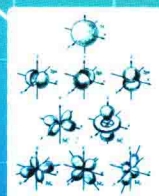
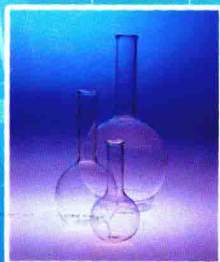
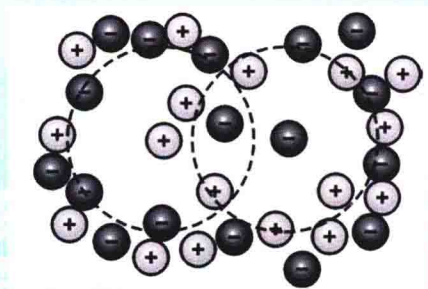
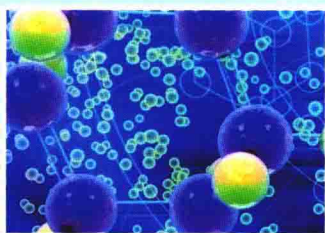


全国高等院校医学实验教学计划教材

医用化学实验教程

主 编 郭 忠 刘 勇 黄 涛



科学出版社

全国高等院校医学实验教学规划教材

医用化学实验教程

主 编 郭 忠 刘 勇 黄 涛

科 学 出 版 社

北 京

· 版权所有 侵权必究 ·

举报电话:010-64030229;010-64034315;13501151303(打假办)

内 容 简 介

医用化学实验是医用化学课程的一个组成部分。为适应我国高等医学教育的改革和发展,作者参阅了国内外新近出版的化学类教科书,总结多所院校多年的教学经验,适合新的教学时数和培养大纲要求,涵盖了医学院校各个专业所需的基础课中与化学相关的实验内容,包括化学实验室基本知识;医用化学实验基本操作;无机化学部分;有机化学部分和分析化学部分。还包括精密仪器使用方法,试剂的配制,常见物质的物理化学参数等。

本书注重教学的系统性和实用性,可作为医药院校医学大类(临床医学、全科医学、临床检验、口腔医学、输血医学、护理学等专业)本科生的医用化学、基础化学、无机化学、有机化学配套实验教材,也可作为相关专业人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

医用化学实验教程 / 郭忠, 刘勇, 黄涛主编. —北京: 科学出版社, 2015. 6
全国高等院校医学实验教学规划教材

ISBN 978-7-03-043316-9

I. ①医… II. ①郭… ②刘… ③黄… III. ①医用化学—化学实验—医学院校—教材 IV. ①R313-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 026605 号

责任编辑:朱 华 / 责任校对:蒋 萍

责任印制:肖 兴 / 封面设计:范璧合

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>

北京厚诚则铭印刷科技有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2015 年 6 月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2015 年 6 月第一次印刷 印张:16

字数:379 000

POD定价: 49.80元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

前 言

医用化学实验是医用化学课程的一个组成部分。为了适应我国高等医学教育的改革和发展,西北民族大学医学院相关教师参阅了国内外新近出版的化学类教科书,总结了多所学校的多年教学实践经验及各校新的教学时数和教学要求,结合各医学院校实验学时普遍较少的特点,特编写这本《医用化学实验教程》教科书。

开设医用化学实验课程的主要目的是:①通过实验,使学生学习和掌握医用化学实验的基本操作技术和操作技能,在医用化学实验的基本操作方面获得较全面的训练。这些技能的训练对即将进入科学研究领域工作的学生来说是十分重要的,因为科学实验研究中准确的数据和结果,首先出自正确的实验操作。因此,进行化学实验基本操作技能的训练具有极其重要的意义。②配合课堂讲授,通过实验检验使课堂讲授的基本理论和基本概念得到巩固和充实,并适当地扩大知识面。当课堂学习的理论与实验室的验证实验结合为一体时,许多概念就很容易理解了。③培养学生独立思考和独立工作的能力。通过综合性实验使学生能够联系课堂讲授的知识来独立思考和设计实验方案;通过综合性实验的训练,可以培养学生正确观察、精密思考、诚实记录、独立工作的科学态度及方法和习惯。

本书注重了《医用化学实验》教学的系统性和实用性,可作为医药院校医学大类(临床医学、全科医学、临床检验、口腔医学、输血医学、护理学等专业)本科生的医用化学、基础化学、无机化学、有机化学配套实验教材,也可作为相关专业人员的参考书。

在编写过程中,我们参考了近几年出版的无机化学和有机化学实验教材,具体书目附于书后,在此向参考教材的编者表示感谢。本教材受西北民族大学校级规划教材项目资助,特此致谢。由于编写时间较短,加之编者的学术水平和编写能力有限,不足之处在所难免,诚恳希望读者批评指正,以便再版时加以改正。

