

药物化学 实训指导书

主编 刘文娟 宁素云

实训一 解热镇痛药物的性质

一、实训目的

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

二、实训仪器设备及材料

1. 药品 阿司匹林、对乙酰氨基酚、安乃近。
2. 试剂 三氯化铁试液、碳酸钠试液、稀硫酸、稀盐酸、亚硝酸钠试液、碱性 β -萘酚试液、次氯酸钠试液、盐酸。
3. 器材 试管、水浴锅、电热套、研钵、小滴瓶、洗瓶、药匙。

三、实训原理

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溶液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。

四、实训内容

1. 阿司匹林

(1) 取阿司匹林约 0.1g，加纯化水约 2ml 在电热套上煮沸，放冷，加三氯化铁试液 1 滴，即显紫堇色。

(2) 取阿司匹林约 0.5g，加碳酸钠试液约 2ml，滤过，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。

2. 对乙酰氨基酚

(1) 取对乙酰氨基酚微量，加少许的水溶解，滴加三氯化铁试液，即显蓝紫色。

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

3. 安乃近

(1) 取安乃近约 20mg，加稀盐酸 1ml 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 8ml 溶解后，加热即发生二氧化硫的臭气，然后发生甲醛的臭气。

五、实训注意事项

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。实训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。

附：本实训所用试液配制方法

三氯化铁试液：取三氯化铁 9g，加水使溶解成 100ml，即得。

碳酸钠试液：取一水合碳酸钠 12.5g 或无水碳酸钠 10.5g，加水使溶解成 100ml，即得。

稀硫酸：取硫酸 57ml，加水稀释至 1000ml，即得。

稀盐酸：取盐酸 23.4ml，加水稀释至 100ml，即得。

亚硝酸钠试液：取亚硝酸钠 1g，加水使溶解成 100ml，即得。

碱性 β -萘酚试液：取 β -萘酚 0.25g，加氢氧化钠溶液（1→10）10ml 使溶解，即得。本液应临用新制。

次氯酸钠试液：取次氯酸钠适量，加水配制成 10ml 溶液，即得。

实训二 阿司匹林的制备

一、实训目的

1. 熟悉酰化反应的原理及应用；
2. 完成阿司匹林的制备；
3. 了解水杨酸类药物的杂质来源及检查方法；
4. 掌握控制反应中的温度及检查反应终点的方法。

二、实训仪器设备及材料

1. 主要仪器设备：

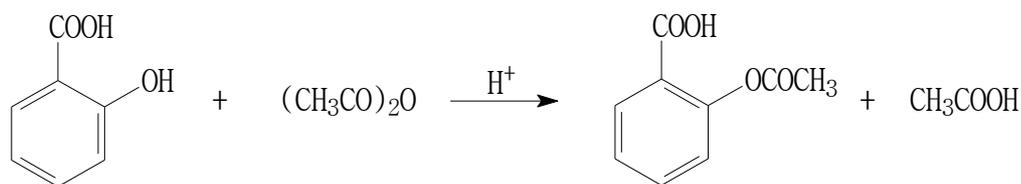
125ml 锥形瓶、200℃ 温度计、150ml 烧杯、循环水真空泵、布氏漏斗、抽滤瓶、抽滤垫、滴管、培养皿、100ml 量筒、10ml 量筒、托盘天平、玻璃棒、水浴锅。

2. 主要原料：

水杨酸、醋酐、浓硫酸、三氯化铁试液、无水乙醇。

三、实训原理

水杨酸分子的羟基可与乙酰氯、醋酸酐进行乙酰化反应，生成乙酰水杨酸。



反应速度以酰氯最快，醋酐次之，冰醋酸最慢。为操作方便，价格便宜，收率高，本实训以醋酸酐为酰化剂。

四、实训内容

（一）阿司匹林的制备

取 3g 水杨酸放入 125ml 锥形瓶中，加入 4.5g 乙酸酐，随后滴加 5 滴浓硫酸，振摇锥形瓶使水杨酸全部溶解。然后在水浴上加热至 50~60℃，振摇，保温 5~10 分钟，放置冷却至室温，即有乙酰水杨酸晶体析出。否则可用玻璃棒磨擦锥形烧瓶壁（或在冰水中冷却），促其析出晶体。晶体析出后，加 90ml 水继续在冰水中冷却，直至晶体析出完全。抽滤，用少量冰水洗涤晶体。尽量抽干。把晶体摊在培养皿上晾干。

