

# 制药工程综合实验

叶勇，刘华鼎主编



华南理工大学出版社



# 制药工程综合实验

叶 勇 刘华黛 主 编



华南理工大学出版社  
SOUTH CHINA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

· 广州 ·

## 图书在版编目(CIP)数据

制药工程综合实验/叶勇,刘华鼐主编. —广州: 华南理工大学出版社, 2020. 6  
ISBN 978 - 7 - 5623 - 6260 - 9

I. ①制… II. ①叶… ②刘… III. ①制药工业 - 化学工程 - 实验 - 高等学校 - 教材  
IV. ①TQ46 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2020)第 088583 号

## 制药工程综合实验

叶勇 刘华鼐 主编

---

出 版 人: 卢家明

出版发行: 华南理工大学出版社

(广州五山华南理工大学 17 号楼, 邮编 510640)

<http://www.scutpress.com.cn> E-mail: [scute13@scut.edu.cn](mailto:scute13@scut.edu.cn)

营销部电话: 020 - 87113487 87111048 (传真)

策划编辑: 张 颖

责任编辑: 唐燕池 袁 泽

印 刷 者: 虎彩印艺股份有限公司

开 本: 787mm × 1092mm 1/16 印张: 8.75 字数: 216 千

版 次: 2020 年 6 月第 1 版 2020 年 6 月第 1 次印刷

定 价: 28.00 元

---

版权所有 盗版必究 印装差错 负责调换

# 前 言

制药工程是由工程学、药学、化学、生物技术和相关管理法规等相互渗透而形成的新兴交叉学科，它与传统化工、药学类专业有着密切联系，但又存在着本质区别。制药工程是一门工程技术科学，其目的是在化学制药、中药制药、生物制药等领域中寻求共性知识和普遍规律，解决药品生产过程中的工程技术问题和实施 GMP 管理的相关问题，培养药品质量和制药过程效率双向定位的创新型人才。制药工程专业实验作为连接制药过程专业理论知识与实践的桥梁，既能加深学生对制药工程专业理论的理解和掌握，又能培养学生运用制药工程专业理论知识分析问题、解决问题的素养和技能，是十分重要的课程。

本书内容包括药物化学、药物合成反应、药物分离、药物分析、药物制剂等方面的知识，结合药物检测技术、现代色谱分析技术，使学生掌握药物制造的整个过程及质量控制技术。此外，在一般专业基础实验的基础上，增设了综合性实验、设计性实验、创新探索性实验和工程化实验，以锻炼学生的科研、创新能力。实验内容具有一定的代表性、新颖性和拓展性。

本书可作为制药工程等相关专业本科生和研究生的实验教材，也可作为药学等相关专业的实验工具书。由于编者水平有限，书中难免有错漏，请读者不吝指正。

编 者  
2019 年 8 月

# 目 录

1 制药工程实验室管理规范 .....	1
1.1 实验室安全操作规程 .....	1
1.2 实验室学生守则 .....	2
1.3 实验室教师守则 .....	3
1.4 实验室安全用电和灭火器使用须知 .....	4
1.5 实验室使用和放置危险化学品须知 .....	5
1.6 实验记录及实验报告的书写 .....	7
2 专业基础实验 .....	9
2.1 药物合成实验 .....	9
2.1.1 乙酰水杨酸的合成 .....	9
2.1.2 硝苯地平的合成 .....	12
2.1.3 水杨酰苯胺的制备 .....	13
2.1.4 地巴唑的合成 .....	15
2.1.5 L-抗坏血酸棕榈酸酯的合成 .....	17
2.1.6 抗菌肽合成实验 .....	18
2.1.7 赖氨酸的发酵实验 .....	20
2.1.8 基因工程制备干扰素 .....	22
2.2 分离提取实验 .....	24
2.2.1 茶多酚的提取与精制工艺实验 .....	24
2.2.2 茶叶咖啡因的提取与鉴定 .....	26
2.2.3 茶多糖的提取与纯化 .....	28
2.2.4 黄芩中黄芩苷的提取、纯化、水解及鉴定 .....	29
2.2.5 胆红素的提取及含量测定 .....	31
2.2.6 辅酶 Q10 的制备及检测 .....	33
2.2.7 细胞色素 c 的提取与纯化 .....	35
2.2.8 DNA 的分离及纯化 .....	38
2.3 制剂实验 .....	40
2.3.1 片剂的制备和质量检查 .....	40
2.3.2 滴丸的制备和质量检查 .....	43
2.3.3 半固体制剂(软膏剂)的制备和质量检查 .....	46
2.3.4 栓剂的制备和质量检查 .....	49
2.3.5 颗粒剂的制备和质量检查 .....	52
2.3.6 胶囊剂的制备和质量检查 .....	54

