

肇庆医学高等专科学校

药物化学实验指导

(供药学专业用)



药学系药学教研室编

药 物 化 学 实 验 指 导

主 编 吴美珠 邓礼荷

副主编 刘 燕

编者(以姓氏笔画为序)

邓礼荷（肇庆医学高等专科学校）

刘 燕(肇庆医学高等专科学校)

刘栋南（肇庆星湖制药有限公司）

吴美珠(肇庆医学高等专科学校)

邱新华(肇庆医学高等专科学校)

唐铁鑫(肇庆医学高等专科学校)

梁结斐(肇庆医学高等专科学校)

编写说明

《药物化学》是学习化学药物的结构组成、名称、制备方法、理化性质、鉴别方法和构效关系的一门综合性课程，由理论模块和实践模块组成，是化学相关课程与药物分析与检验技术、药物制剂技术、实用药理学等课程之间的桥梁，是药学专业的一门专业技能课

本课程任务是使学生具备高素质技能型人才所必需的药物化学的基本知识和基本技能，能为药物贮存保管、药物理化配伍变化、药物制剂、药物检验等工作过程提供相关的理论知识和操作技能，为学生学习相关的职业技能、提高综合素质、增强适应职业变化的能力和继续学习的能力打下基础，为药师和执业药师考试奠定良好的知识基础。

为加强学校实验教学，促进实验教学的开展和便于教学质量的检查，以提高实验教学的水平和质量，我们根据教学计划和教学大纲的要求，根据我校的实验条件，参考现行统编教材的学生实验、药典编写了药物化学实验指导一书以供我校药学专业使用。

本书供学生药物化学实验用，包括①药物的溶解性、药物变质实验②药物物理常数测定③典型药物的性质实验④药物合成实验等内容，共十五个实验，每个实验包括实验目的、实验原理、仪器和试剂、操作步骤、注意事项等主要内容。本书另有配套教材《药物化学实验报告》。

《药物化学》实训指导由邓礼荷、吴美珠主编，与行业企业共同编写。吴美珠编写实训一、实训二、实训三和实训四；邓礼荷编写实训五、实训六和实训七；刘燕编写实训八、实训九和实训十；邱新华编写实训十一和实训十二；唐铁鑫编写实训十三和实训十四；刘栋南编写实训十五；梁结斐附录 1、2、3、4。

实训项目的开出可根据实际情况作适当调整或增删。由于编者水平有限、编写时间仓促，不足之处今后进一步修正，请使用者多提宝贵意见

编者

2016 年 7 月

目录

实验一	药物溶解度实验·····	(1)
实验二	药物比旋度测定实验·····	(3)
实验三	药物水解变质实验·····	(4)
实验四	药物氧化变质实验·····	(6)
实验五	水杨酸熔点的测定和丙二醇红外光谱的鉴别·····	(8)
实验六	麻醉药物的性质实验·····	(9)
实验七	解热镇痛药的性质实验·····	(11)
实验八	心血管系统药物的性质实验·····	(13)
实验九	磺胺类药物的性质实验·····	(16)
实验十	抗生素的性质实验·····	(17)
实验十一	水溶性维生素的性质实验·····	(19)
实验十二	甾体药物的性质实验·····	(21)
实验十三	阿司匹林的制备·····	(22)
实验十四	烟酸的制备·····	(24)
实验十五	盐酸普鲁卡因的制备·····	(25)
附录	实训室要求·····	(29)
	WZZ-1 型自动指示旋光仪操作规程·····	(30)
	WRS-1B 数字熔点仪操作规程 ·····	(31)
	岛津 IRAffinity-1 傅立叶变换红外光谱仪操作规程·····	(33)

实验一 药物溶解度实验

【实验目的】

1. 熟悉药典对药物近似溶解度的规定。
2. 掌握药物结构与溶解度的关系及溶解度实验方法。
3. 了解 CTC 的形成对药物溶解度的影响及 CTC 在药物中的应用。

【实验原理】

药物的溶解度是在一定温度下药物溶解形成饱和溶液时，溶解溶质的最大量。所以溶解度是药物的一种物理性质。

药物的溶解度与药物本身的分子结构、溶剂的性质和溶解温度有关。不同种的药物在同一溶剂中的溶解度不同，同一种的药物在不同的溶剂中溶解度不同。根据相似相溶原理，一般药物分子极性愈强，在水中溶解度愈大，在极性较小的或非极性的溶剂中溶解度愈小或不溶。反之，药物分子的极性越弱，在水中溶解度愈小，在极性较小或非极性的溶剂中溶解度愈大。

药物在临床应用时，为了适应制剂要求而将其制成盐或加入助溶剂制成电子转移复合物（CTC），以增加药物在水中的溶解度，常用的助溶剂多为易溶于水的羧酸及其衍生物。如咖啡因在水中能与苯甲酸钠或水杨酸钠形成 CTC，溶解度增大。

药物溶解度测定的一般方法为：除另规定外，称取研成细粉的药品或量取液体供试品，置于 $25 \pm 2^\circ\text{C}$ 一定容量的溶剂中，每隔 5 分钟强力振摇 30 秒；观察 30 分钟内的溶解情况，如看不到溶质颗粒或液滴时，即视为完全溶解。

【实验器材】

1. 药物 苯巴比妥钠、盐酸普鲁卡因、阿司匹林、乳酸钙、对乙酰氨基酚、维生素 C、咖啡因、苯甲酸钠、水杨酸钠。
2. 溶剂 纯化水、乙醇、乙醚。
3. 仪器或器具 电子天平（感量为 $1/100$ ）、量杯（5-100 ml）、锥形瓶（50-250 ml）、试管（小-大号）。

【操作步骤】

不同药物在同一溶剂中溶解性试验

称取研成细粉一定量的药物置适当的容器(试管或锥形瓶)中，置 $25 \pm 2^\circ\text{C}$ 一定量的溶剂中，每隔 5min 振摇 30s，30min 内观察溶解情况，按表 1-1 进行记录：

表 1-1

药物名称	质量(g)	溶剂量(ml)	溶解情况
苯巴比妥钠	1.0	0.9	
盐酸普鲁卡因	1.0	9.0	
乳酸钙	0.1	2.9	
对乙酰氨基酚	0.1	9.0	
阿司匹林	0.1	99.0	

二．同一种药物在不同溶剂中的溶解性试验

称取一定量的药物置适当的容器(试管或锥形瓶)中，置 $25 \pm 2^\circ\text{C}$ 一定量的溶剂中，每隔 5min 振摇 30s，30min 内观察溶解情况，按表 1-2 进行记录：

表 1-2

药品名称	质量 (g)	溶剂	溶剂量 (ml)	溶解情况
维生素 C	0.1	乙醚	1000.0	
	0.1	乙醇	9.0	
	1.0	纯水	9.0	

三．CTC 的形成对药物溶解性影响试验

称取一定量的药物置适当的容器(试管或锥形瓶)中，置 $25 \pm 2^\circ\text{C}$ 一定量的溶剂中，每隔 5min 振摇 30s，30min 内观察溶解情况，按表 1-3 进行记录

表 1-3

药物	溶剂量 (ml)	溶解情况
咖啡因 0.1g	10.0	
咖啡因 1.0g+苯甲酸钠 1.0g	10.0	
咖啡因 1.0g+水杨酸钠 0.88g	10.0	

【注意事项】

1. 苯巴比妥钠极易溶解，盐酸普鲁卡因易溶，乳酸钙溶解，对乙酰氨基酚略溶，阿司匹林微溶。维生素 C 在水中易溶，在乙醇中略溶，在乙醚中不溶。
2. 极微溶解或几乎不溶实验，可以考虑作演示实验。

附：药典对药品近似溶解度的规定

极易溶解 系指溶质 1 g (ml) 能在溶剂不到 1 ml 中溶解：

易溶 系指溶质 1 g (ml) 能在溶剂 1 ml 不到 10 ml 中溶解：

溶解 系指溶质 1 g (ml) 能在溶剂 10 ml 不到 30 ml 中溶解：

略溶 系指溶质 1 g (ml) 能在溶剂 30 ml 不到 100 ml 中溶解：

微溶 系指溶质 1 g (ml) 能在溶剂 100 ml 不到 1000 ml 中溶解：

极微溶解 系指溶质 1 g (ml) 能在溶剂 1000 ml 不到 10 000 ml 中溶解：

几乎不溶或不溶 系指溶质 1 g (ml) 能在溶剂 10 000 ml 中不能溶解：

实验二 药物比旋度测定实验

【实验目的】

1. 掌握药物旋光度的测定方法、原理及比旋度的计算方法。
2. 掌握自动旋光仪的工作原理及使用方法和仪器一般的维护。

【实验原理】

葡萄糖的分子结构中含有 4 个手性碳原子，具有旋光性。其中 D- (+) -葡萄糖供药用，比旋度 $[\alpha]_D^{20} = +52.6^\circ \sim +53.2^\circ$ 。通过测其旋光度可进行定性鉴别及含量测定。

旋光度因实验条件的不同而有很大差异，因此，光学活性化合物的旋光性均以比旋度 $[\alpha]_D^{20}$ 来表示。比旋度与旋光度之间的关系可以用以下数学式来表示：
对于溶液：

$$[\alpha]_{\lambda}^t = \frac{\alpha}{L \times C}$$

式中， α 为实测旋光度；C 为溶液的浓度 (g/ ml)；L 为样品测定管的长度 (dm)； λ 为入射光的波长 (钠光 D 线 $\lambda = 589.3\text{nm}$ ，通常用“D”来表示)；t 为摄氏度数表示的温度。