（二）粗品的重结晶

将粗品放入 150ml 烧杯中，在搅拌下，加入无水乙醇 9ml，继续搅拌，于水浴上微热溶解；另在 100ml 锥形瓶中中加入纯化水 24ml，加热至 60℃；将粗品乙醇液倒入热水中，如有颜色，加少量活性炭脱色，趁热过滤；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 3~4ml 洗涤 2 次，抽滤。晶体用干净玻璃塞压紧，尽量抽去滤液再用少量冰水洗涤 2~3 次，抽去水分，在表面皿上晾干。称重。计算产率。

取晶体少许置试管中，加水约 2ml，滴加三氯化铁试液 3 滴，振摇，观察应无颜色出现。

（三）结果计算

产品产率的计算

水杨酸的投料：乙酰水杨酸的理论量=138.07:180.09

乙酰水杨酸的理论量=水杨酸的投料×180.09/138.07

产率=(实际产量/理论量)×100%

（四）三氯化铁检查终点方法：取 1 滴反应液加 2 滴 95%乙醇、2 滴水、1 滴三氯化铁，结果不显紫色。

五、说明

1. 乙酰水杨酸容易水解，避免加热干燥。必要时宜在 80℃以下烘干。产品密封保存于干燥处。

2. 产品遇三氯化铁试液如显紫色，表示产品中混有杂质水杨酸，后者可能

因贮存不当，或制备时精制不够完善而存在。可用重结晶法进一步纯化。

六、现象及原因

序号	操作	现象	原因
1	加入水杨酸和醋酐， 温度保持 50~60℃	部分水杨酸溶解	加温能促进水杨酸溶解同时开始反应
2	滴加 5 滴浓 H ₂ SO ₄	剩余水杨酸立即溶解	酸催化反应，生成乙酰基阳离子，发挥很强的酰化能力
3	搅拌 4min 后	烧瓶内反应物成固体状	反应基本完成
4	加 160ml 水，搅拌	固体大部分溶解	
5	抽滤，得固体	白色固体	生成成品粗品
6	粗品加 95% 的温乙醇 中	固体大部分溶解	
7	加温水溶解后抽滤	得白色结晶	成品合成成功

七、分析讨论

1. 本实训是用水杨酸与醋酐发生酰化反应而生成阿司匹林的。单用醋酐作为酰化剂，反应条件较高，进行时间较长，故加入浓 H₂SO₄ 为催化剂加速反应进行。反应过程中水的存在对本反应不利，它可使阿司匹林水解并使醋酐变为酰化能力低得多的醋酸，不利反应进行，因为阿司匹林在水中加热时会部分水解。也是我们采取用乙醇重结晶的缘故，在操作时，遇到有水的步骤动作要稍快点，以提高产量。

2. 反应过程中温度不宜过高，过高易发生副反应，从而使产率降低。浓 H₂SO₄ 要在水杨酸在醋酐的溶解阶段加入，太早加入会使反应一下剧烈进行，可能使未作用的水杨酸被迅速生成的阿司匹林包围，使反应不易进行及成品中游离水杨酸超过限度。

3. 最可能存在于最终产物中的杂质是水杨酸本身，它的存在是由于乙酰化反应不完全，或者由于产物在分离步骤中发生水解造成的。这个物质在各个纯化阶段和产物的最后重结晶过程中被除去。水杨酸像大多数酚一样，与氯化铁形成深色络合物，这个杂质的存在很易被检出。所以做完实训后要做水杨酸的限量测定。