2.3.7	注射剂的制备和质量检查	55
2.3.8	冻干粉针剂的制备和质量检查	58
2.4	药物分析实验	59
2.4.1	氯霉素眼药水的高效液相色谱分析法	59
2.4.2	阿司匹林中乙酰水杨酸的含量测定	61
2.4.3	地塞米松磷酸钠中有机溶剂残留量和维生素 E 片剂含量分析	63
2.4.4	冰片 (合成龙脑) 中龙脑的含量测定	64
2.4.5	红外吸收光谱分析实验	65
2.4.6	复方乙酰水杨酸片中主要成分的含量测定	67
2.4.7	蛋白质含量的测定	70
2.4.8	维生素 AD 胶丸中维生素 A 的含量测定	72
3	综合性实验	75
3.1	药品的制备与提取	75
3.1.1	藜芦酸的制备工艺及过程监控	75
3.1.2	秦皮中七叶苷、七叶内酯的提取、分离与鉴定	77
3.1.3	茶叶的综合提取实验	79
3.1.4	鱼肝油微胶囊的制备及包封率的测定	80
3.1.5	氧化苦参碱缓释片的制备及释放速率的测定	82
3.1.6	卵磷脂的提取工艺过程及脂质体的制备	83
3.1.7	胃蛋白酶及胃蛋白酶合剂的制备	88
3.2	药品的质量检验	90
3.2.1	牛黄解毒片的鉴别	90
3.2.2	头孢氨苄胶囊的含量测定	92
3.2.3	扑尔敏片剂的质量监控	93
4	设计性实验	95
4.1	消炎痛的合成工艺路线与设计	95
4.2	槐花中芦丁的提取分离方法与设计	97
4.3	液体石蜡微胶囊的制备工艺和设计	99
4.4	茶皂苷元水解制备和纯化工艺设计	100
4.5	植物多糖的含量分析方法设计	102
4.6	注射剂的制备工艺设计	103
4.7	基因工程药物的设计	105
5	创新探索性实验	107
5.1	手性化合物苯乙胺的合成与外消旋体的拆分	107
5.2	光活性成分脱镁叶绿酸的提取分离与荧光特性	109
5.3	纳米药物的制备与表征	111
5.4	多肽的制备与组成分析	113

5.5	基因工程药物的制备与分析 .....	114
6	工程化实验 .....	117
6.1	艾叶中挥发油的超临界 CO <sub>2</sub> 萃取 .....	117
6.2	乙酯化鱼油中 EPA 和 DHA 的分子蒸馏纯化实验 .....	119
6.3	膜分离技术提取中药的有效成分 .....	121
6.4	大孔吸附树脂技术分离纯化黄酮 .....	123
6.5	流化床沸腾制粒实验 .....	126
6.6	软胶囊制备实验 .....	127
6.7	发酵制药实验 .....	128

# 制药工程实验室管理规范

制药工程是一门实践性较强的学科，同时也是药学相关专业学生的重要学习内容之一。实验室工作是科学实践的重要手段之一，只有严肃认真地进行实验，才能获得可靠的结果，并从中找出反映客观实际的规律。因此，如何养成严谨的科学态度和良好的工作作风是实验课程中必不可少的教学内容。

在进入实验室之前，了解关于实验室的安全知识，有利于增强师生的安全意识和责任感。所以在进实验室前，指导教师须根据实验室的具体情况向学生讲解需要注意的事项及消防安全须知。

进入实验室后，首先要了解实验室的布置、实验的类型、仪器和药品的信息，还要了解如何预测在实验工作中可能出现的突发状况及危险，做好相应的准备和预案，并定期检查安全防护设备，做到有备无患。此外，要知道紧急出口、灭火器和消防栓、紧急冲淋装置和洗眼器的位置，以便在突发事件发生后第一时间作出反应。对于安装有门禁系统的实验室，应知道在玻璃门内侧安装有用于紧急逃生的铁锤等工具，防止因断电造成门禁系统打不开而无法疏散与逃生的情况发生。

