



河南省“十二五”普通高等教育规划教材

药学实验与指导(下册)

YAOXUE SHIYAN YU ZHIDAO

主编 阿有梅 张红岭



郑州大学出版社



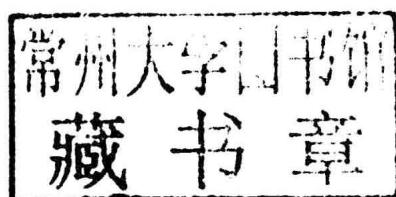
河南省“十二五”普通高等教育规划教材



药学实验与指导(下册)

YAOXUE SHIYAN YU ZHIDAO

主编 阿有梅 张红岭



郑州大学出版社

郑州

图书在版编目(CIP)数据

药学实验与指导(上下册)/阿有梅,张红岭主编.一郑州:郑州大学出版社,2015.3
ISBN 978-7-5645-2153-0

I. ①药… II. ①阿… ②张… III. ①药物学-实验 IV. ①R9-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015)第 017616 号

郑州大学出版社出版发行

郑州市大学路 40 号

出版人:张功员

全国新华书店经销

河南鸿运印刷有限公司印制

开本: 787 mm×1 092 mm 1/16

总印张: 38.5

总字数: 914 千字

版次: 2015 年 3 月第 1 版

邮政编码: 450052

发行电话: 0371-66966070

印次: 2015 年 3 月第 1 次印刷

书号: ISBN 978-7-5645-2153-0

总定价: 65.00 元(共 2 册)

本书如有印装质量问题, 请向本社调换

作者名单

主编 阿有梅 张红岭

编委 丁丽娜 王艳芝 李志 孙默然

任雪玲 李寅超 胡海英 徐海伟

柳继锋

业生学说精良，本于合智。既以本基麻措外本基通实学莫出突，真才容内皆本。

并识者多由主研业专，关脉草学甚或非通，学脉由和是更
明州者责相熟，余脉何首报文呈不又足部中许，即合而通。项吉乎水音脉干端

五雷

晋魏

日月季 1005

前言

药学是一门实践性较强的专业，药学实验是药学专业学生学习的重要内容之一。目前国内有关药学综合性实验教材较少，针对各学科实验涉及的仪器设备介绍零碎、不够系统，为了加强对药学专业人才的培养，提高学生动手能力和实践能力，培养学生的创新意识，并结合国内药学教育现状，郑州大学药学院组织长期工作在教学科研一线的教师在 2006 年编写的《药学实验与指导》一书的基础上，重新修订了《药学实验与指导》一书。本书共分上、下两册，上册包含了实验室基础知识，药用植物学和生药学实验，药理学、生物药剂和药代动力学实验，药物分析学实验；下册包含了药剂学实验，药物化学和药物合成实验，天然药物化学实验，动物实验管理和动物细胞培养基本要求。两册书系统介绍了本学科专业基础课和专业课所涉及的常用实验仪器及技术，学生应掌握的实验内容。

本书上册实验室基础知识介绍了学生实验对实验室的基本要求，学生应掌握的基本知识和基本操作，应了解的实验室安全知识；药用植物学与生药学实验介绍了显微镜的使用、构造及维护，植物的细胞构造及后含物的鉴别，植物的组织及根与茎的内部构造，常见生药的鉴定等内容；药理学、生物药剂和药代动力学实验要求学生掌握药理学、生物药剂和药物动力学的实验仪器和技术，不同药物对动物血压、心率、血糖等影响及药物在动物体内代谢、吸收和分布的测定，培养学生分析问题与解决问题的能力，使学生具有较强的动手能力；药物分析学实验介绍了原料药、制剂和生物样品的分析，分析方法涉及容量分析法、光谱分析法和色谱分析法。下册药剂学实验介绍了药剂学中各种剂型的制备方法、质量检查方法和影响制剂中药物稳定性的因素及考察方法等；药物化学和合成实验是依据药物化学教学大纲的要求编定，目的是通过实验加深理解药物化学的基本理论和基本知识，掌握合成药物的基本操作和方法，掌握对药物进行结构修饰的基本方法，了解拼合原理在药物化学中的应用；天然药物化学实验介绍了天然药物提取、分离和精制的方法，天然药物和活性成分的结构鉴定方法；动物实验室管理和动物细胞培养基本要求通过对动物实验室管理规程及相关法规的介绍，对动物实验室相关政策性法规有一个系统了解，指导实验开展；通过对动物细胞培养基本操作介绍，掌握细胞培养、无菌操作等实验操作技能。