【实验器材】

1. 药物 葡萄糖（口服或注射用）
2. 试液或试药 氨试液
3. 仪器或器具 自动旋光仪，100 ml 容量瓶，100 ml 烧杯

【操作步骤】

供试液的配制 精密称取葡萄糖 5.00g，置 50 ml 烧杯中加适量纯化水溶解，定量转移至 100 ml 容量瓶中，再加氨试液 0.2 ml 后，加纯化水稀释至刻度，摇匀，静置 10 分钟备用。

2. 旋光度的测定 将配制好的葡萄糖溶液转移至旋光仪测定管中，在自动旋光仪上测出旋光度，重复读数三次，取其平均值为供试品溶液的旋光度。

3. 计算比旋度 根据实验测得的旋光度值计算葡萄糖的比旋度值，并与药典规定的葡萄糖比旋度值比较。

【注意事项】

1. 在配制过程中加入氨试液并放置 10 分钟是为了促使葡萄糖溶液的变旋现象达到平衡，消除测定干扰。

2. 溶液测定前，应先用纯化水作空白校正零点，测定后再校正一次，以确定在测定时零点有无变化，若第二次校正零点有变化，则应重新测定溶液的旋光度。另外，测定操作中重复读数是为了减少读数误差，提高测定准确度。

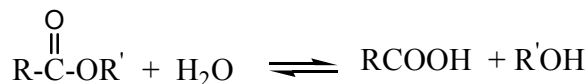
实验三 药物水解变质实验

【实验目的】

掌握不同结构的药物发生水解反应的原理，了解外界因素对水解反应的影响。

【实验原理】

1. 酯的水解 酯类药物的水解反应为：



2. 酰胺类药物的水解反应为:



酯类药物的水解反应在酸性及碱性下均可发生, 且在碱性下的水解反应速度比酸性下的水解反应速度快, 并能水解完全。

盐酸普鲁卡因、苯巴比妥钠、尼可刹米等药物分子中分别含有酯键(或内酯)或酰胺键, 易水解。

盐酸普鲁卡因水解产物为二乙氨基乙醇, 蒸气使红色石蕊试纸变蓝; 青霉素钠或青霉素钾发生分子重排生成青霉二酸为白色沉淀; 苯巴比妥钠酰胺键破坏成苯基乙硫脲, 并进一步分解有氨气释放使石蕊试纸变蓝; 尼可刹米酰胺键断裂生成二乙胺和烟酸。

【实验器材】

1. 药物 盐酸普鲁卡因、磺胺醋酰钠、苯巴比妥钠、尼可刹米。
2. 试液或试药 10%氢氧化钠试液、稀盐酸。

【操作步骤】

1. 盐酸普鲁卡因的水解

取两支试管分别加入盐酸普鲁卡因 0.1 g, 分别加入纯化水 3 ml 振摇溶解。在其中一支试管中加入 10%氢氧化钠试液 1 ml, 然后, 分别在试管口覆盖一条湿润的红色石蕊试纸, 于沸水浴加热, 观察石蕊试纸的颜色变化。

2. 磺胺醋酰钠的水解

取两支试管分别加入磺胺醋酰钠 0.2 g, 分别加入纯化水 1 ml 振摇溶解。在其中一支加入醋酸 2 滴; 另一支放置 60 分钟后, 观察其溶液的变化现象。

3. 苯巴比妥钠的水解

取两支试管分别加入苯巴比妥钠 0.1 g, 其中一支加水 5 ml 使其溶解, 观察溶液的澄清度, 放置 2 小时, 再观察; 另一支加入 10%氢氧化钠试液 5 ml, 将一条湿的红色石蕊试纸盖于试管口, 在沸水浴上加热, 观察石蕊试纸的颜色变化。

4. 尼可刹米的水解

取两支试管分别加入尼可刹米 10 滴, 分别加入纯化水 3 ml 振摇溶解。在其中一支加入 10%氢氧化钠试液 3 ml, 然后, 分别在试管口覆盖一条湿润的红色石蕊试纸,

于沸水浴加热，观察石蕊试纸的颜色变化。

【注意事项】

盐酸普鲁卡因的水解实验中，加碱后，有白色的沉淀生成(游离的普鲁卡因)。

实验四 药物氧化变质实验

【实验目的】

掌握不同结构的药物反应氧化反应的原理，了解外界因素对氧化反应的影响，认识防止药物反应氧化反应发生所采取的措施的重要性。

【实验原理】

药物的自动氧化过程是指药物在贮存过程中遇空气中的氧气引起的游离基链式反应。

1. 具有自动氧化反应的官能团类型 主要有以下几类：

- (1) 碳-碳双键结构的药物易被氧化成环氧化合物。
- (2) 含有酚羟基结构的药物均易被氧化，含酚羟基结构越多，越易被氧化。在碱性条件下更易被氧化，氧化产物多为有色的醌类化合物。
- (3) 含芳伯氨基结构的药物易被氧化成有色的醌型化合物、偶氮化合物和氧化偶氮化合物。
- (4) 巯基结构：脂肪性或芳香性巯基都具有还原性由于硫原子的电负性小于氧，易给出电子，故巯基比酚羟基或醇羟基易于氧化。
- (5) 其他类结构 醛类药物由于含有醛基，也能被氧化成酸。醇羟基一般情况下还原性较弱，但连烯二醇结构或 α -羟基 B 氨基结构的还原性增强。吩噻嗪类药物也被氧化，母核被氧化为醌类化合物和亚砷。

2. 外界因素对药物自动氧化的影响

(1) 氧的影响：氧是药物发生自动氧化的必要条件，故能够发生自动氧化的药物在其生产及贮存过程中应尽可能的避免接触氧。

(2) 光的影响：光线能催化药物的自动氧化主要是光能使氧分子自由基态变为激发态，成为活性氧，促进自由基的形成，完成药物的自动氧化的药物在其生产及贮

存过程中应尽可能的避免接触氧。

(3) 金属离子的影响：金属离子主要来自原料、辅料、容器、溶剂，以微量杂质的形式存在于药物之中。常见的有 Cu^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Pb^{2+} 、 Mn^{2+} 等，这些金属离子对药物的自动氧化起催化作用。为避免金属离子对药物自动氧化的影响，常在药物中加入适量的金属配合剂乙二胺四乙二钠（EDTA—2Na），减少金属离子的含量，增加药物的稳定性。

(4) 温度的影响： 化学反应速度受温度的影响很大，一般是温度升高，化学反应速度加快。因此易发生自动氧化的药物在制备及贮存过程中应选择适当的温度条件以防止氧化反应的发生。

(5) 溶液酸碱性的影响：药物的自动氧化反应受溶液酸碱性的影响，且有些药物的自动氧化反应需要氢离子或氢氧离子的参加。

对氨基水杨酸钠氯化脱羧后成间氨基酚，进一步氧化成红棕色的醌型化合物。

盐酸异丙肾上腺素或重酒石酸去甲肾上腺素结构中的邻苯二酚结构易被氧化成不同的颜色的醌型化合物。

维生素 C 结构中的连烯二醇结构极易被氧化成黄色的糠醛。

盐酸氯丙嗪的氧化变质是结构中的吩噻嗪环被氧化成红色的醌型化合物。

【实验器材】

1. 药物 对氨基水杨酸钠、盐酸异丙肾上腺素、维生素 C、盐酸氯丙嗪。
2. 试液或试药 3%过氧化氢溶液、2%亚硫酸钠溶液、硫酸铜试液、0.05 mol/L 乙二胺四乙酸二钠溶液。

【操作步骤】

1. 样品溶液的配制 分别将对氨基水杨酸钠 0.5 g，盐酸异丙肾上腺素或重酒石酸去甲肾上腺素 0.5 g、维生素 C 0.25 g、盐酸氯丙嗪 0.1 g 置于 50 ml 锥形瓶中，加水 30 ml 振摇，使其溶解。用移液管将四种药品各分别取出 5 ml 于具塞的试管中成五份，将每种药物编号，各成“1~5”号备用。

2. 将上述四种药品的“1”号管，同时去掉试管的塞子，在空气中置于日光下直射，观察并记录各药品的颜色的变化。

3. 将上述四种药品的“2”号管，分别加入 3%过氧化氢溶液 1 ml，同时放入沸水浴上加热，观察并记录各药品在 5、20、60 分钟时的颜色变化。

4. 将上述四种药品的“3”号管，分别加入 2%亚硫酸钠溶液 2 ml 后，再分别加入 3%过氧化氢溶液 1 ml，同时放入沸水浴上加热，观察并记录各药品在 5、20、60 分钟时的颜色变化。

5. 将上述四种药品的“4”号管，分别加入硫酸铜试液 2 滴，观察并记录各药品的颜色的变化。

6. 将上述四种药品的“5”号管，分别加入 0.05mol/L 乙二胺四乙酸二钠溶液 2 ml 后，再分别加入硫酸铜试液 2 滴，观察并记录各药品的颜色的变化。

【注意事项】

本实验中的各单项实验均应平行操作，即相同的试剂及加入剂量、反应的条件及时间。

实验五 水杨酸熔点的测定和丙二醇红外光谱的鉴别

【实验目的】

1. 掌握药物熔点的测定方法，学会按照仪器标准操作规程使用自动熔点测定仪测定药物的熔点。

2. 掌握药物红外光谱的鉴别方法，学会按照仪器标准操作规程使用傅立叶变换红外光谱仪对药物进行红外光谱的鉴别。

【实验原理】

1. 熔点：是指一种物质按规定方法测定，由固体熔化成液体的温度或融熔同时分解的温度或在熔化时初熔到全熔经历的温度。

2. 熔点的作用：鉴别和检查纯度

3. 红外光谱是根据组成物质的离子基团在红外光范围内（远红外：50-400 cm^{-1} ，中红外：400-4000 cm^{-1} ，近红外：4000-7500 cm^{-1} ）的吸收谱带，对物质进行定性和定量分析，不同的物质具有不同的化学键，其吸收波长不同，产生的吸收谱带不同。