八、实训思考题

1. 在阿司匹林制备过程中应严格控制哪些条件？为什么？
2. 在阿司匹林制备过程中，如何减少杂质的产生？

附：本实训所用试液配制方法

三氯化铁试液：取三氯化铁 9g，加水使溶解成 100ml，即得。

实训三 阿司匹林熔点的测定

一、实训目的

1. 了解熔点测定的原理及应用；
2. 学会测定熔点的操作。

二、实训仪器设备及材料

1. 药品 甲基硅油、阿司匹林
2. 器材 RD-1 型熔点测定仪、封口毛细管、研钵

三、实训原理

将固体物质加热到一定温度，当物质的固态和液态的蒸汽压相同时，即从固态转变为液态，从开始熔化到全部熔化，不超过 0.5-1℃；如混有杂质，则熔点下降，熔程增大。因此，通过测定熔点，可以初步判断化合物的纯度。

四、实训内容

1. 预热：开机，预热 30min；
2. 温度设置：根据被测物的熔点进行温度预置（按△或▽调节，阿司匹林的熔点是 135-140℃）；
3. 速度设置：1.5℃/min；
4. 装药：3mm；
5. 预热：按“控温”键——“控温”指示灯亮——温度快速上升——蜂鸣声；
6. 测试：将装好药的毛细管插入支架——放入传导液——按“启动”键——“启动”指示灯亮，观察；
7. 记录：当样品开始熔化，按下“初熔”键——毛细管透明——按下“终熔”键；
8. 读数：按“启动”键，“启动”指示灯灭，分别按“初熔”键、“终熔”键读数记录；

9. 重复同样的测试；

10. 测试结束，关闭电源，待传热液冷却，整理好仪器。

四、结果与讨论

仪器型号		编号
升温速度		室温
测 定 值	序号	初熔 终熔

实训四 心血管系统药物的性质

一、实训目的

掌握几种心血管系统药物的主要化学性质、反应原理和实训方法。

二、实训仪器设备及材料

1. 药品 硝酸异山梨酯、利血平、卡托普利。

2. 试剂 浓硫酸、硫酸亚铁试液、10%儿茶酚溶液（新鲜配制）、高锰酸钾试液、0.1%钼酸钠的硫酸溶液、香草醛试液（新鲜配制）、对二甲氨基苯甲醛、冰醋酸、乙醇、亚硝酸钠结晶、稀硫酸。

3. 器材 试管、水浴锅、电热套、研钵、小滴瓶、洗瓶。

三、实训原理

1. 硝酸异山梨酯

(1) 硝酸异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，再两液层界面出呈现棕色环。

(2) 硝酸异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，再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。

2. 利血平 利血平为吲哚类生物碱，具有吲哚的显色反应。

(1) 利血平与钼酸钠的硫酸溶液作用，可显黄色。

(2) 利血平与香草醛试液反应，显玫瑰红色。

(3) 利血平再醋酸和硫酸溶液中，与对二甲氨基苯甲醛作用，显绿色，再加冰醋酸则变为红色。

3. 卡托普利

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。

四、实训内容

1. 硝酸异山梨酯

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

(2) 取本品约 2mg，置试管中，加新鲜配制的 10% 儿茶酚溶液 3ml，混合摇匀后，注意慢慢滴加硫酸 6ml，溶液即显暗绿色。

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

2. 利血平

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

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

3. 卡托普利

取本品约 25mg，置于试管中，加乙醇 2ml 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。

五. 实训注意事项

1. 硝酸异山梨酯在室温及干燥状态下较稳定，但遇强热或撞击下会发生爆炸，实训中需加以注意。

2. 利血平遇光色渐变深，故应遮光密封保存。

3. 卡托普利具有巯基结构，因此有类似蒜的特臭。

4. 若供试药品为片剂（包糖衣的要去掉糖衣），可将片剂研细，取片剂细粉适量（约相当于硝酸异山梨酯 20mg，利血平 2.5mg、卡托普利 50mg），用适宜溶剂振摇提取（硝酸异山梨酯用氯仿 10ml、利血平用氯仿 10ml、卡托普利用乙醇 4ml），提取液滤过；卡托普利用滤液直接进行鉴别反应，其余两种药品可将滤液蒸干，用残渣进行鉴别。