本书内容丰富,突出药学实验基本技能和基本知识。适合于本、专科药学专业实验课的教学,还可作为药学等相关专业师生的参考用书。

限于编者水平有限,时间仓促,书中错误及不足之处在所难免,敬请读者批评指正。

编者

2014 年 11 月

目录

第五篇 药剂学实验

第十二章 药剂学实验仪器及技术	003
第一节 小型喷雾干燥仪	003
第二节 不锈钢立式自动压力蒸汽灭菌器	007
第三节 单冲式压片机	011
第四节 片剂硬度测试仪	013
第五节 溶出仪	014
第六节 智能崩解仪	016
第七节 粒度分析仪	018
第八节 多功能制粒/包衣机	019
第九节 挤出滚圆机	024
第十三章 药剂学实验	028
实验五十八 增溶相图的绘制	028
实验五十九 液体制剂的制备	032
实验六十 维生素C注射剂处方设计及制备	043
实验六十一 颗粒流动性的测定	047
实验六十二 阿司匹林片剂制备与质量检查	050
实验六十三 片剂的薄膜包衣	055
实验六十四 脂质体的制备及粒径电位测定	058
实验六十五 布洛芬纳米粒的制备及质量评价	061
实验六十六 固体分散体的制备	063
实验六十七 滴丸的制备	067
实验六十八 水杨酸软膏的制备及其体外释药试验	069
实验六十九 微型流化床包衣实验	072
实验七十 微型喷雾干燥实验	076
实验七十一 栓剂的制备	081
实验七十二 薄荷油/ β -环糊精包合物的制备和检查	084

实验七十三 布洛芬缓释片的制备和体外释放度的测定	086
--------------------------	-----

第六篇 药物化学和药物合成实验

第十四章 药物化学和药物合成实验仪器及技术	091
第一节 旋转蒸发器	091
第二节 压缩气体钢瓶	092
第三节 熔点测定仪	094
第四节 超声波清洗仪	096
第五节 低温恒温反应浴	097
第六节 微波反应器	098
第七节 氢气发生器	101
第八节 红外光谱仪	102
第九节 实验常用装置及操作	106
第十节 反应条件控制技术	111
第十一节 反应过程的薄层色谱监测技术	122
第十二节 常用分离和制备技术	128
第十五章 药物化学实验	143
实验七十四 乙酰苯胺重结晶	143
实验七十五 对乙酰氨基酚的合成	145
实验七十六 苯乐来的合成	147
实验七十七 磺胺醋酰钠的合成	149
实验七十八 苯佐卡因的合成	152
实验七十九 环丙沙星的合成	155
实验八十 苯妥英钠的合成	160
实验八十一 咖啡酸苯乙酯的合成	164
实验八十二 褪黑激素的合成	166
实验八十三 分子结构优化以及异构化反应过程的量子化学计算	168
实验八十四 小分子药物与组蛋白赖氨酸特异性去甲基化酶1的分子对接 模拟	182
第十六章 药物合成实验	187
实验八十五 ϵ -己内酰胺的合成	187
实验八十六 5,5-二甲基-1,3-环己二酮的合成	190
实验八十七 <i>dl</i> -扁桃酸的制备	193
实验八十八 胆甾-5-烯-3-酮的制备	196
实验八十九 赤-1,2-二苯基-1,2-乙二醇的合成	199
实验九十 盐酸苯海索的制备	202