开始实验工作后，接触化学品的师生要注意防护。进入实验室时应穿实验服，同时注意局部防护，必要时佩戴安全防护眼镜、防护手套、防护面罩、防毒面具、呼吸器等个人防护用具。实验室中的钢瓶必须固定，严禁放倒使用，严禁阳光暴晒，防止出现意外。实验室的药品要分类存放，模糊或脱落的药品标签要及时更新。废液要分类收集、记录，预约外送；废液体积不应超过废液桶容积的90%。破碎的玻璃器皿应放于不易划破的容器内收集并送废物回收站。严禁随意丢弃废液、实验废弃物、药品空瓶。实验室应及时妥善地处理废弃的药品、实验样品等，保证实验室整洁有序。

不要在实验室内进食、喝水、化妆；不要在实验室内的冰箱、冰柜、冷藏间、烘箱内存放食物；不喝实验用水龙头流出的水；不要用实验器皿盛装食物；避免单人做实验；进行实验时，人不能离开现场。

实验室属于小型公共场所，师生都应树立安全观念，增强责任意识，养成良好的实验习惯，这样才能造就整洁、有序、安全与和谐实验环境。

## 1.1 实验室安全操作规程

(1) 不提倡明火加热，尽量使用油浴等加热方式；温控仪要接变压器，过夜加热时，电压不可超过110V；要严格检查各种线路的接头，发现有被氧化或被烧焦的痕迹时，应更换新的接头。

(2) 所有通气实验装置(除高压反应釜)都应接有出气口，避免使用气球；需要隔绝空

气的，可用惰性气体或油封来实现。

(3) 在实验操作中，应保证装置各部分无泄漏(液体、气体、固体)，特别是在加热和搅拌时。

(4) 各类加热器都应该有控温系统，如通过继电器控温，一定要保证继电器的质量和有效工作时间，被氧化的接触点要及时更换，加热器的各种插头都应插到位并与插座紧密接触。

(5) 实验室各种溶剂和药品均不得敞口存放，所有具有挥发性和有气味的物质都应放在通风橱或通风橱下的柜子中，并保证柜中有孔洞与通风橱相通。

(6) 加热和回流时，液体量不能超过瓶容量的  $2/3$ ，冷却装置要确保能使被冷却物质的温度低于沸点；旋转蒸发时，液体量不应超过瓶容量的  $1/2$ 。

(7) 要熟悉减压蒸馏的操作程序，防止发生倒吸和暴沸事故。

(8) 进行高压实验时，通风橱内应配备保护盾牌，实验人员必须戴防护眼镜。

(9) 正确操作气体钢瓶并牢记各种钢瓶的颜色和对应气体的性质。

(10) 保证煤气开关和接头的密封性，实验人员应能够独立检查漏气的部位。

(11) 各实验室都应配备有沙箱、灭火器和石棉布，实验人员必须知道何种情况下用何种方法灭火，同时能熟练使用灭火器。

(12) 各实验室都应有应对割伤，烫伤，酸、碱、溴等腐蚀损伤的常规药品，实验人员应该清楚如何进行急救。

(13) 进入实验室工作的人员，必须熟悉实验室及其周围的环境，如水阀、电闸、灭火器及实验室外消防水源等设施的位置。

(14) 离开实验室时，必须认真检查水、电、门、窗、气，拉闸断电，关闭门、窗、气、水后才能离开。

(15) 增强环保意识，不乱排放有害药品、液体、气体，以免污染环境。

(16) 严格按照规定放置、使用和报废各类钢瓶及加压装置，正确使用加热装置(包括电炉、烘箱等)和取暖装置。

(17) 规范使用仪器、设备并进行日常维护。

## 1.2 实验室学生守则

(1) 遵守实验室制度，维护实验室安全，不违章操作，严防爆炸、着火、中毒、触电、漏水等事故的发生。若发生事故应立即报告指导教师。

(2) 进入实验室必须穿实验服，保持实验室内整洁、安静，实验课不得迟到、早退，不得喧哗、打闹、吸烟、进食和随地吐痰；不得穿凉鞋、高跟鞋或拖鞋；留长发者应束扎头发。

(3) 实验前做好预习，明确实验内容，了解实验的基本原理、方法和操作规程，安排好当天计划，争取准时结束。实验前应清点仪器数量，检查仪器是否完整，装置是否连接正确，合格后方可进行实验。