4. 红外光谱的作用：鉴别和定量分析。

【实验器材】

1. 药物 水杨酸、丙二醇。

2. 仪器或器具 毛细管、玻璃管、研钵、WRS-1B 数字熔点测定仪、岛津 IRAffinity - 1 傅立叶变换红外光谱仪。

【操作步骤】

1. 水杨酸熔点测定

取供试品（水杨酸）适量，置研钵中研成细粉，除另有规定外，应按照各药品项

下干燥失重的条件进行干燥。将熔点测定用毛细管插入细粉中，轻击管壁或借助长短适宜的洁净玻璃管，垂直放在表面皿或其他适宜的硬质物体上，将毛细管自上口放入使自由落下，反复数次，使粉末紧密集结在毛细管的熔封端。装入供试品的高度为3 mm。按照 WRS-1B 数字熔点仪标准操作规程测定熔点，记录结果。

2. 丙二醇红外光谱鉴别

2.1 涂膜制样

用不锈钢刮刀把少量样品在溴化钾盐片表面均匀涂抹成薄膜，于在红外灯下适当烘烤，除去微量水分，即可进行红外测试。

2.2 红外光谱测定

按照岛津 IRAffinity-1 傅立叶变换红外光谱仪标准操作规程测定药物红外光谱图。

【注意事项】

1. 严格按照操作规程使用操作仪器，仪器使用后认真填写使用记录。
2. 熔点测定用毛细管装入药物细粉，要注意装入高度，要填装均匀密集。
3. 丙二醇涂膜时要注意涂膜均匀，并适当地进行烘烤以除去水分。

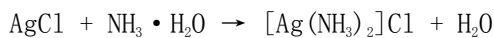
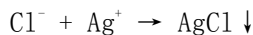
实验六 麻醉药物的性质实验

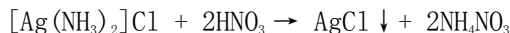
【实验目的】

掌握常用麻醉药的性质及实验方法。

【实验原理】

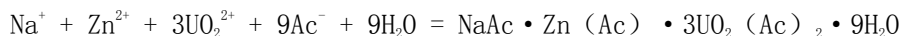
1. 盐酸普鲁卡因的分子结构中具有芳伯氨基和酯键，芳伯氨基在酸性条件下与亚硝酸发生重氮化反应，继而与碱性β-萘酚反应，生成偶氮合物，产生红色的沉淀；酯键能水解，在热、酸、碱性条件下水解更易进行，产生对氨基苯甲酸白色沉淀和二乙氨基乙醇，加热后二乙氨基乙醇挥发，可使湿润的红色石蕊试纸变成蓝色。盐酸普鲁卡因具氯化物鉴别反应，与硝酸银反应生成白色的氯化银沉淀，该沉淀不溶于稀硝酸，但能溶于氨溶液中。





2. 盐酸利多卡因结构中具有酰胺键和叔胺结构，水溶液能与三硝基苯酚试液作用，生成复盐沉淀，碱性下水溶液能与硫酸铜试液作用，生成配合物而显色。本品同样具氯化物鉴别反应，与硝酸银反应生成白色沉淀。

3. 羟丁酸钠与三氯化铁反应生成有色的配位化合物。羟丁酸钠具有钠盐的鉴别反应，与醋酸氧铀锌试液反应生成黄色结晶沉淀。



【实验器材】

1. 药物 盐酸普鲁卡因、盐酸利多卡因、羟丁酸钠。
2. 试液或试药 稀盐酸、盐酸、0.1mol/L 亚硝酸钠、碱性β-萘酚试液、10%氢氧化钠、三硝基苯酚试液、碳酸钠试液、硫酸铜试液、氯仿、三氯化铁试液、硝酸铈铵试液、硝酸银试液、醋酸氧铀锌试液。
3. 仪器或器具 试管、酒精灯、漏斗、烧杯、10 ml 量杯。

【操作步骤】

1. 盐酸普鲁卡因
 - (1) 取本品约 50 mg 加稀盐酸 1 ml，振摇溶液。加 0.1mol/L 亚硝酸钠试液数滴，再滴加碱性β-萘酚试液数滴，即产生红色沉淀。
 - (2) 取本品约 0.1g，加水 2 ml 溶解后，加 10%氢氧化钠 1 ml，即产生白色沉淀。加热，变成油状物，继续加热，产生的蒸气使湿润的红色石蕊试纸变为蓝色。加热至油状物消失后，放冷，加盐酸酸化，即析出白色沉淀。
 - (3) 取本品约 10 mg，加水 2 ml 溶解后，加稀硝酸 1 ml，加硝酸银试液，即产生白色凝胶状沉淀，分离沉淀，向沉淀中加入氨试液后溶解，再加入硝酸试液，重新出现沉淀。
2. 盐酸利多卡因 取盐酸利多卡因约 0.2g，加水 20 ml 溶解后，用于以下实验：
 - (1) 取上述的溶液 1 ml，加三硝基苯酚(苦味酸)试液 1 ml，即生成利多卡因苦味酸盐的沉淀。
 - (2) 取上述溶液 2 ml，加碳酸钠试液 1 ml，加硫酸铜试液 0.2 ml，即显蓝紫色；加氯仿 2 ml，振摇后放置，氯仿层显黄色。
 - (3) 取上述溶液 5 ml，加稀硝酸 1 ml，加硝酸银试液，即产生白色凝胶状沉淀。分离沉淀，向沉淀中加入氨试液后溶解，再加入硝酸试液，重新出现沉淀。
3. 羟丁酸钠
 - (1) 取本品约 0.1g，加水 1 ml 溶解后，加三氯化铁试液 3~5 滴，即显红色。

- (2) 取本品约 0.1g，加水 1 ml 溶解后，加硝酸铈铵试液 1 ml，显橙红色。
- (3) 取本品约 0.1g，加水 1 ml 使溶解，然后滴加醋酸氧铈锌试液，即生成黄色沉淀。

【注意事项】

盐酸普鲁卡因具有游离的芳伯氨基，见光、遇铁器等易发生颜色的变化，所以，在取用时应注意避免接触铁器。

若供试药品为注射剂，则可直接取注射液进行实验。

实验七 解热镇痛药的性质实验

【实验目的】

1. 掌握常用解热镇痛药物的主要性质、反应原理和实验方法。
2. 熟悉酚类药物的三氯化铁显色反应原理和芳香族胺类药物的重氮化偶合反应原理。

【实验原理】

1. 阿司匹林

(1) 三氯化铁显色反应：阿司匹林分子中无游离的酚羟基，不与三氯化铁试液发生显色反应，但其水溶液加热或长时间放置后，会水解产生水杨酸，遇三氯化铁试液即呈紫堇色。

(2) 水解反应：阿司匹林在氢氧化钠或碳酸钠溶液中水解生成水杨酸和醋酸加热时水解更快。酸化后产生醋酸的酸臭，并析出水杨酸沉淀。

2. 对乙酰氨基酚

(1) 三氯化铁显色反应：对乙酰氨基酚分子中含有酚羟基，与三氯化铁试液作用显蓝紫色。

(2) 重氮化-偶合反应：对乙酰氨基酚在酸性条件下水解，生成醋酸和对氨基苯酚。后者与亚硝酸钠试液作用，生成重氮盐，再与碱性 β -萘酚试液偶合生成红色的偶氮化合物。

3. 安乃近

(1) 显色反应：安乃近溶于稀盐酸中，与次氯酸钠试液作用，产生瞬间消失的蓝色，加热煮沸后变为黄色。

(2) 产生气味：安乃近与稀盐酸共热后，分解生成二氧化硫和甲醛的特臭。

(3) 焰色反应：显钠盐的火焰反应。

【实验器材】

1. 药物 阿司匹林、对乙酰氨基酚、安乃近。
2. 试液或试药 三氯化铁试液、亚硝酸钠试液、稀盐酸、碳酸钠试液、稀硫酸试液、碱性β-萘酚试液、次氯酸钠试液、盐酸。
3. 仪器或器具 天平、称量纸、药匙、酒精灯、水浴锅、量筒、铂丝。

【操作步骤】

1. 阿司匹林

(1) 取阿司匹林约 0.05 g，加水 5 ml，加三氯化铁试液 1 滴，观察现象，煮沸，放冷，即显紫堇色。

(2) 取阿司匹林约 0.2 g，加碳酸钠试液 2~3 ml，煮沸 2 分钟后放冷，滴加过量的稀硫酸，即析出白色沉淀，并发生醋酸的气味。

如供试品为阿司匹林片，则可直接取片粉适量(约相当于阿司匹林 0.5 g)，加碳酸钠试液 10 ml，振摇后，放置 5 分钟，滤过，滤液再照上述“煮沸 2 分钟后……”方法进行实验。

2. 对乙酰氨基酚

(1) 取对乙酰氨基酚 10mg，加水 1ml 溶解，滴加三氯化铁试液 1~2 滴，即显蓝紫色。

(2) 取对乙酰氨基酚约 0.1g，加稀盐酸 5 ml，置水浴中加热 40 分钟，放冷；再取此溶液 0.5 ml，滴加亚硝酸钠试液 5 滴，摇匀，用水 3 ml 稀释后，加碱性β-萘酚试液 2ml，振摇，即显红色。

若供试品为对乙酰氨基酚片，则可直接取片粉适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.5g)用乙醇 20 ml 分次研磨使对乙酰氨基酚溶解，滤过，合并滤液，蒸干，残渣照上述两种方法进行试验。