赵 晋

2014年9月9日

目 录

第一章 医用化学实验的一般知识及常用仪器认识	(1)
一、医用化学实验的任务和目的	(1)
二、医用化学实验的学习要求与程序	(1)
三、化学药品、试剂的存储及其使用事项	(2)
四、常用气体干燥及净化	(5)
五、实验室守则及意外事故的紧急处理	(6)
六、误差及有效数字	(8)
第二章 医用化学实验的基本操作	(12)
第一节 医用化学常用仪器及装置简介	(12)
一、试管	(12)
二、烧杯	(12)
三、量筒	(13)
四、温度计	(13)
五、容量瓶	(14)
六、漏斗	(14)
七、吸滤瓶	(15)
八、干燥管	(15)
九、洗气瓶	(16)
十、蒸发皿	(16)
十一、移液管和吸量管	(16)
十二、有机化学常用仪器和设备	(17)
第二节 仪器的清洗与干燥	(22)
一、玻璃仪器的洗涤方法	(22)
二、玻璃仪器的干燥方法	(23)
第三节 实验室常用加热仪器与加热方法	(24)
一、实验室常用的加热仪器	(24)
二、实验室常用的加热方法	(24)
三、冷却方式	(27)
第四节 天平及度量仪器的使用	(28)
一、天平	(28)
二、酸度计	(29)
三、分光光度计	(33)
四、度量仪器	(36)
第五节 配制溶液	(38)
一、粗略配制溶液的方法	(38)
二、精确配制溶液的方法	(39)

实验十八 二氧化硅含量的测定	(181)
一、氯化铵重量法	(181)
二、氟硅酸钾容量法(GB/T176—1996 中规定的代用法)	(182)
实验十九 氨基酸的纸层析法	(183)
实验二十 血清蛋白乙酸纤维素薄膜电泳	(186)
实验二十一 荧光法测定硫酸奎尼丁含量	(190)
实验二十二 石墨炉原子吸收分光光度法测定牛奶中微量铜的含量——标准加入法	(191)
实验二十三 气相色谱(FID)定性定量分析基础	(194)
实验二十四 高效液相色谱仪(岛津 LC-20A 型)基本操作	(198)
实验二十五 离子交换树脂总交换容量的测定	(201)
实验二十六 药用硼砂含量的测定	(203)
实验二十七 游泳池水中尿素的测定	(204)
实验二十八 钙制剂中钙含量的测定	(206)
实验二十九 磷酸的电位滴定	(207)
参考文献	(210)
附录	(211)
附录一 常用元素的原子量表	(211)
附录二 饱和水蒸气压力	(211)
附录三 常用酸、碱溶液的相对密度、含量和浓度	(213)
附录四 常用弱酸和弱碱的电离常数(25℃、I=0)	(214)
附录五 常用的标准缓冲溶液	(216)
附录六 各种 pH 值的磷酸盐缓冲液配制	(217)
附录七 “Tris”和“HCl”组成的 Tris-HCl 缓冲溶液(pH7.19~9.10)	(218)
附录八 常用难溶化合物的溶度积	(219)
附录九 常用电极的标准电极电势	(222)
附录十 常用基准物质的干燥条件和应用	(229)
附录十一 常用有机溶剂密度沸点和在水溶性	(229)
附录十二 常用试剂的配制	(230)
一、实验室常用溶液的配制	(230)
二、电泳缓冲液、染料和凝胶加样液	(232)
三、常用培养基	(232)
四、常用抗生素	(233)
五、0.01mol/L 磷酸盐缓冲液(PBS)配制方法	(233)
六、各种浓度磷酸缓冲液(PB)(pH=7.4)的配制	(234)
附录十三 常见毒性危险性化学药品	(234)
一、化学药品的毒性分类	(234)
二、丁二烯的毒性	(235)
附录十四 化学文献和实验常用中英文及其缩写或简称对照表	(236)
附录十五 常用有机溶剂纯化方法	(244)

第一章 医用化学实验的一般知识及常用仪器认识

一、医用化学实验的任务和目的

化学是一门以实验为基础的自然科学,化学各门学科的一些理论和定律都是通过实验总结出来的,化学新物质的合成及应用也离不开化学实验。已故中科院院士戴安邦教授指出:“实验教学是实施全面化学教育的有效形式”。

化学实验是在人为的条件下进行化学现象的模拟、再现和研究的实践性活动。而化学实验的成功与否,与实验条件和实验操作者的实验技能、技巧有关。在实验条件(仪器和药品)已经满足实验要求的前提下,实验操作者的实验技能水平的高低是影响实验结果和准确性的直接因素。