(4) 实验时，应认真操作，仔细观察，注意理论联系实际，用已学的知识判断、理解、

分析和解决在实验中观察到的现象和遇到的问题，提高自己分析和解决问题的能力。依据实验要求，如实而有条理地记录实验现象和实验数据，不能随意涂改记录。严禁编造数据，弄虚作假。

(5) 实验后要及时总结经验教训，不断提高实验工作能力；要认真书写实验报告，实验报告的字迹要工整，图表要清晰，按时交给指导教师批阅；若实验报告不符合要求，必须返工重做。

(6) 进行动物实验时，尤其是在杀死或解剖动物等操作中，必须按照规定方法操作。不可戏弄动物，绝对不能用动物、手术器械开玩笑。

(7) 要爱护仪器。在实验前应熟知贵重仪器的使用方法。使用时，要严格遵守操作规程。发生故障时，应立即停止仪器的运转，告知管理人员，切勿擅自拆修。使用后，应按规定登记。共用仪器及药品用完后，立即返还原处。仪器破损时，应填写破损报告单，注明原因。

(8) 严格执行各项实验室安全规范，节约水电、试剂，严格控制药品用量。不可调换试剂瓶塞，以免污染；仪器要洗刷干净。未经允许不得将实验室的药品器材带出实验室。

(9) 保持实验室内整洁。学生轮流值日，每次实验完毕，值日生负责整理共用仪器，将实验台、地面打扫干净，清理废物缸，检查水、电和门窗是否关闭。实验台上不放无用的药品、仪器，在实验时要做到水槽、仪器、桌面、地上清洁整齐。注意避免实验室水槽被抹布和碎拖布条堵塞。

(10) 沙箱、石棉布、灭火器等消防器材应放在方便固定的地点，不能随意移动。这些消防器材应随时处于备用状态。万一不慎着火，要沉着冷静，积极抢救，立即切断室内电源和火源，用石棉布将着火位置盖严，使其断绝空气而熄灭。或视具体情况选用适当消防器材进行灭火。熟练掌握灭火器使用方法，遇事及时向指导教师汇报。在实验室较常使用的是二氧化碳灭火器，它具有不腐蚀不导电的优点。

(11) 手上有水或潮湿时请勿接触电器设备；严禁使用水槽旁的电源插座(防止漏电)。电源插座请勿接太多插头，以免因电路超负荷而引起火灾。实验室内不得使用明火取暖，严禁抽烟。

(12) 培养良好的职业道德，养成良好的实验室工作习惯，勤奋好学，吃苦耐劳，爱护集体，关心他人。

### 1.3 实验室教师守则

(1) 认真履行职责，确保实验室各项教学科研任务顺利完成。

(2) 做好实验前的准备工作，对每个实验的目的、方法、步骤都要详细设计，并准备好试剂和用品，确保学生实验的顺利进行，确保实验室及实验室人员的安全。

(3) 严格要求学生，培养学生的实验动手能力，使学生养成良好的实验室工作习惯。

(4) 认真指导学生实验，严格检查学生的实验数据，发现问题及时纠正。

(5) 做好实验日志，维护好实验仪器设备，对有故障和损坏的仪器设备及时填写相应的记录并报修。

(6) 负责大型仪器实验教学的教师要全面掌握仪器的性能和操作规程，严格执行仪器使用和维护记录制度，认真记录开关机时间、所测样品、参加培训的人员以及仪器的运行状况，定期检查仪器的性能指标，确保实验数据准确无误。

