



中国科学院教材建设专家委员会规划教材  
全国高等医药院校规划教材

# 药学化学实验 (II)

第2版

◎ 主编 王春华



科学出版社

中国科学院教材建设专家委员会规划教材

全国高等医药院校规划教材

# 药化学实验(Ⅱ)

第2版

主 编 王春华

副主编 姜吉刚 侯桂革

编 委 (以姓氏笔画为序)

马丽英 王 雷 王于杨 王巧云 王春华

王晓艳 丛 蔚 李 凤 李珂珂 李洪娟

李嘉霖 张怀斌 陈向明 赵 峰 赵红艳

荣先国 胡 威 侯桂革 姜吉刚 郭会蕊

高宗华 董秀丽 魏光成

科 学 出 版 社

北 京

## 内 容 简 介

为了培养既有扎实的理论基础、又有较强动手能力的应用型药学类专业人才，我们建立了一体化的药学化学实验教学体系：将无机化学、物理化学、分析化学和药物分析实验融合为《药学化学实验（I）》；将有机化学、药物化学、药物合成实验和天然药物化学实验融合为《药学化学实验（II）》。药学化学实验（II）以有机化学为起点，以药物制备为中心，循序渐进地介绍了药物合成制备和分离提纯的基本原理、实验技能和基本操作技术。

本书适用于高等医药院校药学、生物制药、制药工程、生物技术、医学检验、中药学等专业，也可供其他专业的师生教学或科研工作参考。

### 图书在版编目（CIP）数据

药学化学实验（II） / 王春华主编. —2 版. —北京：科学出版社，2020.1

中国科学院教材建设专家委员会规划教材·全国高等医药院校规划教材  
ISBN 978-7-03-063780-2

I. ①药… II. ①王… III. ①药物化学-化学实验-医学院校-教材  
IV. ①R914-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2019）第 280577 号

责任编辑：王棵樞 胡治国 / 责任校对：郭瑞芝

责任印制：赵 博 / 封面设计：陈 敬

版权所有，违者必究。未经本社许可，数字图书馆不得使用

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码：100717

<http://www.sciencep.com>

北京市密东印刷有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

\*

2015 年 8 月第 一 版 开本：787×1092 1/16

2020 年 1 月第 二 版 印张：21

2020 年 1 月第四次印刷 字数：477 000

定价：88.00 元（全二册）

（如有印装质量问题，我社负责调换）

# 前 言

为了全面贯彻落实全国教育大会和新时代全国高等学校本科教育工作会议精神,切实提高本科教育教学质量,更好地对接学分制人才培养方案,我们按照中国科学院教材建设专家委员会和科学出版社的要求,修订编写了《药学化学实验(II)》第2版教材。

《药学化学实验(II)》(第2版)认真总结了第1版教材的使用经验,在保留第1版特色的基础上,主要有下列变化:一是吸收了一体化教学改革的研究成果,融合了有机化学、药物化学、药剂学、药物分析和药理学实验技术,体现出教学内容一体化的特色;二是整合了实验教学内容,除了对内容相近的实验进行了合并外,还增加了四个包括药物合成、药物分析、药物制剂、药效学、药物代谢动力学等内容一体化的药学综合设计性实验,以便于学生了解创新药物研究与开发的实践过程;三是更新了部分实验设备,为综合性实验的开展奠定了基础。教材的编写秉承了“三基五性”原则,注重学有所用,实验设计紧扣人才培养目标和教学大纲,能满足应用性、创新性人才的培养需求。

全书分为七部分,分别为实验常识,基本操作,性质实验,基础有机合成,药物合成,天然药物化学成分的提取、分离及鉴定,综合设计性实验。本书可供高等医药院校的药学、生物制药、制药工程、生物技术、医学检验、中药学等专业学生使用,也可供其他专业的师生教学或科研工作参考。

本轮教材编写参考和吸收了部分优秀教材内容,在此向有关作者及出版社表示衷心感谢。限于编者水平,本书难免存在疏漏和不当之处,敬请专家、同行及使用本书的同学们提出宝贵意见。

编 者

2019年3月

# 目 录

第一部分	实验常识	179
第二部分	基本操作	186
实验一	熔点和沸点的测定	186
实验二	常压蒸馏	189
实验三	减压蒸馏	191
实验四	水蒸气蒸馏	193
实验五	回流	195
实验六	折射率与旋光度的测定	197
实验七	色谱分离技术	202
实验八	纸上电泳	206
实验九	有机分子结构模型作业	208
第三部分	性质实验	212
实验十	醇和酚的化学性质	212
实验十一	醛和酮的化学性质	214
实验十二	羧酸和羧酸衍生物及其取代羧酸的性质	216
实验十三	含氮有机物的化学性质	220
实验十四	糖的化学性质	222
第四部分	基础有机合成	226
实验十五	1-溴丁烷的制备	226
实验十六	二苯甲醇的制备	229
实验十七	正丁醚的制备	230
实验十八	双酚 A 的制备	232
实验十九	正丁醛的制备	233
实验二十	环己酮的制备	235
实验二十一	己二酸的制备	236
实验二十二	肉桂酸的制备	238
实验二十三	乙酸乙酯的制备	239
实验二十四	丁二酸酐的制备	241
实验二十五	甲基橙的制备	242
实验二十六	8-羟基喹啉的制备	244
实验二十七	肥皂的制备	245
实验二十八	二茂铁的制备	247
第五部分	药物合成	250
实验二十九	苯妥英钠的制备	250
实验三十	香豆素-3-羧酸的制备	252
实验三十一	贝诺酯的制备	255
实验三十二	磺胺醋酰钠的制备	257
实验三十三	美沙拉秦的制备	259
实验三十四	苯佐卡因的制备	261
实验三十五	氟哌酸的制备	264