医用化学实验的目的是使学生加强对化学实验仪器和实验装置的规范操作的认知,扎实地训练化学实验方法与技能。本门课程的任务是使学生了解化学实验的类型,具备化学实验常识;正确选择和使用常见的实验仪器设备,了解它们的构造、性能、用途和使用方法;熟悉实验原理和操作,系统地掌握无机化学实验、有机化学实验和分析化学实验的基本操作方法和实验技能;培养学生认真实验、仔细观察、积极思考、如实记录的实验素养和实事求是的科学态度。通过化学实验课程的学习,使学生具备较高的化学实验素养及较强的实验能力,为以后学习各门实验课程打下良好基础。

二、医用化学实验的学习要求与程序

(一)学习要求

(1)实验前必须做好预习。认真阅读实验教材和教科书,弄清实验的目的和要求、基本原理、实验内容、操作步骤及注意事项。

(2)认真独立完成实验。要做到认真操作、细心观察、积极思考、如实记录。对于设计性实验审题要准确,仔细查阅文献资料,实验方案要合理可靠,以达到预期的目的。

(3)按时完成实验报告。书写实验报告是学生对所学知识进行归纳和提高的过程,也是培养严谨的科学态度、实事求是精神的重要措施。实验报告要求书写规范、简明扼要、结论正确。

(二)学习方法

1. 预习 实验课要求学生既动手做实验,又要动脑筋思考问题,因此实验前必须做好预习。对实验的各个过程心中有数,才能使实验顺利进行,达到预期的效果。预习时应做到:认真阅读实验教材和参考教材中的相关内容;明确实验的目的和基本原理;掌握实验的预备知识、实验关键步骤,了解实验操作过程的注意事项;写出简明扼要的预习报告,方能进行实验。

2. 实验 进行实验时要有科学、严谨的态度。实验时应做到:认真操作,严格遵守实验操作规范,注重基本操作训练与实验能力的培养;对于每一个实验,不仅要在原理上搞清弄

懂,更要在操作上进行严格的训练。即使是一个很小的操作也要按规范要求一丝不苟地进行练习。实验中要细心观察现象,尊重实验事实,及时、如实地做好详细记录,从中得到有用的结论。实验过程中应勤于思考、仔细分析,力争自己解决问题,遇到难以解决的疑难问题时,可请教师指点。在实验过程中应保持肃静,遵守规则,注意安全,整洁节约。设计新实验或做规定以外的实验时,应先经指导教师允许。实验完毕后洗净仪器,整理好药品及实验台。

3. 实验报告 实验报告是总结实验进行的情况、分析实验中出现的问题和整理归纳实验结果必不可少的基本环节,是把直接和感性认识提高到理性思维阶段的必要一步。通过实验报告也反映出每个学生的实验水平,是实验评分的重要依据。实验者必须严肃、认真、如实地写好实验报告。

实验报告包括 7 部分内容:

- (1) 实验目的。
- (2) 实验原理:主要用反应方程式和公式表示,语言要简明扼要。
- (3) 实验仪器与试剂。
- (4) 实验步骤:尽量用表格、框图、符号等形式,表达要条理清晰。
- (5) 实验现象和数据记录:表达实验现象要正确、全面,数据记录要规范、完整,决不允许主观臆造,弄虚作假。
- (6) 实验结果:对实验结果的可靠程度与合理性进行评价,并解释所观察到的实验现象;若有数据计算,务必将所依据的公式和主要数据表达清楚。
- (7) 问题与讨论:针对本实验中遇到的疑难问题,提出自己的见解或体会;也可以对实验方法、检测手段、合成路线、实验内容等提出自己的意见,从而训练创新思维 and 创新能力。

三、化学药品、试剂的存储及其使用事项

(一) 试剂的规格

根据国家标准(GB),化学试剂按其纯度和杂质含量的高低,基本上可分为四个等级,其级别代号、规格标志及适用范围见表 1-1。

表 1-1 化学试剂的级别

级别	一级	二级	三级	四级	
名称	保证试剂优级纯	分析试剂分析纯	化学纯	实验试剂	生物试剂
英文缩写	G. R.	A. R.	C. P.	L. R.	B. R.
瓶签颜色	绿	红	蓝	棕或黄	黄或其他颜色

一级(优级纯)试剂,杂质含量最低,纯度最高,适用于精密的分析及研究工作;二级(分析纯)及三级(化学纯)试剂,适用于一般的分析研究及教学实验工作;四级(实验试剂)试剂,杂质含量较高,纯度较低,只能用于一般性的化学实验及教学工作,如在分析工作中作为辅助试剂(发生或吸收气体、配制洗液等)使用。