(7) 对未按要求完成实验准备工作、不认真进行实验操作或违反实验室制度的学生，应予以严厉批评，及时制止错误行为。

(8) 定期检查实验室安全，落实实验室安全防范措施，及时消除安全隐患。

(9) 注意节水、节电、节约材料，杜绝浪费，保持实验室内的日常清洁卫生。

(10) 下班或离开实验室时，必须锁门、关窗、断水、断电。

(11) 不断学习，积极探索和改进实验教学内容和教学方法，努力提高教学质量。

## 1.4 实验室安全用电和灭火器使用须知

### 1. 实验室安全用电须知

(1) 实验人员必须时刻牢记“安全第一，预防为主”的方针和“谁主管，谁负责”的原则，做好实验室用电安全工作。

(2) 使用电子仪器设备时，应先了解其性能，按操作规程操作。实验前先检查用电设备，再接通电源；实验结束后，先关闭仪器设备，再关闭电源。

(3) 若电器设备出现过热现象或出现焦糊味时，应立即关闭电源。

(4) 实验人员如离开实验室或遇突然断电，应关闭电源，尤其要关闭加热电器的电源。

(5) 电源或电器设备的保险丝烧断后，应先检查保险丝烧断的原因，排除故障后再按原负荷更换合适的保险丝，不得随意用大负荷的保险丝或其他金属线代替。

(6) 实验室内不能有裸露的电线头；如有裸露电线，应设置安全罩；需接地的设备要按照规定接地，以防发生漏电、触电事故。

(7) 如有人触电，应立即切断电源或用绝缘物体将电线与触电者分离，再实施抢救。

(8) 电源开关附近不得存放易燃易爆物品或堆放杂物，以免引发火灾事故。

(9) 电器设备或电源线路应由专业人员按规定装设，严禁超负荷用电；不准乱拉、乱接电线；严禁在实验室内用电炉、电加热器取暖，严禁实验工作以外的其他用电。

(10) 严格执行学校关于用电方面的规章制度。

### 2. 灭火器使用须知

目前，实验室和公共场所使用的灭火器多为手提式二氧化碳灭火器和手提贮压(ABC)干粉灭火器，它们的工作原理相同，使用方法如下：

(1) 携灭火器到火灾现场。

(2) 操作者将灭火器把上的保险插销拔掉。

(3) 操作者一手握住喷射软管，将喷嘴对准火焰根部，另一手压下压把。

(4) 灭火器可喷射，也可点射，按下即喷，松开即停。

(5) 干粉灭火器用后可重新装粉，反复使用。

## 1.5 实验室使用和放置危险化学品须知

实验室常用危险化学品主要分为八类：爆炸物，压缩气体和液化气体，易燃液体，易燃固体、易自燃物质和遇湿易燃物质，氧化物和有机过氧化物，有毒物质，放射性物质，腐蚀性物质。各类危险化学品中常见试剂及使用注意事项如下。

### 1. 爆炸物

如 2,4,6-三硝基甲苯 [别名梯恩梯或茶色炸药，分子式  $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3$ ]，环三次甲基三硝胺 [别名黑索金，分子式  $\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_3(\text{NO}_2)_3$ ]，雷酸汞 [ $\text{Hg}(\text{ONC})_2$ ] 等。

注意事项：

① 放置在阴凉通风处，远离明火、远离热源，防止阳光直射，存放温度一般为  $15 \sim 30^\circ\text{C}$ ，相对湿度一般为  $65\% \sim 75\%$ 。

② 严防撞击、摔、滚、摩擦。

③ 严禁与氧化剂、易自燃物质、酸类物质、碱类物质、盐类物质、易燃物质、金属粉末放在一起。

④ 严格执行“双人保管、双人账、双把锁”的规定。

### 2. 压缩气体和液化气体

易燃气体：如正丁烷、氢气、乙炔等。

不燃气体：如氮气、二氧化碳、氙气、氩气、氦气、氖气等。

有毒气体：如氯气、二氧化硫、氨气等。

注意事项：同各类钢瓶管理规定。

### 3. 易燃液体

如汽油、乙硫醇、二乙胺、乙醚、丙酮等。

注意事项：

① 放置在阴凉通风处，远离火种、热源、氧化剂及酸类物质。

② 存放处温度不得超过  $30^\circ\text{C}$

③ 轻拿轻放，严禁滚动、摩擦和碰撞。

④ 定期检查。

### 4. 易燃固体、易自燃物质和遇湿易燃物质

(1) 易燃固体：如 N,N-二硝基五亚基四胺、二硝基苯酚、红磷等。

注意事项：

① 放在阴凉通风处，远离火种、热源、氧化剂及酸类物质。

② 不要与其他危险化学试剂混放。

③ 轻拿轻放，严禁滚动、摩擦和碰撞。

④ 防止受潮发霉变质。

(2) 易自燃物质：如二乙基锌、连二亚硫酸钠、黄磷等。

注意事项:

- ①放置在阴凉、通风、干燥处，远离火种、热源，防止阳光直射。
  - ②不要与酸类物质、氧化剂、金属粉末和易燃易爆物品共同存放。
  - ③轻拿轻放，严禁滚动、摩擦和碰撞。
- (3) 遇湿易燃物质：如三氯硅烷、碳化钙等。

