆炸的危险;必须注意:所有反应装置常压操作时,不要形成密闭体系进行加热;同时,要时常关注反应装置各部分有无堵塞现象。减压蒸馏时,应使用耐压容器(如圆底烧瓶)作接收器,不可使用锥形瓶,以免发生炸裂;减压蒸馏结束后,不能放气太快,以防压力计冲破。高压操作时应经常注意反应釜内压力有无超过安全负荷。使用陌生试剂或药品前,全面了解其理化性质。不准随意将氧化剂加到无关的药品中,避免意外事故发生。有机药品和氧化剂应分开存放。对易爆固体切不可重压或敲击,其残渣不准随意丢弃。

4. 中毒预防与处理

药物合成中应该预防有机物中毒。对于有毒的药品,实验中要安排专人负责收发,应认真操作,妥善保管,实验后的有毒残渣必须及时按要求处理,不应乱放及随意丢弃。为预防中毒,操作时必须戴橡皮手套,操作后应立即洗手,切勿让有毒物质沾染五官或伤口。对于挥发性有毒药品,使用时一定要在通风橱内进行,用完药品后应随时盖上瓶盖;实验时如有头昏、恶心等中毒症状,应立即到空气新鲜的地方透气休息,严重者到医院治疗。

5. 割伤预防与处理

割伤是实验室中经常发生的事故,在安装玻璃仪器时更易发生。如将玻璃管插入胶塞,应该用布裹住,并缓慢旋转进入,防止折断而割伤。当割伤时,首先将伤口处玻璃碎屑及其他固体物质取出,用水洗净伤口,涂以碘酒或贴上创可贴;大伤口则先按住出血部位,并立即送往医院就诊。

6. 电伤预防及处理

使用搅拌器、电热套、电炉等电器,应先插上插头,接通电源,再开启仪器开关;实验完毕先切断电源,然后再将仪器插头拔下。为了防止触电,装置和设备的金属外壳都应连接地线;不能用湿手或手握湿物接触电源插头。使用大功率电器设备时,不得擅离职守,使用后应该立即切断电源,防止因电器短路而发生事故。万一触电,应立即切断电源,或用不导电的物体使触电者与电源隔离,然后对触电者进行人工呼吸并立即送往医院。

7. 烫伤、试剂灼烧的预防与处理

轻度小范围烫伤、烧伤,立即将受伤部位浸入冷水或冰水中约 5 min 以减轻疼痛。重度大范围烫伤或烧伤应立即去医疗部门进行救治。

对于不同的化学试剂灼伤,采用不同的处理方法。

(1) 酸灼伤:先用大量水冲洗,再用 3%~5%碳酸氢钠溶液淋洗,最后水洗 10~15 min。严重者将灼伤部位拭干包扎好,到医院治疗。

(2) 碱灼伤:不慎将碱液洒在皮肤上用大量水冲洗,然后用 1%~2%硼酸或 1%~2%醋酸洗,最后涂上油膏包好。若眼睛被碱灼伤,应先用大量水冲洗,再用 1%硼酸洗,最后滴入少许蓖麻油。衣服上被碱污染,先用水冲洗,再用 1%醋酸溶液洗涤,然后用稀氨水中和,最后用水冲洗。

(3) 溴灼伤:先用大量水冲洗,再用 10%硫代硫酸钠溶液淋洗或用湿的硫代硫酸钠纱布覆盖灼伤处,至少 3 h。

(4) 有机物:先用酒精擦洗除去大部分有机物,再用肥皂和温水洗涤即可。如果皮肤被酸等有机物灼伤,将灼伤处浸在水中至少 3 h,然后请医生处置。

(5) 取用挥发性液体时,应预先充分冷却后开启瓶塞(开启安瓿时需用布包裹),瓶口必须指向无人处,以防液体喷溅而致人伤害;遇瓶塞不易开启时,必须注意瓶内贮物的性质,切不可用火加热,或乱敲瓶塞。

四、化学药品、试剂的贮存及使用

(一) 化学药品的贮存

实验室所用的化学药品大多贮存在带磨口塞(最好是标准磨口)的玻璃瓶内,高黏度的液体存放在广口瓶中,一般性液体存放在细颈瓶内,氢氧化钠和氢氧化钾溶液保存在带橡皮塞或塑料塞的瓶内。对于能够与玻璃发生反应的化合物(如氢氟酸),则使用塑料或金属容器,碱金属存放在煤油中,黄磷则需以水覆盖。