实验三十六	巴比妥的制备	269
实验三十七	地巴唑的制备	272
实验三十八	盐酸普鲁卡因的制备	274
实验三十九	琥珀酸喘通的制备	277
实验四十	桂皮酰哌啶的制备	278
实验四十一	阿魏酸哌嗪盐和阿魏酸川芎嗪盐的制备	280
实验四十二	查耳酮的制备	282
实验四十三	硝苯地平的制备	283
<b>第六部分</b>	<b>天然药物化学成分的提取、分离及鉴定</b>	<b>285</b>
实验四十四	外消旋苦杏仁酸的拆分	285
实验四十五	茶叶中咖啡碱的提取及分离	287
实验四十六	花生油的提取	289
实验四十七	辣椒红素的提取、分离及鉴定	291
实验四十八	穿心莲内酯的提取、纯化及鉴定	293
实验四十九	大黄中蒽醌类化合物的提取、分离及鉴别	295
实验五十	槐花米中芦丁的提取、分离及鉴定	299
实验五十一	汉防己生物碱的提取、分离及鉴定	302
实验五十二	秦皮中七叶内酯的提取、分离及鉴定	306
实验五十三	黄连中盐酸小檗碱的提取、分离及鉴定	308
<b>第七部分</b>	<b>综合设计性实验</b>	<b>310</b>
实验五十四	未知有机化合物的鉴定	310
实验五十五	新鲜蔬菜中胡萝卜素的提取及分离	311
实验五十六	烟酸的制备	311
实验五十七	盐酸丁咯地尔的制备	312
实验五十八	阿司匹林及其片剂的制备、质量分析和解热作用	313
实验五十九	对乙酰氨基酚及其颗粒剂的制备、质量分析和镇痛作用	314
实验六十	磺胺嘧啶锌的合成、质量分析及其乳膏剂的制备与抗菌性能	315
实验六十一	奥沙普秦的合成、质量分析及其包合物的制备与抗炎作用	316
<b>附录</b>		<b>318</b>
附录 1	常见有机化合物的物理常数	318
附录 2	常用显色剂配制方法	319
附录 3	重要的手性药物拆分方法	322

# 第一部分 实验常识

## 一、实验目的和要求

药学化学实验是药学等专业教学的重要组成部分,通过实验教学,不仅使学生进一步掌握化学的基本理论和实验技能,更重要的是培养学生严谨求实的科学态度和耐心细致的工作作风,使学生在科学方法上得到初步训练,提高综合分析问题和解决问题的能力。

具体要求是:掌握常压蒸馏、减压蒸馏、水蒸气蒸馏、重结晶、萃取、升华、色谱、电泳等分离技术;掌握熔点、沸点、折光率、旋光度等物理常数的测定方法;理解和巩固各类有机化合物的结构、性质和鉴别方法;熟悉常见有机物和药物合成的反应原理、条件控制、产物纯化和鉴定方法;掌握天然药物提取分离、精制及结构鉴别的操作技术。在已具备基本实验技能的前提下,通过综合性、设计性实验,全面了解药物的制备流程,掌握药物制备的相关原理和操作技术。要达到上述目的,需要学生做到以下几点:

(1)在实验前应认真预习实验内容,明确实验目的、原理和注意事项,熟悉实验操作流程,做好实验计划及各项准备工作。

(2)进入实验室后,首先应检查仪器是否完好,使用时应小心谨慎,避免损坏,出现异常要及时报告。

(3)在实验过程中,要严格按照要求进行操作,不能随意改变操作方法和试剂用量。

(4)实验中要认真操作,细心观察,如实准确地记录实验数据。要勤于思考,善于发现和解决实验中出现的的问题。

(5)实验室要保持安静和清洁。不得在实验室中大声喧哗和随意走动。实验过程要做到整洁有序,桌面、抽屉、水槽、地面等要保持干净。火柴梗、废纸及实验垃圾等不能丢入水槽,以免堵塞下水道。

(6)实验完成后,应将玻璃仪器洗涤干净,并按要求摆放整齐。值日生要整理仪器试剂,打扫地面台面,关闭水、电、门窗,请实验室教师检查合格方能离开实验室。

(王春华)

## 二、药学化学实验室安全守则

药学化学实验需要使用各种试剂及仪器设备。不少试剂药品是易燃、易爆,或具有一定毒性的物质。不熟悉药品和仪器性能、违反操作规程或麻痹大意就可能发生中毒、火灾、爆炸、触电、割伤或仪器设备损坏等事故。为预防事故发生和正确处理危险事故,应熟悉实验室安全的基本知识。