注意事项:

- ①存放在干燥处。
- ②与酸类物质隔离。
- ③不要与易燃物质共同存放。
- ④防止撞击、震动、摩擦。

## 5. 氧化物和有机过氧化物

(1) 氧化物：如过氧化钠、过氧化氢溶液、硝酸铵、氯酸钾、次氯酸钙、重铬酸钠等。

注意事项:

- ①密封存放在阴凉干燥处。
- ②与有机物、易燃物、硫、磷、还原剂、酸类物质分开存放。
- ③轻拿轻放，不要碰触皮肤，一旦误触，应立即用水冲洗。

(2) 有机过氧化物：如过乙酸、过氧化十二酰、过氧化甲乙酮等。

注意事项:

- ①存放在清洁、阴凉、干燥、通风处。
- ②远离火种、热源，防止日光暴晒。
- ③不要与酸类、易燃物、有机物、还原剂、易自燃物、遇湿易燃物存放在一起。
- ④轻拿轻放，避免碰撞、摩擦，防止引起爆炸。

## 6. 有毒物质

有毒物质分剧毒和毒害两类。

(1) 剧毒类：无机剧毒类，如氰化物、砷化物、硒化物，汞、钷、铊、磷的化合物等；有机剧毒类，如硫酸二甲酯、四乙基铅、醋酸苯等。

(2) 毒害类：无机毒害类，如铅、钡、氟的化合物等；有机毒害类，如乙二酸、四氯乙烯、甲苯二异氰酸酯、苯胺等。

注意事项:

- ①放置在通风处，远离明火、远离热源。
- ②一般不得和其他种类的物品(包括非危险品)共同放置，特别是不能与酸类及氧化剂共放，更不能与食品放在一起。
- ③进行有毒化学试剂实验时，对试剂应轻拿轻放，严禁碰撞、翻滚，以免摔破漏出。
- ④操作时，应穿戴防护服、口罩、手套。
- ⑤实验时严禁饮食、吸烟。
- ⑥实验后应洗澡和更换衣物。

## 7. 放射性物质

如钴-60、独居石、镭、天然铀等。

注意事项:

- ①用铅制罐、铁制罐或铅铁组合罐盛装。
- ②实验人员必须做好个人防护，工作完毕后必须洗澡更衣。
- ③严格按照放射性物质管理规定管理放射源。

### 8. 腐蚀性物质

(1) 酸性腐蚀性物质，如硝酸、硫酸、盐酸、五氯化磷、磷酸、甲酸、氯乙酰氯、冰醋酸、氯磺酸、溴素等。

(2) 碱性腐蚀性物质，如氢氧化钠、硫化钠、乙醇钠、二乙醇胺、二环己胺、水合肼等。

注意事项:

- ①腐蚀性化学试剂的品种比较复杂，应根据它们各自的性质分别存放。
- ②易燃、易挥发物质如甲酸、溴乙酰等，应放在阴凉、通风处。
- ③受冻易结冰的物质如冰醋酸，低温易聚合变质的物质如甲醛，则应存放在冬暖夏凉处。
- ④有机腐蚀性物质应存放在远离火种、热源及氧化剂、易燃品、遇湿易燃物品的地方。
- ⑤遇水易分解的腐蚀性物质，如五氧化二磷、三氯化铝等应存放在较干燥的地方。
- ⑥漂白粉、次氯酸钠溶液应避免阳光照射。
- ⑦碱性腐蚀性物质应与酸分开存放。
- ⑧氧化性酸应远离易燃物品。
- ⑨实验室应常备如苏打水、稀硼酸水、清水等用于救护的物品和药水。
- ⑩做实验时应穿戴防护用品，避免洒落、碰翻、倾倒腐蚀性化学试剂。

实验时，人体一旦误触腐蚀性化学试剂，应立即用清水冲洗接触腐蚀性化学试剂的部位 5 ~ 10 min，并视情况决定是否就医。

## 1.6 实验记录及实验报告的书写

制药工程专业实验是在有关理论指导下的实践。实验目的在于让学生通过实践掌握科学观察的基本方法和技能，培养科学思维、分析判断及解决实际问题的能力，培养尊重科学事实和真理的学风和科学态度，加深对制药工程专业理论的认识。