对光敏感的物质,应贮藏在棕色玻璃瓶中。

对产生毒性或腐蚀性蒸气的物质(如溴、发烟硫酸、盐酸、氢氟酸)建议放在通风橱内专门的地方。

少量的或对湿气和空气敏感的物质常密封贮存于玻璃安瓿中。

某些毒品(如氰化物、砷及其化合物等)应按有关部门的规定进行贮存。

(二) 化学药品使用中应注意的事项

有机溶剂具有易燃和有毒两个特点。易燃的有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)不要倒入废物缸中,更不能用开口容器盛放易燃溶剂,以免引起火灾。

有机溶剂以较为隐蔽的方式产生对人的毒害,不要掉以轻心,在使用中应注意最大限度地减少与有机溶剂的直接接触。实验室中应充分通风。在正规、小心的操作下,有机溶剂不致造成任何健康问题。操作有毒试剂和物质时,必须戴橡皮手套或一次性塑料手套,操作后立即洗手。注意:切勿让有毒物质触及五官或伤口。

五、废品的销毁

碎玻璃和其他有锐角的废物不要丢入废纸篓或类似的盛器中,应该使用专门的废物箱。

不要把任何用剩的试剂倒回到原试剂瓶中,这是因为,首先,会对试剂造成污染,影响其他人的实验;其次,由于可能操作疏忽导致错误引入异物,有时会发生剧烈的化学反应,甚至会引起爆炸。

危险的废品,如会放出毒气或能够自燃的废品(活性镍、磷、碱金属等),决不能丢弃在废物箱或水槽中。不稳定的化学品和不溶于水或与水不混溶的溶液也禁止倒入下水道。应将它们分类集中后处理。对能与水混溶,或能被水分解的液体,必须用大量的水冲洗。

金属钾或钠的残渣应分批小量地加到大量的醇中予以分解(操作时须戴防护目镜)。

六、实验报告书写要求

做好实验记录和实验报告是每一个科研人员必备的基本素质。

实验报告是对实验过程的记录和总结,由实验过程和理论分析两部分组成。学生应根据实验报告格式如实认真书写,包括实验目的、原理和方法、主要仪器设备、主要试剂用量及规格、实验装置、实验步骤和现象、合成产物的性状和收率、粗产品纯化以及实验小结等。学生要根据自己的所观察到的现象与结果,分析实验的成功与不足,并提出改进意见,从而提高分析和解决问题的能力。

第二部分 有机药物合成及性质鉴别

实验一 有机药物的定性试验



一、目的和要求

熟悉几种常见有机药物的主要性质和鉴别方法,并能进行定性鉴别。

二、操作步骤

1. 盐酸普鲁卡因

(1) 取本品约 20 mg,加蒸馏水 2 mL 使溶解,加稀盐酸 0.5 mL,再加 0.1 mol/L 亚硝酸钠 2 滴,摇匀,加碱性 β -萘酚试液 2~3 滴,即产生猩红色沉淀。

(2) 取本品约 0.1 g,加蒸馏水 2 mL 溶解后,加 10%氢氧化钠溶液 1 mL,即生成白色沉淀;加热变成油状物;继续加热,发生的蒸气可使湿润的石蕊试纸变蓝;热至油状物消失后,放冷,加盐酸酸化,即析出白色沉淀,再加盐酸,白色沉淀又溶解。

若供试品为盐酸普鲁卡因注射液,(1)法可直接取注射液进行;(2)法须将注射液浓缩后再进行。

2. 阿司匹林

(1) 取本品约 50 mg,加蒸馏水 2 mL,煮沸,放冷,加入三氯化铁试液 1 滴,即显紫堇色。

(2) 取本品约 0.2 g,加碳酸钠试液 2~3 mL,煮沸 2 min,放冷,加入过量的稀硫酸,即析出白色沉淀,并发生醋酸特有的气味。

若供试品为阿司匹林片,可取片粉少许(约相当于 50 mg 阿司匹林),加蒸馏水 5 mL,煮沸,放冷,加三氯化铁试液 1 滴,即显紫堇色;另取片粉适量(约相当于 0.3 g 阿司匹林),加碳酸钠试液 5 mL,振摇后放置 5 min,过滤,取滤液煮沸 2 min,加过量的稀硫酸,析出白色沉淀,并发生醋酸特有的气味。

3. 水杨酸

取本品约 20 mg,加蒸馏水 1~2 mL 溶解,加三氯化铁试液 1 滴,即显紫堇色。

4. 对乙酰氨基酚

(1) 取本品约 10 mg, 加蒸馏水 1 mL 使溶解, 加三氯化铁试液 1~2 滴, 即显蓝紫色。

(2) 取本品约 0.1 g, 加稀盐酸 5 mL, 置水浴中加热 40 min, 放冷, 取出 0.5 mL, 滴加 1 mol/L 亚硝酸钠溶液 5 滴, 摇匀, 用 3 mL 蒸馏水稀释后, 加碱性 β -萘酚试液 2 mL, 振摇, 即显红色。