附：本实训所用试液配制方法

硫酸亚铁试液：取硫酸亚铁结晶 8g，加新沸过的冷水 100ml 使溶解，即得。
本液应临用新制。

10%儿茶酚溶液（新鲜配制）：

高锰酸钾试液：可取用高锰酸钾滴定液（0.02mol/L）：（取高锰酸钾 0.32g，加水 100ml，煮沸 15min，密塞，静置 2 日以上，用垂熔玻璃滤器滤过，摇匀。）

0.1%钼酸钠的硫酸溶液：将 10ml 浓硫酸在搅拌下缓缓加入到 90ml 水中，再加 0.1g 钼酸钠溶解，即得。

香草醛试液（新鲜配制）：取香草醛 0.1g，加盐酸 10ml 使溶解，即得。

稀硫酸：将 5.7ml 硫酸缓缓加入到适量水中，再加水稀释至 100ml，即得。

实训五 磺胺类药物的性质

一、实训目的

掌握几种常见磺胺类药物的主要化学性质、反应原理和实训方法。

二、实训仪器设备及材料

1. 药品 磺胺甲恶唑（SMZ）、磺胺嘧啶（SD）、磺胺醋酰钠（SA-Na）。
2. 试剂 稀盐酸、亚硝酸钠试液、碱性 β -萘酚试液、1%氢氧化钠试液、硫酸铜试液、2.5%碘酊。
3. 器材 试管、水浴锅、电热套、研钵、小滴瓶、洗瓶。

三、实训原理

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氢原子具弱酸性，在碱性条件下可被铜离子取代生成不溶的铜盐沉淀。
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，可与生物碱沉淀试剂反应，生成沉淀。

四、实训内容

1. 取试管两只，分别加药品（SMZ、SD）约 50mg，于每支试管中加稀盐酸 1ml，振摇使溶解。然后加 0.1mol/L 亚硝酸钠试液数滴，充分振摇后，再滴加碱性 β -萘酚试液数滴，即产生红色沉淀。

2. 取试管三支，分别加药品（SMZ、SD、SA-Na）约 0.1g，加水 3ml，摇匀后，逐滴滴加 1%氢氧化钠，至溶解（碱液切勿过量），滤过，取滤液，加硫酸铜试液 1 滴，即生成特殊颜色的铜盐沉淀。

3. 取磺胺嘧啶约 0.1g，加稀盐酸使溶解后，加 2.5%碘酊 4~5 滴，即产生棕褐色沉淀。

五. 实训注意事项

1. 亚硝酸钠与盐酸反应生成亚硝酸，亚硝酸盐极不稳定，易分解，故芳伯胺的充氮化实训中，应注意操作程序。

2. 磺胺类药物的铜盐，随取代基的不同而颜色不同，以此区分各种磺胺药。实训中磺胺类药物沉淀颜色见实训表。

药物名称	沉淀颜色
磺胺嘧啶	黄绿色沉淀；放置后变为紫色
磺胺醋酰钠	蓝绿色沉淀
磺胺甲恶唑	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 0.5g），加氨试液 10ml，研磨使 SD、SMZ 溶解于氨试液中，加水 10ml，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，再用滤纸片吸取水分，照上述方法进行实训。

若 SA-Na 为滴眼液，则取 2ml 滴加硫酸铜进行铜盐反应。

附：本实训所用试液配制方法

稀盐酸：取盐酸 23.4ml，加水稀释至 100ml，即得。

亚硝酸钠试液：取亚硝酸钠 1g，加水使溶解成 100ml，即得。

碱性 β-萘酚试液：取 β-萘酚 0.25g，加氢氧化钠溶液（1→10）10ml 使溶解，即得。本液应临用新制。

1%氢氧化钠试液：取氢氧化钠 1g，加水使溶解成 100ml，即得。

硫酸铜试液：取硫酸铜 12.5g，加水使溶解成 100ml，即得。

2.5%碘酊：先将碘化钾 1g 溶解于 10 mL 水中，配成饱和溶液。再将碘 2.5g 加入碘化钾溶液中，然后加入乙醇 50ml，搅拌溶解后，添加蒸馏水至 100mL，即得。