为了达到实验的目的，制药工程专业实验要求学生在实验前进行预习，以对实验的内容、目的、要求、基本原理、基本操作及注意事项有初步的了解；要求学生在实验中合理组织安排时间，严肃认真地进行操作，细致观察各种变化，如实做好实验结果的记录；还要求学生在操作结束后认真进行计算或分析，写好实验报告。

### 1. 实验记录

实验前应认真预习，将实验目的、要求、原理、实验内容、操作方法与步骤等简明扼要地写在记录本上。

实验记录本要标上页码，不要撕去任何一页。实验记录不能用铅笔书写，须用钢笔或圆珠笔书写。记录不要擦抹及涂改，写错时可以划去重写。

实验中观察到的现象、结果和数据，应及时直接记录在记录本上，绝对不可用单张纸做记录或草稿。原始记录必须及时、准确、如实、详尽和清楚。“及时”是指在实验中随时将观察到的现象、结果、数据记录在记录本上，因为回顾性的记录容易造成无意或有意的失真。

实验结果的记录不可掺杂任何主观因素，不能受现成资料及他人实验结果的影响。若出现“不正常”的现象，更应如实详尽地记录。

表格式的记录方式简练而清楚，值得提倡。记录时字迹必须清楚，不要使用易于涂改及消退的笔做原始记录。对于在定量实验中观测的数据，应设计一定的表格(简易形式)准确记录，并根据仪器的精确度记录有效数字。每一结果至少重复观察两次，在结果符合实验要求并确定仪器正常工作后再写在记录本上。实验记录中的每个数字都反映一次的测量结果，所以在重复观测时，即使数据与前一次完全相同，也应如实记录下来。数据的计算也应记录在记录本上，一般写在正式记录的左边一栏。总之，对实验的每个结果都应正确无遗漏地做好记录。

完整的实验记录应包括日期、题目(内容)、目的、操作、现象及结果(包括计算结果及各种图表)。实验中使用仪器的类型、编号以及试剂的规格、化学式、相对分子质量、准确的浓度等，都应该记录清楚，以便总结实验时进行核对和作为查找成败原因的参考依据。使用精密仪器进行实验时，还应记录仪器的型号及编号。

发现实验记录的结果有异常、遗漏、丢失等情况时，必须重做实验。如将不可靠的结果当作正确的记录，在实际工作中可能造成难以估计的损失。

## 2. 实验报告

实验结束后，应及时整理和总结实验结果，写出实验报告。实验报告应包括以下内容：

- ①实验目的及要求。
- ②实验原理。
- ③实验设备与材料：设备名称、型号，试剂药品名称、规格等。
- ④实验流程：应有流程简图及叙述，以实际实验过程为准。
- ⑤实验现象及数据记录：应对实验中观察到的现象进行记录，并完整、准确地记录各种实验数据。
- ⑥数据处理及结论：写明数据处理的原理、公式、计算过程，得出合理的结论。
- ⑦结果分析及讨论：对实验中所获得的各种图表和数据进行分析，并用所学专业知给予充分、合理的解释或说明。
- ⑧问题及思考：针对实验中存在的问题提出改进方法，或提出自己的一些新见解。