如供试品为对乙酰氨基酚片, 可取片粉(约相当于 0.5 g 对乙酰氨基酚)用 10 mL 乙醇分次研磨使对乙酰氨基酚溶出, 过滤, 合并滤液, 经水浴蒸干, 取残渣照上述方法试验, 显相同反应。

5. 苯甲酸

(1) 取本品约 0.1 g, 加 0.4% 氢氧化钠试液 2 mL, 振摇, 取上清液加三氯化铁试液 2 滴, 即发生赭色沉淀。

6. 磺胺

取本品约 50 mg, 加稀盐酸 1 mL, 振摇使溶解, 加 0.1 mol/L 亚硝酸钠溶液数滴, 再滴入碱性 β -萘酚试液数滴, 即产生猩红色沉淀。

7. 维生素 B₁

(1) 取本品约 5 mg, 加 0.4% 氢氧化钠试液 2 mL 溶解后, 加铁氰化钾试液 0.5 mL 与正丁醇 2 mL, 强力振摇 2 min, 放置分层后, 上面醇层即显蓝色荧光; 加硫酸使成酸性, 荧光即消失; 再加碱使成碱性, 荧光又复现。

(2) 取本品约 20 mg, 加蒸馏水 2 mL 溶解后, 分为两份, 一份中加碘试液 2 滴, 即产生棕色沉淀, 另一份中加入碘化汞钾试液 2 滴, 即产生黄色沉淀。

如供试品为维生素 B₁ 片, 则取本品片粉适量, 加蒸馏水搅拌使溶解, 过滤, 蒸干滤液, 取残渣照上述方法试验。

8. 维生素 C

(1) 取本品约 0.1 g, 加蒸馏水 5 mL 使溶解后, 分为三份。于一份中加入 2,6-二氯靛酚钠试液 1~2 滴, 试液颜色立即消失; 于其余两份中分别加入碘试液 1 滴或三氯化铁试液 1 滴, 试液颜色均消失。

(2) 取本品约 0.1 g, 加蒸馏水约 5 mL 使溶解, 加入硝酸银试液 0.5 mL, 即生成银的黑色沉淀。

如供试品为维生素 C 片, 则取本品片粉适量(约相当于 0.2 g 维生素 C), 加蒸馏水 10 mL 搅拌使溶, 过滤, 取滤液照上述方法试验。

三、记录与解释

1. 写出各药物中每个试验的简要步骤(加什么试剂、反应条件等)及产生的现象。
2. 简要解释各鉴别反应是利用药物的什么性质、什么结构或基团而进行的。

四、注意事项

1. 做阿司匹林的鉴别试验(1)时,可取阿司匹林约 50 mg,加蒸馏水 2 mL,加入三氯化铁试液 1 滴,观察现象,以作对照。

2. 用对乙酰氨基酚片做鉴别试验时,其酚羟基与三氯化铁的显色反应可直接取片粉加蒸馏水振摇、过滤、取滤液进行试验。

3. 做对乙酰氨基酚的重氮化偶合反应,必须严格遵照操作条件,应先将本品在沸水浴中水解完全,再进行重氮化反应。水解时不可明火直接加热,否则会因局部温度过高而促使本品被氧化或局部炭化,影响重氮化偶合反应的结果。

五、思考题

1. 做阿司匹林鉴别试验(1)时,煮沸的目的是什么?

2. 做维生素 B₁ 试验(1)时,为什么加硫酸使溶液成酸性后荧光会消失? 再加碱使溶液成碱性后荧光复现?

实验二 常用药物的稳定性试验



一、目的和要求

1. 熟悉几种常用药物的稳定性能,解释药物在试验中发生变化的原因。
2. 认识外界因素对药物稳定性的影响,明确为防止药物变质应采取的相应措施。

二、操作步骤

(一) 碘化钾

1. 操作

取碘化钾 1 g,加蒸馏水 10 mL 使溶解,将溶液分为三管。第一管留作对照;第二管加入 2 滴 0.1 mol/L 盐酸溶液;第三管加入少量维生素 C 及 2 滴 0.1 mol/L 盐酸溶液,将第二、三管同置阳光下照射 2 h,比较三管的颜色。