3. 安乃近

(1) 取安乃近约 20 mg，加稀盐酸 1 ml 溶解后，加次氯酸钠试液 2 滴，产生瞬即消失的蓝色，加热煮沸后变成黄色。

(2) 取安乃近约 0.2g，加稀盐酸 8 ml 溶解后，加热即发生二氧化硫的臭气，然后发生甲醛的臭气。

(3) 用铂丝，蘸取少量本品，在火焰中燃烧，火焰即显鲜黄色。

【注意事项】

1. 三氯化铁反应适宜的 pH 为 4~6，在强酸性溶液中所配位化合物易分解。三氯化铁的显色反应很灵敏。

2. 在重氮化偶合反应中, 为了避免亚硝酸和重氮盐分解, 须在低温下进行。实验过程中必须保持酸性, 盐酸的量要多于药物的 3 倍, 主要目的是促使亚硝酸钠转为亚硝酸以进行重氮化反应; 还可加快重氮化反应速度; 增加重氮盐稳定性并防止副反应的发生。

3. 安乃近显色反应中的次氯酸钠试液, 可用新制滤过的 5%漂白粉溶液代替, 但必须临用前配制。

实验八 心血管系统药物的性质实验

【实验目的】

掌握常用心血管药物的主要性质和实验方法。

【实验原理】

1. 异山梨酯

(1) 山梨酯经硫酸破坏后生成硝酸, 加入硫酸亚铁后, 生成硫酸氧氮合亚铁, 在两液层界面处呈现棕色环。

(2) 山梨酯经硫酸水解后, 生成的亚硝酸, 可与儿茶酚作用生成对-亚硝基儿茶酚, 在硫酸溶液中变成醌肟, 又与过量的儿茶酚缩合生成暗绿色醌酚类化合物。

(3) 山梨酯经硫酸水解后, 生成的硝酸, 与金属铜作用, 则有二氧化氮的蒸气产生。

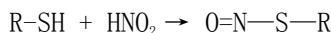
2. 利血平 利血平为吲哚类生物碱, 具有吲哚的呈色反应。

(1) 利血平与钼钠的硫酸溶液作用, 可呈黄色。

(2) 与香草醛试液反应, 显玫瑰红色。

(3) 在醋酸和硫酸溶液中, 与对二氨基苯甲醛作用, 显绿色, 再加冰醋酸则变为红色。

3. 托普利 卡托普利结构中含有巯基, 可与亚硝酸反应, 生成红色的亚硝酰硫醇酯。



4. 盐酸胺碘酮

(1) 盐酸胺碘酮分子中的羰基结构, 可与 2, 4-二硝基苯肼反应, 生成黄色的胺碘酮-2, 4-二硝基苯腙黄色沉淀。

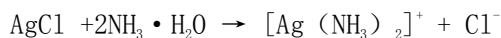
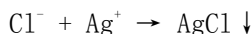
(2) 盐酸胺碘酮与硫酸共热，苯环上的碘原子分解逸出紫色的碘蒸气。

5. 盐酸普鲁卡因胺

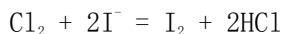
(1) 盐酸普鲁卡因胺分子中有芳伯氨基，可与亚硝基生成重氮盐，继而与碱性β-萘酚生成橙黄到猩红色的偶氮化合物。

(2) 盐酸普鲁卡因胺的显氯化物的鉴别反应。

1) 氯离子能与硝酸银反应，生成白色凝乳状氯化银沉淀。此沉淀溶于氨水，而不溶于稀硝酸。



2) 二氧化锰在酸性溶液中是个较强的氧化剂，它与盐酸普鲁卡因胺共热产生氯气；生成的氯气可氧化碘化钾，而使碘游离。



【实验器材】

1. 药物 硝酸异山梨酯、利血平、卡托普利、盐酸胺碘酮、盐酸普鲁卡因胺。

2. 试液或试药 硫酸、硫酸亚铁试液、10%儿茶酚溶液、氢氧化钠试液、三硝基苯酚试液、0.1%钼酸钠的硫酸溶液、香草醛试液、二甲氨基苯甲醛、冰醋酸、乙醇、亚硝酸钠、稀硫酸、2, 4-二硝基苯肼高氯酸溶液、稀盐酸、亚硝酸钠溶液、碱性B-萘酚试液、铜丝或铜屑高锰酸钾试液、盐酸、硝酸、硝酸银试液、氨试液、二氧化锰、碘化钾淀粉试纸。

3. 仪器或器具 抽滤瓶、布氏漏斗、玻璃漏斗、真空泵、干燥箱、恒温水浴。

【操作步骤】

1. 硝酸异山梨酯

(1) 取本品约 10 mg，置试管中，加水 1 ml 与硫酸 2 ml，注意摇匀，溶解后放冷，沿管壁缓缓加硫酸亚铁试液 3 ml，不能振摇，使成两液层，接界面处出现棕色环。

(2) 取本品约 2 mg，置试管中，加新鲜配制的 10%儿茶酚溶液 5 ml，混合摇匀后，注意慢慢滴加硫酸 6 ml，溶液即显暗绿色。

(3) 取本品 10 mg，置试管中，加水 1 ml 溶解后，加硫酸与铜丝（或铜屑），加热，即发生红棕色蒸馏气。

(4) 取本品 10 mg，置试管中，加水 1 ml 溶解后，滴加高锰酸钾试液，紫色不应退去。

2. 利血平

(1) 取本品约 1 mg，加 0.1%钼酸钠的硫酸溶液 0.3 ml，即显黄色，约 5 分钟后转变为蓝色

(2) 取本品约 1 mg，加新鲜配制的香草酚试液 0.2 ml，约 2 分钟后，显玫瑰红色。

(3) 取本品约 0.5 mg，加对二甲氨基苯甲醛 5 mg，冰醋酸 0.2 ml 与硫酸 0.2 ml，混匀，即显绿色；再加冰醋酸 1 ml，转变为红色。

3. 卡托普利 取本品约 25 mg，置于试管中，加乙醇 2 ml 溶解后，加亚硝酸钠结晶少许和稀硫酸 10 滴，振摇，溶液显红色。

4. 盐酸胺碘酮

(1) 取本品约 20 mg，置试管中，加乙醇 2 ml 使溶解，加 2，4-二硝基苯肼高氯酸溶液 2 ml，加水 5 ml，放置，有黄色沉淀析出。

(2) 取本品 50 mg，置试管中，滴加硫酸 1 ml，微热，即有碘的紫色蒸气产生。

5. 盐酸普鲁卡因胺

(1) 取本品约 50 mg，置试管中，加稀盐酸 1 ml，必要时缓缓煮沸使溶解，放冷，滴加亚硝酸钠溶液 5 滴，摇匀后，加水 3 ml 稀释，加碱性 B-萘酚试液 2 ml，振摇，生成由橙黄色到猩红色的沉淀。

(2) 取本品约 50 mg，置试管中，加水完全溶解后，先加氨试液使成碱性，将析出的沉淀滤过除去。取滤液加硝酸使成酸性，加硝酸银试液，即生成白色凝乳状沉淀；分离，沉淀加氨试液即溶解，再加硝酸，沉淀复出现。

(3) 取本品约 50 mg，加等量的二氧化锰，混合摇匀，加硫酸湿润，缓缓加热，即发生氯气，能使湿润的碘化钾淀粉试纸显蓝色。

【注意事项】

1. 硝酸异山梨酯在常温及干燥状态下较稳定，但遇强热或撞击下会发生爆炸，实验中须加以注意。

2. 利血平遇光色渐变深，盐酸普鲁卡因胺有引湿性，故均应遮光密封保存。

3. 卡托普利具有巯基结构，因此有类似蒜的特臭。

4. 在盐酸胺碘酮与 2，4-二硝基苯肼的反应中，高氯酸是与醇和水互溶的 2，4-二硝基苯肼的溶剂，不参与反应。

5. 若供试药品为片剂，可将片剂研细适量（约相当于硝酸异山梨酯 20 mg、利血平 2.5 mg、卡托普利 50 mg、盐酸胺碘酮 25 mg、盐酸普鲁卡因胺 0.1 g），用适宜溶剂振摇提取（硝酸异山梨酯用氯仿 10 ml、利血平用氯仿 10 ml、卡托普利用乙醇 4 mL、盐酸胺碘酮用氯仿 10 ml、盐酸普鲁卡因胺用水 5 ml 与稀盐酸 0.5 ml），提取液滤过；卡托普利、盐酸普鲁卡因胺因滤液直接进行鉴别反应，其余四种药品，可将滤液蒸干，用残渣进行鉴别。

实验九 磺胺类药物的性质实验

【实验目的】

掌握几种常见磺胺类药物的性质及实验方法。

【实验原理】

1. 磺胺类药物具芳伯氨基，在酸性条件下与亚硝酸生成重氮盐，重氮盐在碱性条件下与 β -萘酚进行偶合反应，生成红色沉淀。
2. 磺胺类药物的磺酰胺基上的氮原子具弱酸性，在碱性条件下可被铜离子取代生成不溶性铜盐沉淀。
3. N_1 上的氢被含氮杂环取代的磺胺类药物，在酸性溶液中，可与生物碱沉淀剂反应，生成沉淀。

【实验器材】

1. 药物 磺胺甲噁唑、磺胺嘧啶、磺胺醋酐钠。
2. 试液或试药 稀盐酸、0.1mol/L 亚硝酸钠、碱性 β -萘酚、1%氢氧化钠、硫酸铜试液、2.5%碘酊、醋酸。
3. 仪器或器具 试管、5 ml 量杯、漏斗、烧杯、蒸发器、酒精灯。