(1)预习实验时,要了解所用仪器的性能和药品性质,对实验中可能出现的安全事故进

行预测,制订出预防和处理事故的措施。

(2)实验开始前应检查仪器是否完好无损,安装是否稳妥,装置是否漏气等。在确保安全的情况下方可进行实验。

(3)实验进行时,不得擅自离开岗位,要注意观察实验的进行情况。

(4)当进行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、面罩或橡皮手套等。

(5)使用易燃、易爆药品时,应远离火源。

(6)实验试剂不得入口。严禁在实验室内吸烟或饮食,严禁把餐具带进实验室,更不能把实验器皿当作餐具。实验结束后要漱口、洗手。

(7)要熟悉灭火器材、砂箱以及急救药箱等的放置地点和使用方法,并妥善爱护。安全用具和急救药箱不准移作他用。

(8)一旦发生事故,要及时报告指导教师,并在教师指导下进行妥善处理。

(王春华)

### 三、事故的预防和处理

(1)玻璃割伤:药学化学实验室中最常见的外伤是由玻璃仪器破碎引发的。使用玻璃仪器时要轻拿轻放,不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。安装玻璃仪器时,最好用布片包裹;往玻璃管上连接橡皮管时,最好用水浸湿橡皮管的内口。发生割伤后,应先将伤口处的玻璃碎片取出,再用生理盐水将伤口洗净,轻伤可用“创可贴”,伤口较大时,用纱布包好伤口送医院治疗。割破血管,流血不止时,应先止血。具体方法是:在伤口上方近心端5~10cm处用绷带扎紧或用双手掐住,尽快送医院救治。

(2)药品的灼伤与处理:药品灼伤是由于操作者的皮肤触及腐蚀性化学试剂所致。这些试剂包括:强酸类,特别是氢氟酸及其盐类;强碱类,如碱金属的氢化物、氢氧化物等;氧化剂类,如浓的过氧化氢、过硫酸盐等;还有如溴、钾、钠等某些单质。为防止药品灼伤,取用危险药品时,必须戴橡皮手套和防护眼镜。药品灼伤时,要根据药品性质及灼伤程度采取相应措施:被碱灼伤时,先用大量水冲洗,再用1%~2%的乙酸或硼酸溶液冲洗,用水洗净后涂上烫伤膏;被酸灼伤时先用大量水冲洗,然后用1%~2%的碳酸氢钠溶液冲洗,最后涂上烫伤膏;被溴灼伤时应立即用大量水冲洗,再用医用酒精擦洗或用2%的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色,然后涂上甘油或鱼肝油软膏;被金属钠灼伤时,先用乙醇擦洗,然后用水冲洗,最后涂上烫伤膏;以上这些物质一旦溅入眼睛中,应立即用大量水冲洗,并及时去医院治疗。

(3)防火防爆与灭火:实验室常见的易燃物包括苯、甲苯、甲醇、乙醇、石油醚、丙酮等易燃液体;钾、钠等易燃易爆性固体;硝酸铵、硝酸钾、高氯酸、过氧化钠、过氧化氢、过氧化二苯甲酰等强氧化剂;氢气、乙炔等可燃性气体等。某些化合物容易发生爆炸,如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受热或受到碰撞时均易发生爆炸。含过氧化物的乙醚在蒸馏时也有爆炸的危险。乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸等。为防止火灾和爆炸事故的发生,需要注意以下几点:热源附近严禁放置易燃物,严禁用一只酒精

灯点燃另一只酒精灯，加热设备使用完毕时，必须立即关闭；不能用敞口容器加热和存放易燃、易挥发的试剂。倾倒或使用易燃试剂时，必须远离明火，最好在通风橱中进行；蒸发、蒸馏易燃液体时，不许使用明火直接加热，应根据沸点高低分别用水浴、油浴或砂浴等加热；在蒸发、蒸馏易燃液体过程中，要经常检查实验装置是否破损，是否被堵塞，如发现破损或堵塞应停止加热，将危险排除后再继续实验。要注意，常压蒸馏不能形成密闭系统，减压蒸馏不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接收瓶或反应器；反应过于猛烈时，应适当控制加料速度和反应温度，必要时采取冷却措施；易燃易爆物若不慎外洒，必须迅速清扫干净，并注意室内通风换气；易燃易爆废弃物，不得倒入废液缸和垃圾桶中，应专门回收处理。

实验室起火或爆炸时，要立即切断电源，打开窗户，移走易燃物，然后根据起火或爆炸原因及火势大小采取正确方法灭火。地面或实验台着火，若火势不大，可用湿抹布或砂土扑灭。反应器内着火，可用灭火毯或湿抹布盖住瓶口灭火。有机溶剂和油脂类物质着火，火势小时，可用湿抹布或砂土扑灭，或撒上干燥的碳酸氢钠粉末灭火；火势大时，必须用灭火器扑灭。灭火器分二氧化碳灭火器、泡沫灭火器、四氯化碳灭火器等几种。二氧化碳灭火器是化学实验室最常用的灭火器。使用时，一手提灭火器，一手握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上，打开开关，二氧化碳即可喷出。二氧化碳灭火器灭火后危害小，特别适用于油脂、电器及其他较贵重的仪器着火时灭火。泡沫灭火器适用于油类着火，但污染严重，后处理麻烦；四氯化碳灭火器适用于扑灭电器设备火灾、小范围的汽油、丙酮等着火，不能用于扑灭活泼金属钾、钠的着火；干粉灭火器的主要成分是碳酸氢钠等盐类物质，适用于油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件等物品的初期火灾。电源起火时，立即切断电源，用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火，四氯化碳蒸气有毒，应在空气流通的情况下使用。衣服着火，切勿奔跑，应迅速脱衣，用水浇灭；若火势过猛，应就地卧倒打滚灭火，或迅速以大量水扑灭。一旦发生烧伤，应立即用冷水冲洗、浸泡或湿敷受伤部位。如伤势较轻，涂上苦味酸或烫伤软膏即可；如伤势较重，应立即送医院治疗。