2. 注意事项

若无明显阳光,可用紫外灯照射 2 h,或室内放置较久时间亦可。

(二) 盐酸氯丙嗪

1. 操作

取盐酸氯丙嗪注射液两支,将注射液分盛于三支小试管中。于第一管中加入蒸馏水 5 滴;第二管中加过氧化氢试液 5 滴;第三管中加过氧化氢试液 5 滴及亚硫酸氢钠试液约 10 mg,混匀。三管同置水浴中加热 2 min,比较三管的颜色变化。

2. 注意事项

(1) 亦可将本实验中的抗氧化剂亚硫酸氢钠改为维生素 C。

(2) 若盐酸氯丙嗪注射液在加热时颜色改变不明显,可另取供试品,在加热前加 1 滴 0.1 mol/L 盐酸溶液,以破坏注射液中原有的抗氧化剂焦亚硫酸钠等,并有助于过氧化氢的氧化效果。

(三) 维生素 C

1. 操作

取维生素 C 0.5 g,置烧杯中,加蒸馏水 100 mL 使溶解,再加入碳酸氢钠 0.2 g,使溶

解,混匀。用 10 mL 移液管吸取四份,分置于四个小锥形瓶中,第一瓶留作对照;第二瓶加入 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液 2 mL;第三瓶加稀硫酸铜溶液(用硫酸铜试液 1 滴,加蒸馏水 10 滴稀释而成)1 滴;第四瓶加 0.05 mol/L 乙二胺四乙酸二钠溶液 5 滴及稀硫酸铜溶液(同上)1 滴。将第二、三、四瓶置水浴上加热 20 min,放冷。第二瓶滴加稀醋酸调 pH 至 4~7(以广泛试纸调试)。四瓶各加入稀醋酸 2 mL,淀粉指示液 1 mL,用碘滴定液(0.1 mol/L)滴定至蓝色。记录各瓶消耗的碘滴定液(0.1 mol/L)的体积(mL)。

2. 注意事项

(1) 在维生素 C 溶液中加入碳酸氢钠后,其 pH 值为 4~7,此时维生素 C 较为稳定,以相同取液量的原溶液作为消耗碘滴定液(0.1 mol/L)的比较,以试验各条件下对维生素 C 稳定性的影响情况。

(2) 四瓶供试液的取量应相等,故必须用移液管精密量取。

(3) 稀硫酸铜溶液不可多加,更不可加成硫酸铜试液,否则可引起干扰反应而造成误差。

(4) 第二瓶加 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液,在用碘滴定液(0.1 mol/L)滴定前,必先用稀醋酸中和除去剩余的氢氧化钠,以防其消耗碘滴定液。

(四) 碳酸氢钠

1. 操作

取碳酸氢钠 0.2 g,加蒸馏水 10 mL,轻微搅拌使溶解,分为三管,第一管留作对照;第二管剧烈振摇 30 s;第三管加热煮沸,放冷。再于三管中分别加入酚酞指示液 1 滴,比较三管颜色。再将第二、三管通入二氧化碳,观察颜色变化。

2. 注意事项

(1) 在碳酸氢钠中加蒸馏水使溶解时,不宜剧烈振摇。

(2) 二氧化碳气体可用大理石加稀盐酸制取。在制备时,可将大理石置试管中,加入适量稀盐酸,在试管口以胶塞连一导气管,将产生的二氧化碳引出。必要时试管可加热。

(3) 导气管必须插入液面下面。

(五) 氨茶碱

1. 操作

取一试管,加入氨茶碱注射液(标示量 2 mL : 0.25 g)约 2 mL。于试管中通入二氧化碳,观察有何现象发生。

2. 注意事项

(1) 取其他规格的氨茶碱注射液适量亦行。氨茶碱注射液的浓度若较大,亦可酌情稀释,稀释后的浓度不宜低于 2.5%。

(2) 亦可用氨茶碱原料药配成 2.5% 氨茶碱溶液进行试验。

三、记录与结论

1. 记下每种药物在各种情况下(所加试剂及反应条件等)的反应现象或结果。可以文字叙述,也可列表记录,如表 2-1 所示。

表 2-1 现象记录

管号	试剂和反应条件	颜色变化(或消耗滴定液量或现象)	成因(影响因素)
1			
2			
3			

2. 从每个试验中的反应现象或结果得出结论,简要说明该试验表明该药物的什么性质,外界条件如何影响该药物的稳定性,以及针对药物的不稳定性应采取的防范措施等。

四、思考题

1. 在本实验中,各药物的稳定性试验依据的原理是什么?

2. 在各个试验中,该药物的哪部分结构或组成发生了反应?