【操作步骤】

1. 取二支试管，分别加入供试品（SMZ、SD）约 50 mg，分别加稀盐酸 1 ml，必要时缓缓煮沸使溶，放冷，分别加入亚硝酸钠液(0.1 mol/L)数滴再加碱性 β -萘酚试液数滴，即产生红色沉淀。
2. 取三支试管，分别加入供试品（SMZ、SD、SA-Na）约 0.1 g，加水和 0.4%氢氧化钠各 3 ml，振摇使溶解，滤过（或取上清液），加入硫酸铜试液 1 滴，观察现象。
3. 取磺胺嘧啶约 0.1 g，加稀盐酸使溶解后，加 2.5%碘酊 4~5 滴，即产生棕褐色沉淀

【注意事项】

1. 亚硝酸钠与盐酸反应生成亚硝酸，亚硝酸极不稳定，易分解，故芳伯胺的重氮化实验中，应注意操作程序。
2. 磺胺类药物的桶盐，随取代基的不同而颜色不同，一此区分各种磺胺药。实验中磺胺类药物沉淀颜色见实验表 9-1。

实验表 9-1

药 物 名 称	沉 淀 颜 色
磺胺嘧啶	黄绿色沉淀，放置后变成紫色
磺胺醋酰钠	蓝绿色沉淀
磺胺甲噁唑	草绿色沉淀

3. 若供试品为片剂，可取片剂粉末适量(约相当于 SD、SMZ 各 0.5 g)，加氨试液 10 ml，振摇，滤过，滤液置水浴上蒸发，使大部分氨挥发，放冷，加醋酸使成酸性，即析出沉淀，滤过，沉淀用水洗涤，再用滤纸片吸去水分，照上述方法进行实验。若 SA-Na 为滴眼液，则取 2 ml 滴加硫酸铜进行铜盐反应。

实验十 抗生素的性质实验

【实验目的】

1. 掌握几种抗生素的主要化学性质、反应原理和实验方法。
2. 了解影响抗生素稳定性的因素。

【实验原理】

1. 青霉素钠（钾）在酸性条件下不稳定，发生水解并进行分子内重排，生成青霉二酸，该化合物为不溶于水的白色沉淀，但溶于有机溶剂。

2. 硫酸链霉素在碱性条件下苷键破裂，水解成链霉胍和链霉糖。链霉糖在碱性条件下缩合重排为麦芽酚。与三价铁离子形成紫红色配合物。链霉胍可与 8-羟基喹啉和次溴酸反应显橙色。

3. 红霉素大环内酯结构中的内酯键和苷键遇酸水解断裂，得到有色物。

4. 氯霉素性质稳定，耐热，在中性或微酸性（PH4.5~7.5）的水溶液中较稳定，但强酸、强碱条件下仍可水解。

氯霉素本身为含不解离性氯的化合物，在氢氧化钾醇溶液中加热，氯霉素分子中不解离的氯转化为无机氯化物，使其呈氯离子的鉴别反应。

氯霉素分子中的硝基经氯化钙和锌粉还原成羟胺衍生物，再和苯甲酰氯生成酰胺化物，该化合物和三价铁离子生成紫红色配合物。

【实验器材】

1. 药物 青霉素钠（钾）、硫酸链霉素、红霉素、氯霉素。
2. 试液或试药 乙醇、三氯化铁、氯化铁试液、稀盐酸、乙醚、次溴酸钠试液、氯化钙溶液、盐酸、氯化钡试液、硝酸银试液、氨试液、氯仿、苯甲酰氯、无水吡啶、丙酮、醋酸乙酯、高锰酸钾、硫酸、硝酸、0.4%氢氧化钠溶液、酸性硫酸铁铵试液、锌粉、碘化钾-淀粉试纸、乙醇制氢氧化钾试液、0.1%8-羟基喹啉乙醇液。
3. 仪器或器具 铂丝、试管、乳钵、吸管、烧杯、酒精灯、单口圆底烧瓶、玻璃空气冷凝器。

【操作步骤】

1. 青霉素钠（钾）

（1）取青霉素钠（钾）0.1g，加纯化水 5 ml 使溶，加稀盐酸 2 滴即发生白色沉淀，沉淀分成两份，分别加入氯仿和醋酸乙酯，沉淀均溶解。

（2）青霉素钠（钾）呈钠盐（钾盐）的火焰反应；用铂丝蘸取少量药品，在火焰上燃烧，钠盐显鲜黄色火焰，钾盐显紫色火焰。

2. 硫酸链霉素

（1）取硫酸链霉素 0.5 mg，加入纯化水 4 ml 使溶解，加氢氧化钠试液 2.5 ml，和 0.1%8-羟基喹啉试液 1 ml，放冷至 15℃，加入次溴酸钠试液 3 滴，即显橙红色。

（2）取硫酸链霉素 20 mg，加入纯化水 5 ml 使溶解，加入氢氧化钠试液 5-6 滴，置水浴上加热 5 分钟，加硫酸铁铵试液 0.5 ml，即显紫红色。

（3）取硫酸链霉素约 0.2 mg，加蒸馏水 2 ml 溶解后，加氯化钡试液，即生成白色沉淀；分离，沉淀加盐酸或硝酸后均不溶解。

3. 红霉素

（1）取红霉素 5 mg，加硫酸 2 ml，缓缓摇匀，即显红棕色。

（2）取红霉素 3 mg，加丙酮 2 ml 振摇溶解后，加盐酸 2 ml 即显橙黄色，渐变紫红色，再加入氯仿 2 ml，振摇，氯仿层显紫色。

4. 氯霉素

（1）取氯霉素 10 mg，加 50%乙醇溶液 1 ml 溶解，加氯化钙溶液 3 ml 与锌粉 50 mg，置水浴上加热 10 分钟，倾出上清液，加苯甲酰氯 2 滴，迅速强力振摇 1 分钟，加三氯化铁试液 0.5 ml 与氯仿 2 ml，水层显紫红色。如按同一方法不加锌粉试验，应不显色。

（2）取氯霉素 50 mg，加氢氧化钾乙醇溶液 2 ml，使其溶解，用带空气冷凝器的单口圆底烧瓶，在水浴上加热 15~20 分钟，放冷。加稀硝酸中和至强酸性后，滤过，将滤液分两份。其一，加 1 滴稀硝酸，应无沉淀生成，供以下备用。其二，加硝酸银试液，即产生白色凝乳状沉淀。沉淀能溶于氨试液，不溶于硝酸。

取上述供试液 1 ml，加稀硫酸使呈酸性，加高锰酸钾固体数粒，加热即放出氯气，能使碘化钾-淀粉试纸显蓝色。

【注意事项】

1. 青霉素钠（钾）盐有引湿性，遇酸、碱、氧化剂等分解变质，故应在实验使用前开封使用。
2. 所用试药若为注射剂（液）可直接使用，若为片剂，应剥去肠溶衣后，用乳钵研细，取适量细粉使用。

实验十一 水溶性维生素的性质实验

【实验目的】

1. 掌握几种常用水溶性维生素药物的主要性质和实验方法。
2. 巩固理论知识，熟悉基本操作。

【实验原理】

1. 维生素 B₁ 氧化成硫色素，硫色素溶于正丁醇中，呈现蓝色荧光，加酸使成酸性，荧光消失；碱化后，荧光又显现。

维生素 B₁ 与二氯化汞、碘、碘化汞钾试液可以产生沉淀。

2. 维生素 B₂ 的水溶液呈黄绿色荧光，pH6~7 时荧光最强；但加入酸或碱，本品即解离，荧光消失。

3. 维生素 B₆ 与 2, 6-二氯对苯醌氯亚胺试液作用，可产生显色反应；它还可以与硼酸生成配合物，就不能再与 2, 6-二氯对苯醌氯亚胺试液产生反应。

4. 维生素 C 易氧化，与硝酸银试液产生银的黑色沉淀；与 2, 6-二氯酚试液发生反应，溶液的颜色由红色变为无色。

【实验器材】

1. 药物 维生素 B₁、维生素 B₂、维生素 B₆、维生素 C。
2. 试液或试药 4%硼酸、硝酸银试液、正丁醇、碘试液、20%醋酸钠、酚酞指示液、稀醋酸、稀硝酸、铁氰化钾试液、二巯酚钠试液、二氯化汞试液、10%氢氧化钠试液、乙醇制氢氧化钠、连二亚硫酸钠固体、碘化汞钾试液、氯化铁乙醇液、氯亚氨基 2, 6-二氯醌试液。
3. 仪器或器具 试管、水浴锅、电炉、研钵、漏斗。

【操作步骤】

1. 维生素 B₁

(1) 取维生素 B₁ 5 mg，加氢氧化钠试液 2.5 ml 溶解后，加铁氰化钾试液 0.5 ml 和正丁醇 5 ml，强力振摇 2min，放置使分层，上面醇层显强烈蓝色荧光，滴加稀硝酸使呈微酸性(勿多加)，荧光消失，再加 10%氢氧化钠试液使呈碱性，又出现蓝色荧光。

(2) 取本品约 20 mg，加水 1 ml 溶解后，加氯化汞试液 2 滴，产生白色沉淀。

(3) 取本品约 30 mg，加水 3 ml 溶解后，分成两份：一份加碘试液 2 滴，产生棕色沉淀；另一份加碘化汞钾试液 2 滴，产生黄色沉淀。

若供试品为片剂，则取适量的细粉（相当于维生素 B₁ 约 60 mg）碾碎，加蒸馏水（约 10 ml）搅拌，滤过，滤液蒸干后，取残渣，照上述方法试验，显相同的反应。

2. 维生素 B₂

(1) 取维生素 B₂ 1 mg 于小烧杯中，加纯化水 100 ml 溶解，溶液在透射光下显淡黄绿色，并有强烈的荧光，将溶液分成三份，向第一份加入稀硝酸数滴，荧光即消失；第二份 10%氢氧化钠数滴，荧光即消失；第三份加入连二亚硫酸氢钠固体少许，摇匀后，黄色即消退，荧光亦消失；若将此悬浊液在空气中振摇，又出现淡黄色荧光。