(4) 安全用电：使用电器时，应防止人体与金属导电部分直接接触，不能用湿手或手握湿的物体接触电源插头。实验后应先关闭仪器开关，再将电源插头拔下。实验中如发现麻手等漏电情况发生，应立即报告指导教师。

(5) 防中毒：化学实验所涉及物质大部分具有毒性。 $\text{Br}_2$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{F}_2$ 、 $\text{HBr}$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{HF}$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{COCl}_2$ 、 $\text{NH}_3$ 、 $\text{NO}_2$ 、 $\text{PH}_3$ 、 $\text{HCN}$ 、 $\text{CO}$ 、 $\text{O}_3$  和  $\text{BF}_3$  等均为有毒气体，具有窒息性或刺激性；强酸和强碱均会刺激皮肤，有腐蚀作用，会造成化学烧伤；无机氰化物、 $\text{As}_2\text{O}_3$  等砷化物、 $\text{HgCl}_2$  等可溶性汞化合物为高毒性物质；大部分有机物如苯、甲醇、 $\text{CS}_2$  等有机溶剂、芳香硝基化合物、苯酚、硫酸二甲酯、苯胺及其衍生物等均有较强的毒性。为避免中毒，操作中注意以下事项：只要实验允许，应选用毒性较小的溶剂，如石油醚、丙酮、乙醚等；进行有毒物质实验时，要在通风橱内进行，并保持室内良好通风；鉴别气体气味时，可用手轻轻将少量气流扇向鼻孔，切勿直接俯嗅气体；使用强腐蚀性试剂，如浓酸、浓碱，应谨慎操作，不要溅到衣服或皮肤上，取用这些试剂时应尽可能戴橡皮手套和防护眼镜；尽量避免手与有毒试剂直接接触；用移液管吸取时，必须用橡皮球操作；实验操作的任何时候都不得将瓶口、试管口等对着人的脸部，以防由于气体、液体等冲出造成伤害；实验过程中如发现头晕、无力、呼吸困难等

症状, 应立刻离开实验室, 必要时应到医院就诊。

(赵红艳)

## 四、常用玻璃仪器介绍

### (一) 普通玻璃仪器

常见的普通玻璃仪器有试管、烧杯、量筒等, 如图 1-4-1 所示。

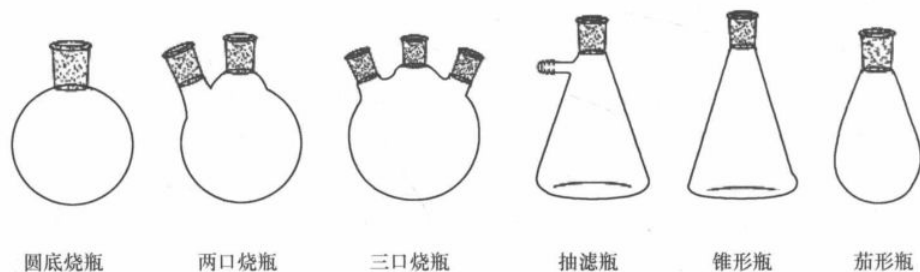


图 1-4-1 常用普通玻璃仪器

### (二) 标准磨口仪器

在有机化学实验和药物合成中通常使用标准磨口的组合玻璃仪器, 统称磨口仪器。这种仪器具有标准化、通用化和系列化等特点。相同标号的仪器之间可以互相连接, 不同标号的仪器之间可以借助于相应标号的磨口接头而连接。连接过程可免去配塞子和钻孔等手续, 还可避免反应物或产物被塞子所沾污。

标准磨口仪器中的标号是根据磨口的最大直径(以 mm 为单位)确定的, 如  $\phi 19$ 、 $\phi 14$  等。化学实验中常用的标准磨口仪器如图 1-4-2 所示。