# 专业基础实验

## 2.1 药物合成实验

### 2.1.1 乙酰水杨酸的合成

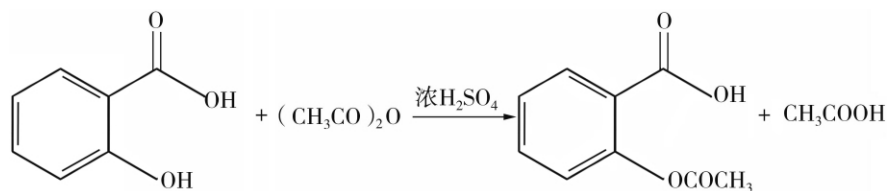
#### 1. 实验目的

- (1) 通过本实验了解乙酰水杨酸的制备原理和方法。
- (2) 进一步熟悉重结晶、熔点测定、抽滤等基本操作。
- (3) 了解乙酰水杨酸的应用价值。

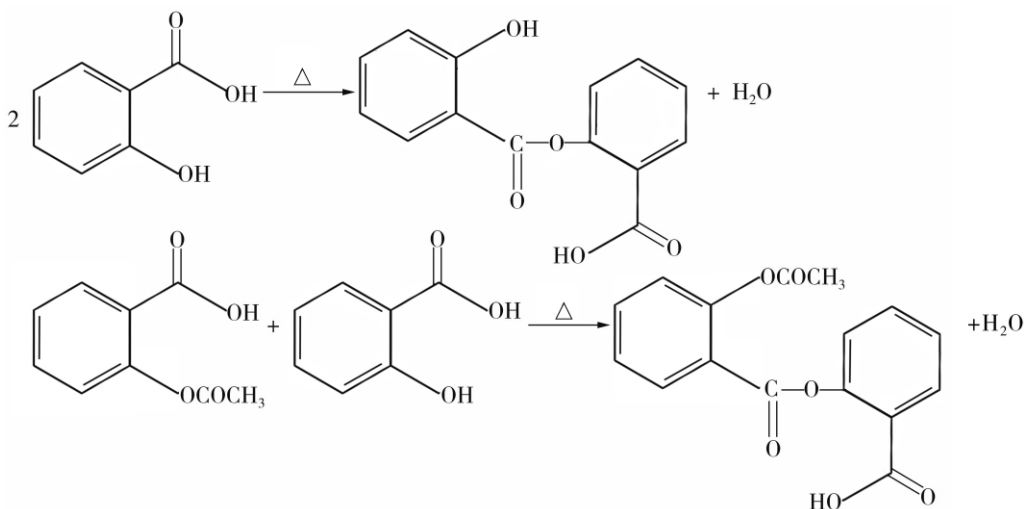
#### 2. 实验原理

乙酰水杨酸即阿司匹林( aspirin) , 自 19 世纪末合成成功以来, 作为有效解热止痛的药物, 至今仍被广泛使用, 常用于治疗感冒、风湿病和关节炎。它是一种具有双官能团的化合物, 一个是酚羟基, 一个是羧基, 羧基和羟基都可以发生酯化, 而且还可以形成分子内氢键, 阻碍酰化和酯化反应的发生。

乙酰水杨酸是由水杨酸( 邻羟基苯甲酸) 与醋酸酐进行酯化反应而得的。水杨酸可由水杨酸甲酯, 即冬青油( 由冬青树提取而得) 水解制得。本实验用邻羟基苯甲酸与醋酸酐反应制备乙酰水杨酸, 反应式如下:



副反应:



反应物和主要产物的物理性质如表 2-1 所示。

表 2-1 反应物和主要产物的物理性质

名称	相对分子质量	熔点或沸点/ $^{\circ}\text{C}$	水溶性	醇溶性	醚溶性
水杨酸	138.12	158 (s)	微溶	易溶	易溶
醋酸酐	102.09	139.35 (l)	易溶(生成乙酸)	可溶(酯化)	极易溶
乙酰水杨酸	180.16	135 (s)	溶于热水	可溶	微溶

### 3. 实验仪器

磁力搅拌器、循环水真空泵、抽滤装置、熔点仪、红外光谱仪、常用玻璃仪器。

### 4. 实验步骤

(1) 在干燥的锥形瓶中加入称量好的水杨酸 (2 g, 0.014 mol)、醋酸酐 (5 mL, 5.4 g, 0.053 mol), 滴入 5 滴浓硫酸, 轻轻摇荡锥形瓶使固体溶解, 在  $70 \sim 80^{\circ}\text{C}$  水浴中加热, 约 15 min 后从水浴中移出锥形瓶, 当内容物温热时慢慢滴入 3 ~ 5 mL 冰水, 此时反应放热, 甚至沸腾。反应平稳后, 再加入 40 mL 水, 用冰水浴冷却, 并用玻棒不停搅拌, 使结晶完全析出。抽滤, 用少量冰水洗涤两次, 得阿司匹林粗产物。

(2) 将阿司匹林的粗产物转移至另一锥形瓶中, 加入 25 mL 饱和  $\text{NaHCO}_3$  溶液, 搅拌至无  $\text{CO}_2$  气泡产生, 抽滤, 用少量水洗涤, 将洗涤液与滤液合并, 弃去滤渣 (思考: 滤渣为何物?)。

(3) 重结晶。先在 250 mL 烧杯中加入约 5 mL 浓盐酸并加入 10 mL 水, 配好盐酸溶液, 再将上述滤液倒入烧杯中, 阿司匹林复沉淀析出, 冰水冷却令结晶完全析出, 抽滤, 冷水洗涤, 压干滤饼, 远红外干燥 1 h。

(4) 测熔点。