第七篇 天然药物化学实验

第十七章 天然药物化学实验仪器及技术	207
第一节 超声波细胞粉碎机	207
第二节 闪蒸提取器	208
第三节 制备型高效液相色谱仪	209
第四节 天然药物化学成分的提取技术	211
第五节 天然产物化学成分的分离和纯化技术	216
第六节 色谱分离技术	221
第十八章 天然药物化学实验	227
实验九十一 天然药物化学成分的层析分离及鉴定	227
实验九十二 虎杖中蒽醌类成分的提取、分离及鉴定	231
实验九十三 黄芩中黄芩苷的提取、纯化、水解及鉴定	234
实验九十四 芦丁的提取、分离与鉴定	237
实验九十五 秦皮中七叶苷、七叶内酯的提取、分离和鉴定	241
实验九十六 丁香、辛夷挥发油的提取及鉴定	243
实验九十七 八角茴香中挥发油的提取、分离与鉴定	245
实验九十八 黄花蒿中青蒿素的提取、分离和鉴定	247
实验九十九 穿心莲内酯的提取、分离、鉴定及亚硫酸氢钠加成物制备	249
实验一〇〇 薯蓣皂苷元的提取、分离、鉴定及含量测定	253
实验一〇一 黄檗中盐酸小檗碱提取、分离、鉴定	256
实验一〇二 汉防己生物碱的提取分离与鉴定	259
实验一〇三 洋金花中东莨菪碱的提取分离及鉴定	262
实验一〇四 牛黄解毒片的薄层色谱鉴别	267
实验一〇五 鞣质的提取、鉴定及除鞣方法	270

第八篇 动物实验室管理和动物细胞培养基本要求

第十九章 动物实验室管理规程及相关法规	275
第一节 动物实验室使用与管理规程	275
第二节 动物实验室相关政策法规解读	289
第二十章 动物细胞培养基本操作指南	294
第一节 动物细胞培养实验室的基本要求	294
第二节 无菌操作技术	296
第三节 动物细胞培养基本操作示例	298
附录	301

附录 1 标准溶液的配制与标定	301
附录 2 常用试液与试纸的配制	304
附录 3 指示剂与指示液的制备	307
附录 4 缓冲液的制备	309
附录 5 生药学常用试液及配制方法	313
附录 6 天然药物化学成分检出试剂配制方法	316
参考文献	322

第十二章 药物制剂设计与评价

第一节 小型药品生产概述

第五篇

药剂学实验



第十二章 药物制剂设计与评价

第十二章 药剂学实验仪器及技术

第一节 小型喷雾干燥仪

一、概述

BUCHI B-290 小型喷雾干燥仪(图 12-1)是瑞士 BUCHI 实验室仪器公司的产品,其工作原理主要是根据空气和产品同流,即喷雾的产品和热空气具有相同的流向来进行操作,如图 12-2 所示。小型喷雾干燥器有一个一体化的双流体喷嘴,压缩空气分散流体成细小的液滴,然后在气缸中干燥,如图 12-3 所示。小型喷雾干燥仪面板控制开关如图 12-4 所示。进料量可通过进料泵调节,最小样品量可达 50 mL。