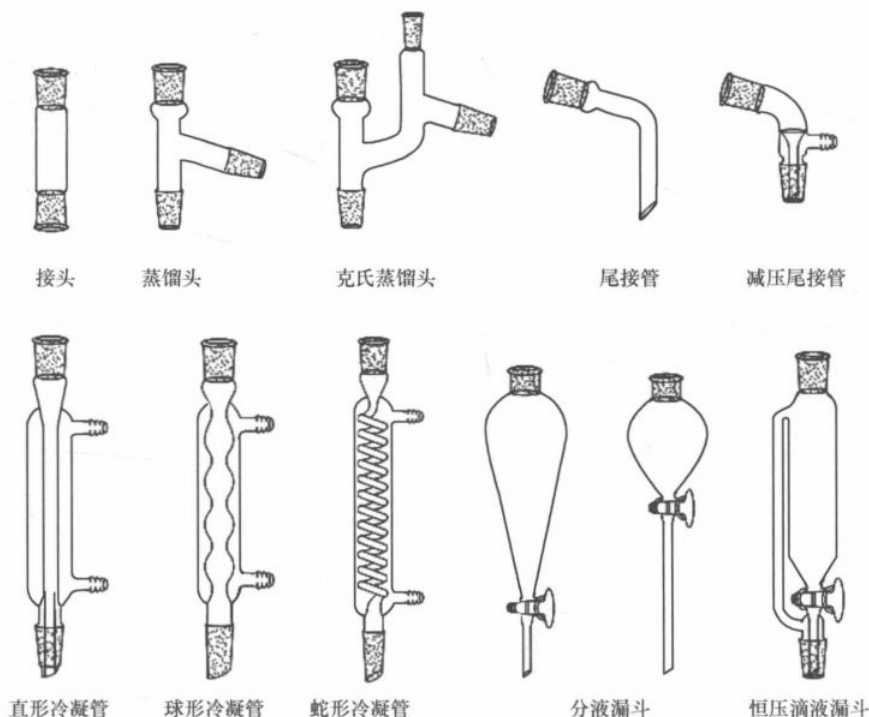


图 1-4-2 常用标准磨口仪器

使用标准磨口仪器时应注意：

- (1) 为避免磨口漏气和粘连，应保持磨口处清洁。用后应立即拆卸洗净，散件存放。
- (2) 洗涤磨口时，避免使用含硬质磨料的去污粉擦洗，以免损坏磨口。
- (3) 常压下使用磨口仪器时，一般无须涂抹润滑剂。若反应物中有强碱，应在磨口处涂抹凡士林，以保护磨口不受腐蚀。在进行减压蒸馏时，应涂上真空油脂。从内磨口涂有润滑剂的仪器中倾出物料前，应先将磨口表面的润滑剂用有机溶剂擦拭干净，以免物料受到污染。
- (4) 磨口处所涂抹的油脂、凡士林等润滑剂未擦拭和洗涤干净时，不能用烘箱烘干，否则润滑剂会因烘烤变硬粘在磨口处而影响磨口质量。
- (5) 安装磨口仪器时注意相对角度，不能在角度有偏差时硬性装拆。应将磨口和磨塞轻轻对旋连接，不能用力过猛，以免损坏仪器。

(赵红艳)

## 五、常用仪器的洗涤、干燥与保养

### (一) 洗涤

实验用过的玻璃器皿必须立即洗涤，否则污垢黏附于器壁上难以清洗。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，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，但用腐蚀性液体洗涤时不用刷子。洗涤玻璃器皿时不应用秃顶的毛刷，也不能用力过猛，它会擦伤玻璃甚至导致玻璃器皿破裂。若难于洗净，则可根据污垢的性质采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。

(1) 铬酸洗液: 这种洗液氧化性很强, 对有机污垢破坏力很强。清洗方法: 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, 用自来水冲洗器皿。若壁上粘有少量碳化残渣, 可加入少量洗液, 浸泡一段时间后在小火上加热, 直到冒出气泡, 碳化残渣被除去。当洗液颜色变绿, 表示洗液已失效, 应该经处理后弃去, 不可倒回洗液瓶中。

(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) 碱液和合成洗涤液: 碱液和合成洗涤液用于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用上述方法不能洗去时, 可选用丙酮、乙醚或苯浸泡(要加盖以免溶剂挥发), 或用氢氧化钠的乙醇溶液浸泡。由于有机溶剂价格较高, 只有在特殊情况下才使用。

## (二) 干燥

有机化学实验经常使用干燥的玻璃仪器, 故应养成在每次实验后立即把玻璃仪器洗净、倒置使之干燥的习惯, 以便下次实验使用。干燥玻璃仪器的方法有下列几种。

(1) 自然风干: 自然风干是指把已洗净的仪器置于干燥架上自然风干, 这是常用且简单的方法。但必须注意, 如玻璃仪器洗得不够干净, 水珠便不易流下, 干燥就会较为缓慢。

(2) 烘干: 把玻璃器皿按顺序从上层往下层放入烘箱烘干, 器皿口向上。带有磨口玻璃塞的仪器, 必须取下活塞, 再行烘干。烘干温度保持在  $100\sim 105^{\circ}\text{C}$ , 约 0.5h, 待降至室温后取出, 切不可趁热取出, 以免破裂。烘箱已工作时不可再往上层放入湿的器皿, 以免水滴下落, 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, 可进行吹干。吹干的方法有两种, 一种是直接吹干; 另一种是先将水尽量沥干, 加入少量丙酮或乙醇摇洗, 倾出溶剂后, 用压缩空气或电吹风通入冷风吹  $1\sim 2\text{min}$ , 待大部分溶剂挥发后, 再吹入热风至完全干燥为止, 最后吹冷风使仪器逐渐冷却。

## (三) 保养

有机化学实验用的各种玻璃仪器的性能不同, 必须掌握它们的性能、保养和洗涤方法, 才能正确使用, 保证实验效果, 避免不必要的损失。下面介绍几种常用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, 容易破碎, 使用时要特别小心。不能用温度计当搅拌棒使用; 不能测定超过温度计的最高刻度的温度; 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, 否则玻璃会破裂, 或水银柱断裂。应将温度计悬挂在铁架台上, 待冷却后把它洗净、擦干, 放回温度计盒内。