实训六 抗生素的性质

一、实训目的

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

二、实训仪器设备及材料

1. 药品 青霉素钠（钾）、硫酸链霉素、乳糖酸红霉素。
2. 试剂 稀盐酸、乙醇、氢氧化钠试液、硫酸铁铵试液、氯化钡试液、硫酸、丙酮、氯仿、盐酸。
3. 器材 试管、水浴锅、电热套、研钵、小滴瓶、洗瓶。

三、实训原理

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断裂，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红色。

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。

四、实训内容

1. 青霉素钠（钾）

取青霉素钠（钾）约40mg，加水2ml使溶解，加稀盐酸1滴，即生成白色沉淀，此沉淀能在乙醇、过量盐酸中溶解。

2. 硫酸链霉素

（1）取硫酸链霉素约8mg，加水2ml溶解后，加氢氧化钠试液0.1ml，置约50℃水浴上加热5分钟（药量越大，温度越高，加热时间越长，所显颜色越深），加硫酸铁铵试液（取硫酸铁铵0.1g，加0.5mol/L的硫酸液5ml，使溶解即成）0.2ml，即显紫红色。

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

3. 红霉素

（1）取红霉素5mg，加硫酸1ml，缓缓摇匀，即显红棕色。

（2）取红霉素3mg，加丙酮2ml振摇溶解后，加盐酸2ml即显橙黄色，渐变为紫红色，再加氯仿2ml振摇，氯仿层应显紫色。

五. 实训注意事项

1. 青霉素钠（钾）盐有引湿性，遇酸、碱、氧化剂等分解变质，故应在实训使用前开封使用。

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，用乳钵研细后，取适量细粉使用。

附：本实训所用试液配制方法

稀盐酸：取盐酸 23.4ml，加水稀释至 100ml，即得。

氢氧化钠试液：取氢氧化钠 4.3g，加水使溶解成 100ml，即得。

硫酸铁铵试液：取硫酸铁铵 20g 与硫酸 9.4ml，加水至 100ml，即得。或取硫酸铁铵 2g，加 0.5mol/L 的硫酸（将 2.7ml 浓硫酸缓缓加入到适量水中，再加水使成 100ml，即得）100ml，使溶解即成。（哪种方法好？需要实训验证）

氯化钡试液：取氯化钡的细粉 5g，加水使溶解成 100ml，即得。

实训七 甾体药物的性质

一、实训目的

掌握几种常用甾体药物的主要性质和实训方法。

二、实训仪器设备及材料

1. 药品 雌二醇、己烯雌酚、甲睾酮、黄体酮、醋酸地塞米松、醋酸氢化可的松、炔雌醇。

2. 试剂 硫酸、三氯化铁试液、硫酸-乙醇（2：1）、异烟肼、甲醇、稀盐酸、碱性酒石酸铜试液、乙醇、硝酸银试液。

3. 器材 试管、水浴锅、电热套、研钵、小滴瓶、洗瓶、药匙、紫外灯。

三、实训原理

1. 甾体药物可与浓硫酸-乙醇发生显色反应。
2. 具有 4-烯-3-酮结构的甾体药物可与异烟肼反应，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 α -醇酮基的甾体药物可还原酒石酸铜，产生红色的 Cu₂O 沉淀。

四、实训内容

1. 雌二醇 取本品约 2ml，加硫酸 2ml 溶解，有黄绿色荧光，加三氯化铁试液 2 滴，呈草绿色，再加水稀释，则变为红色。

2. 己烯雌酚 取本品约 10mg，加硫酸 1ml 溶解后，溶液显橙黄色，加水 10mg 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）1ml 使溶解，即显黄色并带有黄绿色荧光。