若供试品为维生素 B₂ 片剂时，则取本品片粉适量(约相当于维生素 B₂ 1 mg)，加纯化水 100 ml 搅拌溶解，过滤，取滤液照上述方法进行鉴别。

若供试品为注射剂，取适量（约相当于维生素 B₂ 1 mg）照上述方法试验，显相同的反应。

3. 维生素 B₆ 取本品约 10 mg，加水 100 ml 溶解后，各取 2 ml 分别放置甲、乙两个试管中，各加 20%醋酸钠溶液 2 ml，甲试管中加水 2 ml，乙试管中加 4%硼酸溶液 1 ml，混匀，各迅速加氯亚氨基 2, 6-二氯醌试液 2 ml；甲试管中显蓝色，几分钟后即消失，并转变为红色，乙试管中不显蓝色。

4. 维生素 C

取维生素 C 0.2g，加纯化水 10 ml，振摇溶解，将溶液分为两份，向其中一份加入硝酸银试液 0.5 ml，即产生黑色沉淀，向另一份加入 2, 6-二氯酚钠试液 1-2 滴，试液的颜色即消失。

若供试品为维生素 C 片剂时，则取本品片粉适量(约相当于维生素 C 0.2g)，加纯化水 10 ml 搅拌溶解，过滤，取滤液照上述方法进行鉴别。

【注意事项】

对于药品的制剂性质实验，应先给予处理，然后称取适量的样品，照上述方法进行，实验现象应同原料药品作鉴别实验。

实验十二 甾体药物的性质实验

【实验目的】

掌握几种常用甾体药物的性质及实验方法。

【实验原理】

1. 甾体药物可与浓硫酸-乙醇发生显色反应。
2. 具有 Δ^4-3 -酮结构的甾体药物与异烟肼反应，生成具有颜色的异烟腙。
3. 具有酚羟基的甾体药物可与铁-酚试剂发生显色反应。
4. 具有乙炔基的甾体药物可与硝酸银试液反应，生成乙炔银的白色沉淀。
5. 具有酯键的甾体药物可发生水解反应。
6. 具有 C17 位 β -醇酮基的甾体药物与酒石酸铜反应，产生红色的 Cu_2O 沉淀。

【实验器材】

1. 药物 雌二醇、己烯雌酚、甲睾酮、黄体酮、醋酸氢化可的松、炔雌醇。
2. 试液或试剂 硫酸、三氯化铁、乙醇、硝酸银、甲醇、亚硝基铁氰化钠、碳酸钠、醋酸铵、异烟肼、稀盐酸、乙醇制氢氧化钾、碱性酒石酸铜、硫酸苯肼。
3. 仪器或器具 滴管、药勺、烧杯、试管、抽滤瓶、布氏漏斗、玻璃漏斗、真空泵、橡皮管、干燥箱、水浴锅。

【操作步骤】

1. 雌二醇 取本品 2 ml，加硫酸 2 ml 溶解后，有黄绿色荧光，加三氯化铁试液 2 滴，呈草绿色，再中水稀释，则变为红色。
2. 己烯雌酚 取本品约 10 mg，加硫酸 1 ml 溶解后，溶液显橙黄色（己烷雌酚为淡黄色），加水 10 ml 稀释后，颜色即消失。
3. 甲睾酮 取本品数毫升，加硫酸-乙醇（2：1）1 ml 使溶解，即显黄色并带有黄绿色荧光。
4. 黄体酮 取本品约 5 mg，置小试管中，加甲醇 0.2 ml 溶解后，加亚硝基铁氰化钠的细粉约 3 mg、碳酸钠及醋酸铵各约 50 mg，摇匀，放置 10~30 分钟，应显蓝紫色。
取本品约 0.5 mg，置小试管中，加异烟肼约 1 mg 与甲醇 1 ml 溶解后，加稀盐酸 1 滴，即显黄色。
5. 醋酸地塞米松 取本品 10 mg，加甲醇 1 ml，微热溶解，加入已经预热好的碱性酒石酸铜试液 1 ml，即生成红色沉淀。
取本品 50 mg，加乙醇制氢氧化钾试液 2 ml，置水浴加热 5 分钟，放冷，加硫酸溶液（1→2）2 ml，缓缓煮沸 1 分钟，即发生醋酸乙酯的香气。
6. 醋酸氢化可的松 取本品约 0.1 mg，加乙醇 1 ml 溶解后，加新制的硫酸苯肼

试液 8 ml，在 70℃加热 15 分钟，即显黄色。

取本品约 2 mg，加硫酸 2 ml 使溶解，即显黄至黄棕色，并带绿色荧光。

取本品约 50 mg，加乙醇制氢氧化钾试液 2 ml，置水浴中加热 5 分钟，冷却，加硫酸溶液（1→2）2 ml，缓缓煮沸 1 分钟，即发生醋酸乙酯的香气。

7. 炔雌醇 取本品 10 mg，加乙醇 1 ml，振摇溶解，加硝酸银试液 5-6 滴，即生成白色沉淀。

取本品约 2 mg，加硫酸 2 ml 溶解，溶液显橙红色，在光线反射下出现黄绿色荧光；将此溶液倒入 4 ml 的水中，即生成玫瑰红色絮状沉淀。

【注意事项】

对于药品的制剂性质实验，应该先做预处理，然后称取适量的样品，照上述方法进行，实验现象应同原料药的鉴别实验。

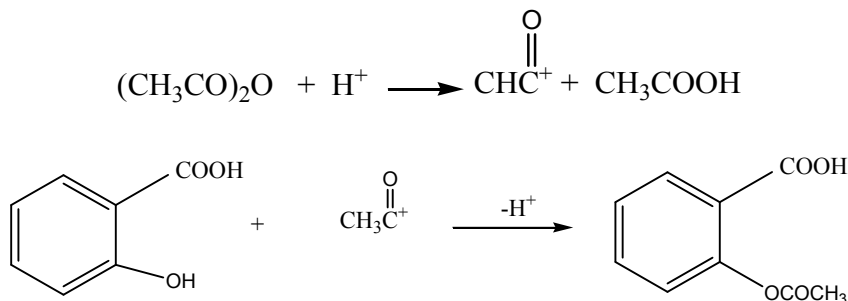
实验十三 阿司匹林的制备

【实验目的】

1. 通过本实验，掌握酰化反应原理及基本操作技术。
2. 掌握抽滤、结晶、精制等基本方法。

【实验原理】

利用醋酐在硫酸催化下形成乙酰正离子，进攻水杨酸中的酚羟基氧，从而完成乙酰化反应。



【实验器材】

1. 试药 水杨酸 (CP)、醋酐 (CP)、98%浓硫酸 (CP)、无水乙醇 (CP)。
2. 仪器或器具 锥形瓶 (50 ml、100 ml、150 ml)、量筒 (50 ml、100 ml)、40 ml 布氏漏斗、250 ml 抽滤瓶、恒温水浴锅。

【操作步骤】

1. 酰化 在 100 ml 的锥形瓶中, 依次加入水杨酸 5.0g、醋酐 8 ml 后, 滴加浓硫酸 4 滴, 轻轻地振摇, 使水杨酸溶解。再将锥形瓶放在水浴锅上加热至 50~60℃, 振摇, 并保持温度 10 分钟。冷却至室温, 待结晶析出, 加水 90 ml, 用玻棒轻轻搅拌, 继续冷却直至大量的结晶完全析出。

2. 抽滤 将布氏漏斗安装在吸滤瓶上, 选择适宜的滤纸于布氏漏斗中, 先湿润滤纸, 再开减压泵, 滤纸抽紧后, 将上述待滤结晶溶液慢慢地倾入漏斗中, 抽滤, 得到的固体用约 18 ml 纯化水分 3 次快速洗涤, 并尽量压紧抽干, 即得粗品。

3. 精制 将上步所得粗品置于 100 ml 锥形瓶中, 加入无水乙醇 18 ml, 水浴上微热溶解; 另在 100 ml 锥形瓶中加入纯化水 48 ml, 加热至 60℃; 将粗品乙醇液倒入热水中。(如有颜色, 加少量的活性炭脱色, 趁热滤过; 滤液如有固体析出, 则加热至溶解。)放置, 自然冷却至室温, 即慢慢析出白色针状结晶, 滤过, 用 50%乙醇 3~6 ml 洗涤 2 次, 抽干, 置红外灯下干燥 (不超过 60℃为宜), 即得精品。测定熔点, 计算收率。

$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量(g)}}{\text{理论产量(g)}} \times 100\%$$

【注意事项】

1. 酰化时所用仪器必须干燥无水。
2. 刚开始时加入原料和反应物时, 勿将固体沾附至瓶颈壁上。
3. 水浴加热时应避免水蒸气进入锥形瓶中, 以防醋酐和生成的阿司匹林水解。同时反应温度不宜过高, 否则会増加副产物 (乙酰水杨酰水杨酸酯、水杨酰水杨酸酯等) 的生成。
4. 水浴加热反应时若有结晶析出仍继续在 50~60℃反应, 一定保持 10 分钟。
5. 抽滤后得到的固体, 在洗涤时, 应先停止减压, 用刮刀轻轻将固体拨松, 用约 5 ml 水浸湿结晶, 再打开减压阀抽滤。
6. 阿司匹林熔点为 135~138℃, 测定时先将传温液加热至 130℃后, 立即放入精品, 快速测定。防止阿司匹林受热易分解, 可产生多种物质使熔点下降。