(2) 冷凝管: 冷凝管分为直形冷凝管、蛇形冷凝管和球形冷凝管等, 如图 1-4-2 所示。冷凝管通水后重量显著增加, 使用时需要用铁夹固定。内外管都是玻璃质地的冷凝管不适合高温蒸馏。

洗涤冷凝管要用特制的长毛刷, 如用洗涤液或有机溶液洗涤时, 则用软木塞塞住一端。冷凝管不用时, 应直立放置, 使之干燥。

(3) 分液漏斗: 分液漏斗的活塞和盖子需配套使用, 不能相互调换, 以防漏液。用后要在活塞或盖子与磨砂口之间垫一纸片, 以免粘连难于打开。

(4) 砂芯漏斗：砂芯漏斗在使用后应立即用水冲洗，否则难于洗净。砂滤孔径较大的可急水冲洗，孔径较小的可抽滤冲洗。

(5) 厚壁玻璃仪器：厚壁玻璃仪器如抽滤瓶等不能加热；薄壁玻璃仪器如锥形瓶、平底烧瓶等不能用于减压实验；广口容器如烧杯、广口瓶不可存放易燃液体；计量容器如量筒、量杯不能高温加热。

(赵红艳)

## 六、实验报告格式

实验报告主要是对实验现象、实验结果及实验结论的描述，认真写好实验报告是提高分析问题和解决问题能力的良好方式。实验报告必须书写工整，清晰明了，准确反映实验过程。实验报告封面见图 1-6-1，实验报告第二页应列出一学期的实验项目，见图 1-6-2。

药学化学实验	
报告	
专业	_____
班级	_____
姓名	_____
学号	_____

图 1-6-1 实验报告封面

序号	实验项目	成绩	指导教师
1			
2			
3			
4			
5			
6			
...			

图 1-6-2 实验项目列表

普通化学实验报告通常按下列格式书写：

- (1) 目的要求：明确实验的具体任务和目标要求。
- (2) 基本原理：简要叙述基本原理及实验依据，可用化学反应方程式表达。
- (3) 实验器材及试剂：列出主要仪器的名称、型号和试剂药品的名称及浓度，画出主要实验装置图。

(4) 实验步骤：简要描述实际操作过程和注意事项，实验项目和实验现象要相互对应，避免照抄实验教材。

(5) 结果与讨论：如实记录原始数据，认真分析实验结果，得出实验结论。禁止捏造及抄袭他人实验数据。性质实验的步骤、现象和结论最好以表格形式体现；定量实验要报告实验结果的平均值及标准偏差；制备实验要提供产品的形状、颜色、气味和产率；分离实验需提供目标物质的分析和表征等。

(6) 问题与思考：认真记录并分析实验中的异常现象，提出实验改进方法或建议，总结实验成败原因，回答课后思考题。

注意：除特别说明外，每一个实验均须提交实验报告，学期实验结束，实验报告装订成册并上交指导教师。

(马丽英)

## 第二部分 基本操作

基本操作包括物理常数测定、分离提纯技术及模型作业。通过这部分实验使学生掌握熔点、沸点、旋光度、折射率等常用物理常数测定的实验技术；掌握常压蒸馏、减压蒸馏、水蒸气蒸馏、色谱、电泳等分离和提纯方法；理解同分异构现象，建立有机化合物分子立体结构的概念，明确异构体所具有的特有性质。

### 实验一 熔点和沸点的测定

#### 一、目的要求

- (1) 掌握熔点、沸点测定的原理和意义。
- (2) 熟悉熔点及沸点(微量法)的测定方法。

#### 二、实验原理

物质被加热到一定温度时，将从固态转变为液态，此时的温度称为该物质的熔点。纯净的固态有机化合物一般都有固定的熔点，初熔至全熔的温度差(即熔点距)一般在 $0.5\sim 1^{\circ}\text{C}$ ，如果该物质含有杂质，则其熔点往往较纯品低，且熔点距也较大。据此，可通过熔点的测定鉴别物质的纯度并进行定性鉴别。测定熔点的方法有毛细管熔点测定法和显微熔点测定法。实验室常用毛细管熔点测定法。

当给液体加热时，随着温度的升高液体的蒸气压增大，当蒸气压与外界大气压力相等时，液体便开始沸腾，此时的温度称为液体的沸点。液体的沸点与外压有关，外压越大，沸点越高。外界压力等于标准大气压力( $101.3\text{kPa}$ )时的沸点称为正常沸点。通常所说的液体的沸点即为正常沸点。纯净的液体有固定的沸点，而混合液体的沸点是一个温度范围，因此可以用测定沸点来鉴别化合物是否纯净。但需要注意的是具有固定沸点的液体不一定是纯净的化合物，因为某些物质可以形成共沸混合物，例如，68%的乙醇溶液和32%的甲苯形成的二元共沸化合物，在 $76.7^{\circ}\text{C}$ 沸腾。它们虽有固定的沸点，但不是纯净化合物。能够形成共沸物的混合液体不能用常压蒸馏法分开。