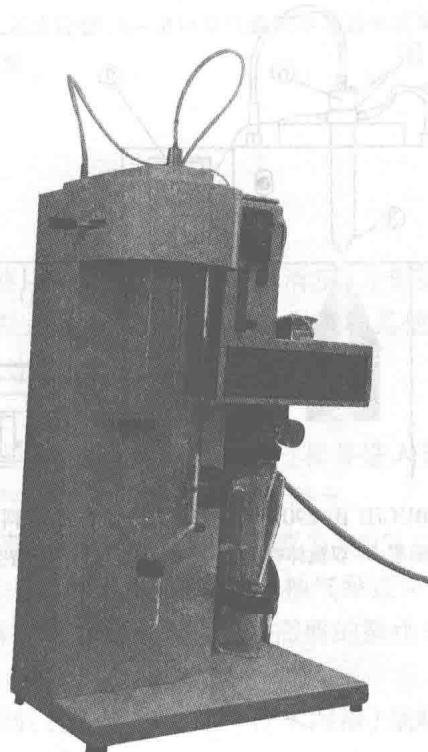


图 12-1 BUCHI B-290 小型喷雾干燥仪

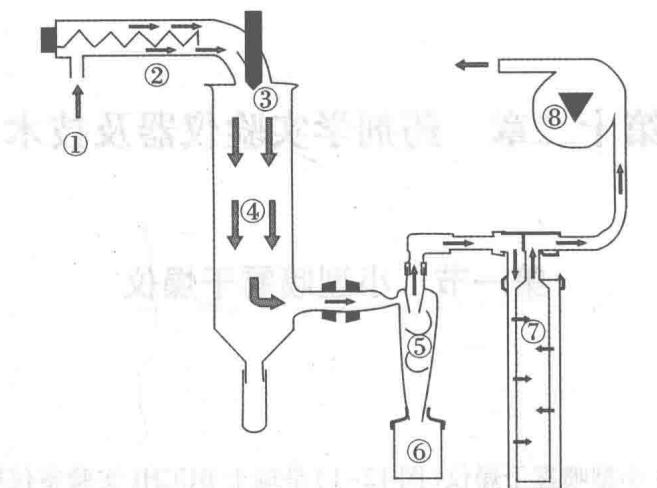


图 12-2 BUCHI B-290 小型喷雾干燥仪干燥空气的原理

1-空气进口(装有空气过滤装置);2-电加热器;3-喷嘴周围的热空气进口;
4-喷气缸;5-旋风分离器;6-受粉器;7-出口空气过滤器;8-抽气泵

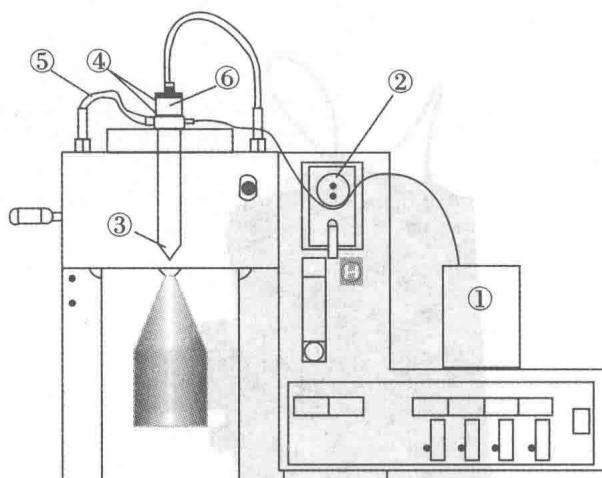


图 12-3 BUCHI B-290 小型喷雾干燥仪样品进料和分散原理

1-进料液;2-蠕动泵;3-双流体喷嘴;4-冷却水接口;5-压缩空气接口;6-自动喷嘴清洗系统

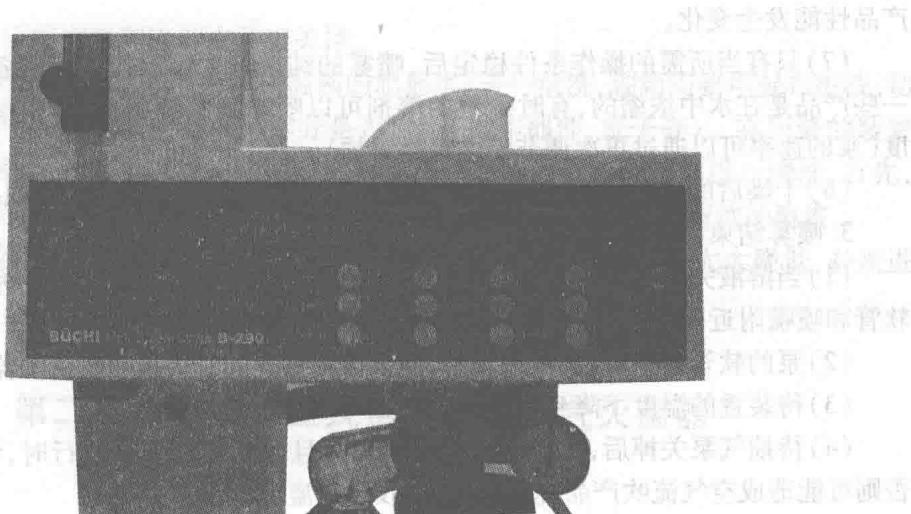


图 12-4 BUCHI B-290 小型喷雾干燥仪面板控制开关

1-总开关;2-空气流量选择开关;3-旋转流量计;4-空气压缩泵总开关;5-抽气泵总开关;6-加热器总开关;7-气压嘴清洗器按钮;8-空气压缩泵调节按钮;9-抽气泵调节按钮;10-加热器调节按钮;11-喷嘴清洗器调节按钮;12-空气压缩泵流速液晶显示窗,最大泵速百分量%;13-抽气泵流速液晶显示窗,最大泵速百分量%;14-进口空气温度液晶显示设定值;15-进口空气温度液晶显示实际值;16-出口空气温度液晶显示实际值;17-进料阀开关;18-喷嘴清洗器液晶显示窗

二、操作步骤

1. 喷雾前检查

为保证产品的质量,在使用前一定要充分进行清洗,并根据产品的要求,决定是否消毒;并仔细检查玻璃器皿是否完好无损,没有裂痕、裂点和其他损伤;电路连接是否正确,接收容器的盖子是否和装置连接,并接有静电消除装置。

2. 喷雾过程

(1) 打开装置的电源开关,装置自动运行自检过程并进入操作模式。

(2) 用调节旋钮设置空气流量和所要求的进口温度。

(3) 打开抽气泵。一般来讲,选择抽气泵的流速为 100% 以使旋风分离器的分离速率最佳。如果需要小粉末具有一定的湿度,可以减少抽气泵速率。