4. 黄体酮 取本品约 0.5mg，置小试管中，加异烟肼约 1mg 与甲醇 1ml 溶解后，加稀盐酸 1 滴，即显黄色。

5. 醋酸地塞米松 取本品约 10mg，加甲醇 1ml，微温溶解后，加热的碱性酒石酸铜试液 1ml，即生成红色沉淀。

6. 醋酸氢化可的松 取本品约 2mg，加硫酸 2ml 使溶解，即显黄至棕黄色，并带绿色荧光。

7. 炔雌醇

（1）取本品 2mg，加硫酸 2ml 溶解后，溶液显橙红色，在反射光线下出现黄绿色荧光；将此溶液倒入 4ml 水中，即生成玫瑰红色絮状沉淀。

（2）取本品 10mg，加乙醇 1ml 溶解后，加硝酸银试液 5~6 滴，即生成白色沉淀。

五、注意事项：

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

附：本实训中试液配制方法

三氯化铁试液：取三氯化铁 9g，加水使溶解成 100ml，即得。

硫酸-乙醇（2：1）：硫酸 60ml 缓缓加到 30ml 乙醇中，即得。

稀盐酸：取盐酸 23.4ml，加水稀释至 100ml，即得。

碱性酒石酸铜试液：（1）取硫酸铜结晶 6.93g，加水使溶解成 100ml。

（2）取酒石酸钾钠结晶 34.6g 与氢氧化钠 10g，加水使溶解成 100ml。用时将两液等量混合，即得。

硝酸银试液：取硝酸银 1.75g，加纯化水使溶解成 100ml，即得。

实训八 水溶性维生素的性质

一、实训目的

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

二、实训仪器设备及材料

1. 药品 维生素 B₁、维生素 B₂、维生素 C,
2. 试剂 10%氢氧化钠试液、铁氰化钾试液、正丁醇、稀硝酸、二氯化汞试液、碘试液、碘化汞钾试液、连二亚硫酸钠固体、硝酸银试液、二氯靛酚钠试液。
3. 器材 试管、水浴锅、电热套、研钵、小滴瓶、洗瓶、药匙、紫外灯。

三、实训原理

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

四、实训内容

1. 维生素 B₁

(1) 取本品约 5mg，加氢氧化钠试液 2.5ml 溶解后，加铁氰化钾试液 0.5ml 与正丁醇 5ml，强力振摇 2 分钟，放置使分层，上层的醇层显强烈蓝色荧光；滴加稀硝酸成酸性，荧光即消失；再滴加 10% 的氢氧化钠成碱性，又出现蓝色荧光。

(2) 取本品约 20mg，加水 1ml 溶解后，加二氯化汞试液 2 滴，产生白色沉淀。

(3) 取本品约 30mg，加水 3ml 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。

2. 维生素 B₂ 取本品约 1mg，加水 100ml 溶解后，溶液在透射光下显淡黄

绿色并有强烈的黄绿色荧光；分三份：第一份加稀硝酸，荧光即消失；第二份加10%的氢氧化钠，荧光即消失；第三份加连二亚硫酸钠结晶少许，摇匀后，黄色即消退，荧光亦消失。

3. 维生素C 取本品约2g，加水10ml溶解后，分成两份，一份加硝酸银试液0.5ml，即产生黑色沉淀；另一份加二氯靛酚钠试液1-2滴，试液的颜色即消失。

附：本实训所用试液配制方法

10%氢氧化钠试液：取氢氧化钠10g，加水使溶解成100ml，即得。

铁氰化钾试液：取铁氰化钾1g，加水10ml使溶解，即得。本液应临用新制。

稀硝酸：取硝酸10.5ml，加水稀释至100ml，即得。

二氯化汞试液：取二氯化汞6.5g，加水使溶解成100ml，即得。

碘试液：取碘1.3g和碘化钾3.6g，加水使溶解成100ml，即得。

碘化汞钾试液：取二氯化汞1.36g，加水60ml使溶解，另取碘化钾5g，加水10ml使溶解，将两液混和，加水稀释至100ml，即得。

硝酸银试液：取硝酸银1.75g，加纯化水使溶解成100ml，即得。

二氯靛酚钠试液：取2,6-二氯靛酚钠0.1g，加水100ml溶解后，滤过，即得。