#### 三、实验器材及试剂

1. 器材 熔点测定管，毛细管， $0\sim 150^{\circ}\text{C}$ 温度计，酒精灯，表面皿，橡皮圈，玻璃管，小试管，铁架台。
2. 试剂 甘油，尿素，苯甲酸，尿素和苯甲酸混合物，无水乙醇，燃用酒精。

## 四、实验步骤

### (一) 熔点测定

**1. 毛细管封口** 将毛细管的一端置于酒精灯的外焰，慢慢转动加热，玻璃因熔融而封口，转速必须一致，使封口处厚薄均匀(注意检查封口是否严密)。按上述方法封好毛细管六根。

**2. 样品填装** 将少量研细的样品<sup>①</sup>堆置于干净的表面皿上，将毛细管开口的一端插入其中，样品就被挤压入毛细管中。然后将粘在毛细管外面的样品擦净，再把毛细管口朝上，投入竖直的长 30~50cm 的玻璃管中，使其自然下落，重复几次，使样品沉入毛细管底部。样品要装得均匀、结实，高度为 2~3mm。按上述方法分别装入苯甲酸、尿素、苯甲酸和尿素的混合物样品各两根。

**3. 仪器安装** 在熔点测定管中倒入甘油，其高度与侧管上口之上沿相平。将熔点测定管夹于铁架台上，管口配好一个带缺口的软木塞，其中插入一支温度计，缺口对准温度计的刻度，便于观察温度。使温度计的水银球位于熔点测定管两侧管中间，把装入样品的毛细管上端用橡皮圈套在温度计上。毛细管下端有样品部分应紧靠在温度计水银球中部，橡皮圈不要触到浴液，如图 2-1-1 所示。

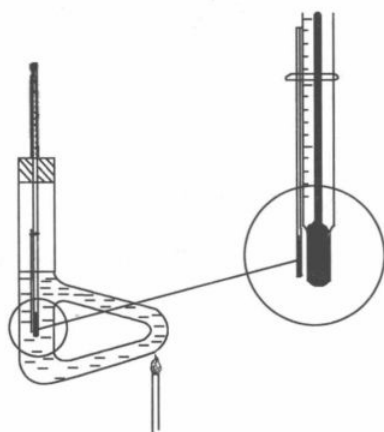


图 2-1-1 熔点测定装置

**4. 熔点测定** 仪器装好后，用小火在图 2-1-1 所示部位加热。先进行粗测，按每分钟 5~6℃ 的速度加热升高温度，当毛细管中的样品刚出现塌落时，表示样品开始熔化，记下初熔的温度，待样品变得透明时，表示完全熔化，记录下全熔时的温度，这样可得出不十分准确的熔点。室温下自然冷却，待浴液温度降至低于样品熔点 20~25℃ 以下时，再另取一根装好同样样品的毛细管进行精测。开始时升高温度的速度可以稍快，到距离熔点 10~15℃ 时，调节火焰，使温度上升速度约为每分钟 1~2℃。仔细观察毛细管中被测物质的变化。记下样品开始塌落和润湿并出现微小液滴时(初熔)和固体完全消失(全熔)的温度，即为被测物质的熔点。例如，某物质在 121.6℃ 时初熔，122.4℃ 时全熔，熔点应记录为 121.6~122.4℃。

### (二) 微量法测沸点

取直径 4~5mm、长 5~6cm 的小试管一支，在试管内加入 2~3 滴无水乙醇，然后在试管内放入一根直径约 1mm、长 7~8cm 上端封闭的毛细管。将试管用橡皮圈固定在温度计的一侧，调整试管高度使液体中部与水银球中间相平。将整套装置放入装有水的熔点测定管中。实验装置如图 2-1-1 所示，将溶液慢慢加热，使温度均匀上升，当温度达到样品的沸点时，可以看到小试管下端断续地有小气泡冒出。当小试管内出现大量快速而连续的气泡时，说明毛细管内的空气已完全被乙醇蒸气所换出，此时立即停止加热。随着温度的

<sup>①</sup>被测样品必须要干燥并研成极细的粉末，才能紧密地填充在毛细管的底部，使导热迅速均匀，结果才准确。

降低, 气泡逐渐减少, 记录下最后一个气泡刚欲缩回毛细管中时的温度。此时液体的蒸气压与大气压相等, 该温度就是被测液体的沸点。粗测、精测各一次, 记录无水乙醇和燃用酒精的沸点。

## 五、注意事项

- (1) 毛细管中的样品填装要均匀、结实。
- (2) 温度控制是熔点测定的关键, 升温速度开始时可以稍快, 接近熔点时要渐慢。
- (3) 仪器安装时要注意溶液的用量, 样品管、温度计的安装位置以及熔点测定管的加热部位。

## 六、思考题

- (1) 影响熔点、沸点测定的因素有哪些?
- (2) 有 A、B、C 三种样品, 其熔点都是  $148\sim 149^{\circ}\text{C}$ , 如何判断它们是否为同一物质?