实验十四 烟酸的制备

【实验目的】

掌握烟酸制备的反应原理及制备的操作方法。

【实验原理】

3-甲基吡啶在水溶液中，甲基被高锰酸钾氧化形成烟酸钾盐，再酸化制成烟酸。

【仪器和试药】

(1) 主要仪器

仪 器	规格或型号	数量
电热套	500 ml	1 只
搅拌机		1 台
三颈瓶	500 ml/24mm×3	1 只
球形冷凝管	290mm/24mm×2	1 支
蒸馏弯管	24mm×2	1 只
真空接受管	24mm×2	1 只
圆底瓶	250 ml/24	1 只
吸滤液	250 ml	1 只
布氏漏斗	40mm	1 只
烧杯	500 ml	1 只

(2) 试药

试 药	规 格	摩尔数 (mol)	用 量
3-甲基吡啶	CP	0.054	5g
高锰酸钾	CP	0.108	21g
浓盐酸	CP		适量
活性炭	CP		适量 (粗品重量的1%)

【操作步骤】

(1) 烟酸的制备 在附有电热套、搅拌机、球型冷凝管、温度计的三颈瓶中，加入 3-甲基吡啶 5g，蒸馏水 200 ml，电热套加热至 85℃，分次加入高锰酸钾 21g，控制反应温度在 85~90℃，加毕，继续搅拌反应 60min. 停止反应，改成常压蒸馏装置，蒸出水及未反应的 3-甲基吡啶，至馏出液达不显混浊时，停止蒸馏，趁热过滤，用 12 ml 沸水分三次洗涤滤饼（二氧化锰），弃去滤饼，合并滤液与洗液，得烟酸钾水溶液。将烟酸钾水溶液移至 500 ml 烧杯中，以浓盐酸酸化至 PH3~4，放冷，过滤，抽干，得粗品。

(2) 精制 将粗品移至 250 ml 圆底瓶中，加粗品 5 倍量的蒸馏水，水浴加热，轻轻振摇使溶解。稍冷，加活性炭少许，加热至沸，脱色 5~10 min，稍冷，趁热过滤，滤液放冷，慢慢析出结晶，过滤，滤饼以少量冷水洗涤，抽干，干燥，得纯品，mp. 234~238℃

【注意事项】

(1) 氧化反应若完全，二氧化锰沉淀滤去后，反应液不再显紫红色。如果显紫红色，可加少量乙醇，温热片刻，紫色消失后，重新过滤。

(2) 精制中加活性炭的量可由粗品颜色深浅来定，若颜色较深可多加一些。

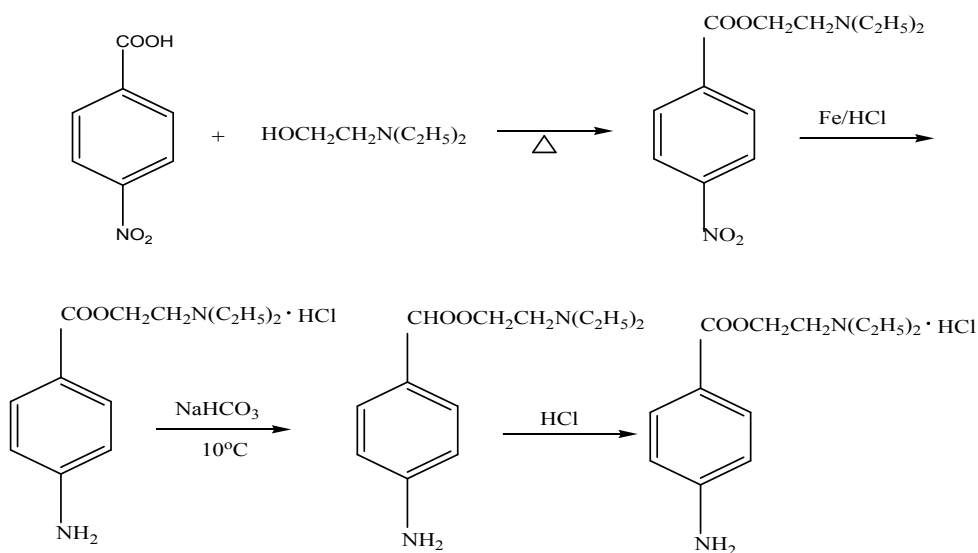
实验十五 盐酸普鲁卡因的制备

【实验目的】

1. 了解盐酸普鲁卡因的合成过程，掌握水与二甲苯共沸进行脱水酯化的操作。
2. 掌握普鲁卡因成盐条件和水溶性大的盐类用盐析法进行分离的操作及精制方法。

【实验原理】

以对硝基苯甲酸为原料，与二乙胺基乙醇脱水缩合成酯，酯化所生成的水通过与二甲苯共沸回流而分出，使反应完成。再用铁粉在盐酸中将硝基还原成氨基。



【仪器与试药】

(1) 主要仪器

仪 器	规格或型号	数量
搅拌机		1 台
电热套	500 ml	1 只
恒温水浴锅	双孔	1 台
冰浴锅		1 只
三颈瓶	500 ml/24mm×3	1 只
球形冷凝管	290mm/24mm×2	1 支
分水器	24mm×2mm	1 只
温度计	250℃	1 支
克氏蒸馏头	240mm×2mm, 14mm×2mm	1 只
真空接受管	24mm×2mm	1 只
圆底瓶	250 ml/24mm	1 只
吸滤瓶	250 ml	1 只
布氏漏斗	60mm	1 只

(2) 试药

试 药	规 格	摩尔数 (mol)	用 量
B-二乙氨基乙醇	CP	0.213	25g
对硝基苯甲酸	CP	0.228	38g
二甲苯	CP		240 ml
3%盐酸			265 ml
铁粉	CP		88g
饱和碳酸钠	CP		适量
保险粉			适量
饱和硫化钠	CP		适量

【操作步骤】

1. 硝基卡因（对-硝基苯甲酸-B-二乙氨基乙醇酯）的制备 在附有搅拌机、温度计、球形冷凝管、分水器的 500 ml 三颈瓶，加入对硝基苯甲酸 38g，二甲苯 240 ml，与搅拌下加入 B-二乙氨基乙醇 25g，电热套加热，先 110~120℃反应 30min，继续搅拌，升温至 145℃，保温反应 6h。反应完毕，稍放冷，然后把反应液转移至锥形瓶中，待下次实验用。

将锥形瓶中的上清液移至 250 ml 圆底瓶中，装上蒸馏头和毛细管，水浴加热，水泵减压蒸去二甲苯。残留物与原锥形瓶中析出的固体合并，以 3%HCL265 ml 搅拌，使对硝基苯甲酸析出，滤过，以除去未反应的对硝基苯甲酸，滤液移至 250 ml 锥形瓶中，待用。

上述滤液以饱和碳酸钠溶液调节 pH 至 4.0。精密测之。

(2) 盐酸普鲁卡因的制备 在附有搅拌器、温度计的 500 ml 三颈瓶中加入硝基卡因盐酸盐溶液，充分搅拌下于 25℃分次加入铁粉 88 g。加毕，使反应温度慢慢上升，水浴加热，保持 40~45℃反应 2h。抽滤，滤渣用少量水洗涤两次，洗液合并于滤液中，以少量稀盐酸酸化至 PH5，再用饱和硫化钠溶液调节 PH 至 8，以将反应中的铁盐沉淀除尽，过滤，滤渣用少量水洗涤两次，合并洗液与滤液，以稀盐酸酸化至 pH5，加活性炭 0.5 g，于 50~60℃保温 10min。趁热过滤，滤渣用少量水洗涤一次，合并洗液与滤液，放冷至室温，再用水浴冷至 10℃以下，反应液用饱和碳酸钠溶液碱化至 pH9.5，析出结晶，过滤，尽量抽干。将固体（普鲁卡因）在 50℃进行干燥。

将普鲁卡因称重，移至 50 ml 烧杯中，冰浴冷却，缓慢滴加浓盐酸至 pH5.5，水浴加热至 50℃，加氯化钠饱和，继续升温至 60℃，加保险粉（普鲁卡因投料量的 1%），在 65~70℃时趁热过滤，滤液移至锥形瓶中，冷却结晶，待晶体完全析出，过滤，抽

干，得盐酸普鲁卡因粗品，干燥。

(3) 精制 将粗品移至 100 ml 圆底瓶中，加蒸馏水至恰好溶解，加入少量活性炭与保险粉，加热至 65~70℃，趁热过滤，冰浴冷却，析出结晶，过滤，用少量乙醇洗涤，抽干，得盐酸普鲁卡因纯品，mp. 154~157℃。

【注意事项】

(1) 酸与醇脱水生成酯的反应是一个可逆反应。利用二甲苯与水形成共沸点的原理，将水分除去以打破平衡，使酯化反应更完全。反应所涉及的原料、试剂、仪器需干燥。

(2) 未反应完全的原料对硝基苯甲酸需除尽，否则影响产品质量。

(3) 还原时，铁粉需分次加入，以免反应剧烈而冲料。注意反应液的变化，如反应液不转成棕黑色，表示反应尚未完成，可补加适量铁粉，使反应完全。

(4) 多余的铁粉用硫化钠除去；多余的硫化钠加酸使成胶体硫析出，再加活性炭过滤除去。

(5) 严格控制 PH 至 5.5，以免芳氨基成盐；保险粉为强还原剂，可防止芳氨基氧化，并可除去有色杂质。

(6) 普鲁卡因结构中有两个碱性中心，成盐时必须控制盐酸的用量至 PH5.5，以便形成单盐形式。

附录：

实训室要求

1、仪器：课前检查，如发现仪器不足或有破损的用纸记录下来（记上前一
批做实验的同学学号，和仪器的名称、规格、数量）交给批长，批长收集
后报告老师统一补齐仪器。

课后检查，如发现仪器不够，自己查原因，如因打破仪器导致仪器不
足要向老师报告登记并补全，如因课前没检查清楚也当做自己失误打破的
情况处理。实验结束后，实验仪器必须用洗衣粉洗干净，放回原处。如果
有缺少仪器却没有报告老师，被下一批做实验的同学发现的，将会被记录
下来，当做打破仪器情况处理，并在本次实验评分中扣分。