(4) 打开加热开关,等待片刻直到系统达到所需要的操作条件。如果需要,此时可以打开喷嘴冷却开关。

(5) 通过蠕动泵使纯溶剂(例如蒸馏水是一种水溶液)呈喷雾状,以喷雾气缸的轴为中心,喷雾后形成的圆锥体是对称的。

(6) 通过调节蠕动泵的按钮,可以调节纯溶剂的喷雾流量大小。由于蒸发,水从空气中吸收能量,所以喷雾流量对输出温度有很大影响。因此,通过控制蠕动泵的流速调节喷雾流量,就可以使输出温度设置为所需要的温度值。

出口温度可以认为是产品的上面热负荷,因此,要注意出口温度不能太高,否则会使

产品性能发生变化。

(7) 只有当所需的操作条件稳定后, 喷雾的纯溶剂才可以换成所制备的产品。由于一些产品是在水中浓缩的, 有时少量的溶剂可以喷雾到系统中, 导致稍微高一些输出温度(泵的速率可以通过再次调节使之稍微增加)。

(8) 干燥后的成品干粉, 其颗粒度较均匀、一致, 90%以上的干粉在同一颗粒度范围。

3. 喷雾结束

(1) 当溶液完全喷雾干燥后, 纯溶液应该继续维持喷雾一段时间。为了清除产品在软管和喷嘴附近残留, 空气和溶剂应该交替进行有效的清洗。

(2) 泵的软管打空后, 关掉蠕动泵, 使泵体降低。同时关掉喷嘴清洗器和加热器。

(3) 待装置的温度下降到70℃以下, 才可以关掉抽气泵。

(4) 待抽气泵关掉后, 受粉器才可以移去。且注意当抽气泵运行时, 切勿打开容器, 否则可能造成空气流吹产品, 使产品从接收器中溢出。

(5) 每次喷雾完毕, 按从下至上、从右到左的顺序拆下干燥管路进行清洗, 玻璃容器装置、软管、喷嘴应该清洗干净。

(6) 按照从左向右, 从上到下(喷雾气缸→旋风分离器→空气出口过滤器→喷嘴→过滤器)的顺序依次安装装置。

三、注意事项

(1) BUCHI B-290 小型喷雾干燥器适用于实验室少量样品的干燥, 主要适用于水溶液或悬浮液的干燥。

注意: 对有毒或有害的物质进行喷雾干燥时, 仪器必须安装在密闭的通风橱中。在没有防护措施的地区, 不能使用此仪器。危险性物质使用后, 装置必须进行彻底的清洗, 以避免人接触危险物质所造成的任何伤害。