附: 微量熔点测定仪

用毛细管法测定熔点, 虽然装置简单, 但样品用量大, 且不能观察样品在加热过程中的形态变化。为了克服这些缺点, 可用显微微量装置, 实验室常用的是考费勒微量熔点测定仪, 其仪器装置如图 2-1-2 所示。

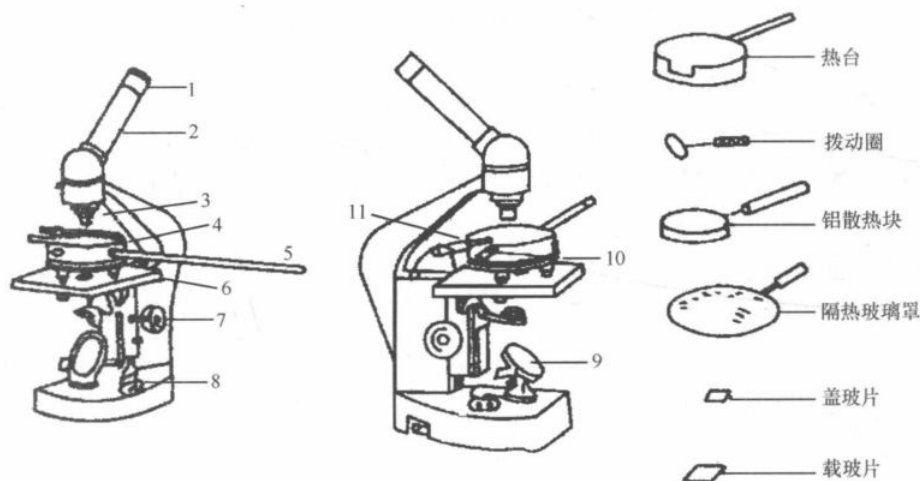


图 2-1-2 考费勒仪器装置

1. 目镜; 2. 棱镜检偏部件; 3. 物镜; 4. 热台; 5. 温度计; 6. 载热台;
7. 粗动手轮; 8. 锁紧螺钉; 9. 反光镜; 10. 拨动圈; 11. 隔热玻璃罩

测定熔点时, 将微量待测样品放在载玻片上, 使其位于电热板的中心空洞上, 用盖玻片盖住样品, 放上隔热玻璃罩。调节镜头, 使显微镜焦点对准样品, 开启加热器, 用可变电阻调节加热速度。当温度接近样品的熔点时, 控制温度上升的速度为  $1\sim 2^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 。当样品棱角变圆时记录温度, 直到结晶完全消失。

熔点测完后, 停止加热, 用镊子移去隔热玻璃罩及载玻片, 将铝散热块盖在加热板上使载热台快速冷却, 然后清洗玻片备用。

(李 凤)

## 实验二 常压蒸馏

### 一、目的要求

- (1) 掌握常压蒸馏的原理及其基本操作方法。
- (2) 了解常压蒸馏及沸点测定的应用。

### 二、实验原理

液体加热变为蒸气, 然后使蒸气冷却凝结为液体, 这两个过程的联合操作称为蒸馏。蒸馏是分离液体混合物的常用方法。由于低沸点物易挥发, 高沸点物难挥发, 固体物更难挥发。通过蒸馏可把沸点相差较大(30℃以上)的两种或两种以上的液体混合物逐一分开, 也可将易挥发物和难挥发物分开, 达到纯化的目的; 除此之外, 借助蒸馏还可以测定液体化合物的沸点, 以鉴定其纯度。

常压蒸馏的方法不能分离共沸混合物, 如乙醇和甲苯形成的二元共沸物含有 68%的乙醇溶液和 32%的甲苯, 在 76.7℃沸腾; 乙醇与水形成的二元共沸物中含有 95.5%的乙醇溶液和 4.5%的水, 在 78.1℃沸腾。它们具有固定的沸点, 不能用常压蒸馏法分开。

单次蒸馏(简单蒸馏)只能使液体混合物得到初步的分离。为了获得高纯度的产品, 理论上可采用分馏和精馏的方法, 即将简单蒸馏得到的馏出液和混合液再经多次汽化和冷凝, 以得到纯度更高的物质。在实验室中, 分馏常采用分馏柱来实现, 而精馏需要专门的精馏塔来完成。

为了消除在蒸馏过程中的局部过热现象, 防止暴沸, 常加入素烧瓷片、沸石或一端封口的毛细管。如果加热前忘加沸石, 应停止加热, 待液体稍冷后再加。如果沸腾中途停止, 则在重新加热前加入新的沸石。

自来水中常含有  $K^+$ 、 $Na^+$ 、 $Ca^{2+}$ 、 $Mg^{2+}$ 、 $Cl^-$ 、 $SO_4^{2-}$  及某些气体等杂质。若用自来水配制溶液, 这些杂质可能会与溶质分子发生反应, 或者对实验产生干扰和影响。因此, 溶液的配制都要用纯水。实验室用纯水通常是蒸馏水。由于绝大部分无机盐不易挥发, 因此蒸馏可以去除绝大多数阴、阳离子而得到较纯净的蒸馏水。

### 三、实验器材及试剂

1. 器材 250ml 蒸馏瓶, 蒸馏头, 温度计套管, 0~150℃温度计, 冷凝管, 尾接管, 锥形瓶, 铁架台, 铁夹, 电热套(或者铁圈, 石棉网, 酒精灯), 量筒, 沸石, 橡皮管, 长颈漏斗, 锥形瓶, 烧杯, 试管。