2、实验台：实验过程中保持实验台整洁。实验结束后，整理好并擦干净实
验台，特别注意**实验台上层放试剂栏**（试剂瓶摆放整齐，台面擦干净）和
水槽（水槽边水渍要擦干，垃圾要清理干净）方可离开实验室。

3、如被老师发现上述几点没做到，记录三次以上将在最后实训考核中扣分
（一旦发现一张实验台做的不好，则记在该组的组长评分处）

4、值日生的任务：

上课前检查蒸馏水罐是否有水，没水的话要先去**打水**。**督促**同学们整
理好自己的实验台以及检查仪器是否齐全，否则可记录下来；

扫地，拖地；整理所有公共试剂台、边台、讲台；检查整理每张实验
台（可能有些同学有整理，但没整理好的，值日生要重新整理好）；**拔掉**
所有插头、关好电闸、门、窗（除非老师有特殊要求）。记得做好**值日记**
录。老师会做考评。

附录:

WZZ-1 型自动指示旋光仪操作规程

1 操作前的准备

1.1 准备好样品，样品的测定温度除另有规定外，一般为 20℃。

1.2 样品室内应无异物，确定旋光仪光源开关置于【~】（交流）挡，电源开关和示数开关应放在关的位置（向下）。

2 测定操作

2.1 开启电源开关，预热机器 15 分钟。

2.2 开启示数开关（向上扳），用调零手轮调节仪器的示数值为零点。反复按下复测键，使指示值偏离零点后，示数盘应回到零处（示数盘上红色示值为左旋，黑色示值为右旋，如有偏离，可再用手轮调节，反复用复测按钮按放 3 次，使其偏离后再回至零点或停点，记录 3 次平均值即为仪器的零点或停点），关闭示数开关（向下扳）。

2.3 将空白溶液装入试样管，如有气泡可摇动试样管使气泡浮入凸颈内，用擦镜纸擦干试样管。打开样品室盖，将试样管置于样品室内，关闭样品室盖，开启示数开关按 2.2 所述测定零点或停点，如测定值为停点，则计算时应扣除停点的读数即为零点。

2.4 关闭示数开关，取出试样管，倒出空白溶液，注入供试液少量，冲洗数次后装满供试品溶液，同上操作，取 3 次平均值再扣空白溶液的读数，即为供试品溶液的旋光度。

2.5 如旋光度超出仪器测量范围，仪器在 $\pm 45^\circ$ 处能自动停止，此时取出试样管，按一下样品室内的复位开关按钮，仪器即能自动回零。

3 关机

3.1 测定结束后，应先将示数开关关闭，然后再关电源，取出试样管洗净，晾干，样品室内可放硅胶吸湿。

3.2 登记使用时间和仪器状况。

WRS-1B 数字熔点仪操作规程

(上海申光仪器仪表有限公司)

1. 插上电源插头，开启电源开关，屏幕显示

欢迎使用

WRS-1B 数字熔点仪

2. 等待 2 s-3 s 后，屏幕显示

请输入预置温度

050℃

使用“←”、“→”、“+”、“-”四个功能键预置温度，一般预置温度应比待测物的熔点低 9~15℃，设置完毕后按“预置”键。

3. 此时屏幕显示：

请输入升温速率

1.0 °C/min

使用“+”、“-”两个功能键设置升温速率，一般设置升温速率为 3.0 °C/min。设置完毕后按“预置”键。注意进行步骤 1、2、3 操作时，不要插入毛细管。

4. 此时屏幕显示：

升温速率：XXX

预置温度：XXX

当前温度：XXX

稳定后请按升温键

等待当前温度升到预置温度，插入装有样品的毛细管，按“升温”键，开始测定。

5. 此时屏幕显示：

升温速率：XXX

预置温度：XXX

当前温度：XXX

初： 终：

等到熔点仪完成测定后，屏幕显示

测量结束

重设参数？ Y/N

初：XXX 终：XXX

初：——显示初熔温度，终：——显示终熔温度，记录结果。

使用“←”、“→”两个功能键选择“Y”或者“N”，按“←┐”确定选择。如果选择了“Y”，返回步骤 2；如果选择了“N”，返回步骤 4。

6. 完成所有测定后，选择了“Y”，返回到步骤 2，设置“预置温度”为 050℃，进入步骤 3 设置升温速率 3℃/min，进入步骤 4，等待“当前温度”达到 050℃，关闭电源开关，把下电源插头。

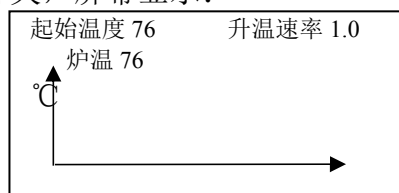
(注：如果操作过程中想回到 2 或 4 可按“←┐”或“校正”选“Y”或“N”)

7. 登记使用时间和仪器状况。

WRS-1B 数字熔点仪操作规程

(上海精科仪器仪表有限公司)

1. 插上电源插头，开启电源开关，屏幕显示：



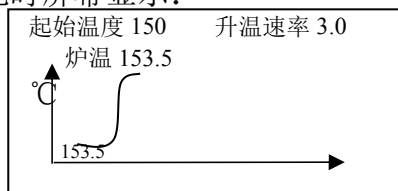
2. 设置起始温度和升温速率：使用“←”使光标处于起始温度处，按数字键盘输入起始温度，

一般起始温度应比待测物的熔点低 9~15℃，设置完毕按“←┐”键后，光标就至于升温速率处，按数字键盘设置升温速率，一般设置升温速率为 3.0℃/min。设置完毕后按“←┐”键。

注意进行步骤 1、2 操作时，不要插入毛细管。

3. 设置起始温度和升温速率后，炉温显示的温度会发生变化，显示“↑”。等待当前炉温升到起始温度，插入装有样品的毛细管，按“升温”键，开始测定。

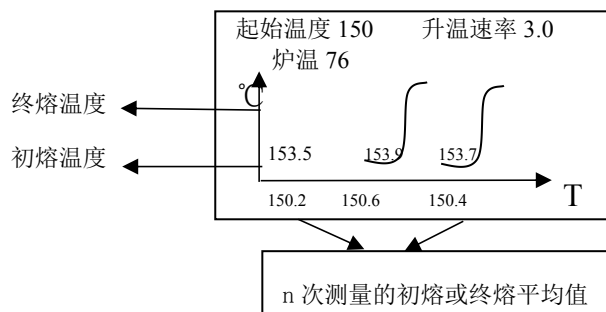
4. 等到熔点仪完成测定后，此时屏幕显示：



5. 记录测得的初熔温度和终熔温度，拔出毛细管。
6. 测定下一个样品：如要重设起始温度和升温速率，则重复步骤 2。如不需要重设参数，则在拔出毛细管后，观察炉温显示的温度，等待当前炉温降到起始温度，再插入装有样品的毛细管，按“升温”键，开始测定，测定完毕后，记录结果。

注意：屏幕可同时记录三次测定的数据，读数时应读曲线旁的初熔温度和终熔温度。

如屏幕显示：



7. 完成所有样品的测定后, 设置“起始温度”为 050℃, 升温速率 3℃/min, 等待“炉温”达到 050℃, 关闭电源开关, 拨下电源插头。
8. 登记使用时间和仪器状况。

岛津 IRAffinity-1 傅立叶变换红外光谱仪操作规程

一、谱图采集操作(谱图文件类型: *.smf)

1. 先开 IR 主机电源, 再开电脑, 双击桌面“IRsolution”快捷图标 , 打开红外软件。
2. 先进入“测定”功能界面, 再进入“测定”下拉菜单, 选择“初始化”。成功初始化后在界面左下角状态栏会出现“INIT SUCCESS”字符, 否则联系岛津技术支持。
3. 环境状态易改变, 建议重做新的背景数据。选择“是”, 移除以前的背景数据。
4. 在右下脚参数选择区域中“文件”项目下, 进入参数文件夹选择数据采集参数文件 (*.ftir), 并取消“lock”选项。(看情况操作, 一般可不进行)
5. 在“注释”和“数据文件”栏中输入图谱注释信息(文本)和谱图数据文件名 (*.smf) 及其保存目录。(看情况操作, 一般可不进行)
6. 准备背景样品 (如果用 KBr 压片制作样品, 则用 KBr 压制空白背景片, 其他情况用空气作背景), 按“背景”进行扫描, 可见出现空气能量图谱。
7. 背景扫描完成, 软件自动跳转到“查看”界面。可见“LastBkg 1”谱图图标。
8. 再次回到“测定”界面, 选择“样品”做样品测定。此时, 如果样品架不放样品, 则扫描出空气的 100%T 基线。(尖峰是 CO₂ 峰)
9. 扫描完成, 同样自动跳转到“查看”界面。
10. 如果在样品架插入样品, 做样品扫描, 至此, 数据采集 (谱图扫描) 完成。

二、谱图找峰处理及打印

1. 在“查看”界面, 选择待分析的数据谱图, 进入菜单“处理 1”选择“Peak 峰表”项
2. 设置“噪音”“阈值”、“最小面积”按“计算”“确定”列出峰表。
3. 右键“图形属性 GraphPreferences”可改变字体和谱图颜色。

4. 从“文件”菜单选择“打印”，选择“spectrum & peak table_1”进入模板文件夹选择模板 (*.ptm 文件)，然后打印。

三. 谱图检索功能

1. 进行找峰处理后。
2. 点“检索”页，点“增加”添加谱库（“除去”功能移除已选谱库）
3. 选择*.IDX 谱库文件
4. 执行“峰检索”
5. 点击得分列表中不同得分的化合物，查看搜索结果
6. 打印结果。