(2) B-290 型喷雾干燥器在循环系统中没有安装 BUCHIB-295 惰性环, 不能用于有机溶剂的干燥。如果和 B-295 结合, 才可以用于有机溶剂的干燥。

(3) B-290 型喷雾干燥器不能用于易燃易爆性物质及能产生氧气的物质的干燥。

(4) 为避免喷雾干燥器产生静电, 装置必须接地线。玻璃器皿内壁都经抗静电处理, 在一般干燥情况下干粉不会粘到内壁上。但是在接收样品的容器和旋风分离器中仍有可能产生静电, 必须注意消除。

(5) 操作时必须佩戴安全镜, 防护衣等。必须定期检查玻璃器皿是否损伤, 是否有裂痕, 是否有裂点。接地导线(防护导线)绝对不能脱离, 否则, 很有可能遭受电击。

(6) 装置必须储藏、安装在通风干燥处, 在装置附近切忌有易燃的气体或水蒸气等。

(7) 对于某些药品的喷雾干燥, 为达无菌的目的, 可在使用前用高温热空气消毒, 空气进口设置过滤器, 以保持空气的洁净。

(8) 选择相应溶剂, 板上进样手柄进样, 选择适当温度、抽气机比率、泵压, 使干燥室内没有溶剂粘壁。

四、维护和保养

(1) 定期地清洗仪器, 检查仪器是否损坏。切记在维修前注意检查塞子是否从喷雾

干燥器中拔出,压缩空气和冷却水是否关掉。

(2) 玻璃器皿需要用清洁剂(例如温和的肥皂水)进行清洗,轴箱需要用湿布擦洗,切勿使用有机溶剂,注意检查仪器可见部分是否损伤(操作部件,塞子等)。有裂缝的装置部件必须进行替换,管路可以取下来用清洁剂清洗。系统也可以用溶剂进行清洗,首先,排气管必须升高;待系统充满后,溶剂的排水阀打开,排气管降低,倒空清洗的溶液。

(3) 氧传感器使用大约1.5年后会老化,氧传感器显示氧的浓度将大大降低,必须进行及时替换。

第二节 不锈钢立式自动压力蒸汽灭菌器

一、概述

LDZX-40立式自动压力蒸汽灭菌器(图12-5所示)属于湿热灭菌器。湿热灭菌是指物质在灭菌器内利用高温高压的水蒸气或其他热力学灭菌手段杀灭细菌的方法。由于蒸汽比热容大、穿透力强、容易使蛋白质变性或凝固,故其灭菌可靠、操作简便、易于控制,具有灭菌效率高,经济实用等特点。它是目前实验室制剂生产中应用较广泛的一种灭菌方法。

本灭菌器外壳呈方形,主体选用不锈钢材料精制而成。主体上部装有安全阀、放汽阀。安全阀压力超过0.165 MPa后能自动起跳,释放过高的压力,性能可靠。放汽阀灭菌前可排放冷空气及灭菌终了时进行排汽。不锈钢灭菌筐,适用器械、器皿、敷料和培养基等物品的堆放。底部装有下排汽阀,灭菌终了时使用下排汽阀可使灭菌物品干燥更彻底。本器上部装有压力表为双刻度,具有压力、温度读数,指示清晰。控制面板上装置的调温器与定时器能在灭菌时进行温度与时间的设定。

二、操作步骤

操作者必须是经过专业培训、熟悉压力容器操作要领并严格按说明书要求操作,否则会引起误操作发生意外伤人或事故,设备工作过程中,应有专业人员看管。



图12-5 LDZX-40立式自动压力蒸汽灭菌器