除上述四种级别的试剂外,还有适合某一方面需要的特殊规格试剂,如基准试剂,它的纯度相当于或高于保证试剂,是容量分析中用于标定标准溶液的基准物质,一般可直接得到滴定液,不需标定;生化试剂则用于各种生物化学实验;另外还有高纯试剂,它又细分为

高纯、超纯、光谱纯试剂等。此外,还有工业生产中大量使用的化学工业品(也分为一级品、二级品),以及可供食用的食品级产品等。各种级别的试剂及工业品因纯度不同价格相差很大,所以使用时,在满足实验要求的前提下,应考虑节约的原则,尽量选用较低级别的试剂。

(二) 试剂的存放

化学试剂的贮存在实验室中是一项十分重要的工作,一般化学试剂应贮存在通风良好、干净和干燥的房间,要远离火源,并要注意防止水分、灰尘和其他物质的污染。同时还要根据试剂的性质及方便取用原则来存放试剂,固体试剂一般存放在易于取用的广口瓶内,液体试剂则存放在细口瓶中。一些用量小而使用频繁的试剂,如指示剂、定性分析试剂等可盛装在滴瓶中。见光易分解的试剂(如 AgNO_3 、 KMnO_4 、饱和氯水等)应装在棕色瓶中。对于 H_2O_2 ,虽然也是见光易分解的物质,但不能盛放在棕色的玻璃瓶中,是因为棕色玻璃中含有催化分解 H_2O_2 的重金属氧化物,通常将 H_2O_2 存放于不透明的塑料瓶中,置于阴凉的暗处。试剂瓶的瓶盖一般都是磨口的,密封性好,可使长时间保存的试剂不变质。但盛强碱性试剂(如 NaOH 、 KOH)及 Na_2SiO_3 溶液的瓶塞应换成橡皮塞,以免长期放置互相粘连。易腐蚀玻璃的试剂(氟化物等)应保存于塑料瓶中。

特种试剂应采取特殊贮存方法。例如,易受热分解的试剂,必须存放在冰箱中;易吸湿或易氧化的试剂则应贮存于干燥器中;金属钠应浸在煤油中;白磷应浸在水中。吸水性强的试剂如无水碳酸盐、苛性钠、过氧化钠等应严格用蜡密封。

对于易燃、易爆、强腐蚀性、强氧化性及剧毒品的存放应特别注意,一般需要分类单独存放。强氧化剂要与易燃、可燃物分开隔离存放;低沸点的易燃液体要放在阴凉通风处,并与其他可燃物和易产生火花的物品隔离放置,更要远离火源。闪点在 -4°C 以下的液体(如石油醚、苯、丙酮、乙醚等)理想的存放温度为 $-4\sim 4^\circ\text{C}$,闪点在 25°C 以下的液体(如甲苯、乙醇、吡啶等)存放温度不得超过 30°C 。

盛装试剂的试剂瓶都应贴上标签,并写明试剂的名称、纯度、浓度和配制日期,标签外应涂蜡或用透明胶带等保护。

(三) 试剂的取用方法

1. 试剂的取用原则 试剂取用原则是既要质量准确又必须保证试剂的纯度(不受污染):

(1) 取用试剂首先应看清标签,不能取错。取用时,将瓶塞反放在实验台上,若瓶塞顶端不是平的,可放在洁净的表面皿上。

(2) 不能用手和不洁净的工具接触试剂。瓶塞、药匙、滴管都不得相互串用。

(3) 应根据用量取用试剂。取出的多余试剂不得倒回原瓶,以防污染整瓶试剂。对确认可以再用的(或另有他用的)要另用清洁容器回收。

(4) 每次取用试剂后都应立即盖好瓶盖,并把试剂放回原处,务使标签朝外。

(5) 取用试剂时,转移的次数越少越好。

(6) 取用易挥发的试剂,应在通风橱中操作,防止污染室内空气。有毒药品要在教师指导下按规程使用。

2. 固体试剂的取用

(1) 取用固体试剂一般用干净的药匙(牛角匙、不锈钢药匙、塑料匙等),其两端为大小

两个勺,按取用药量多少而选择用哪一端,使用时要专匙专用。试剂取用后,要立即把瓶塞盖好,把药匙洗净、晾干。

(2)要严格按量取用药品,“少量”固体试剂对于一般常量实验指半个黄豆粒大小的体积,对微型实验为常量体积的 $1/10 \sim 1/5$ 。注意不要多取,多取的药品,不能倒回原瓶,可放在指定的容器中供他用。

(3)定量药品要称量,一般固体试剂可以放在称量纸上称量,对于具有腐蚀性、强氧化性、易潮解的固体试剂要用小烧杯、称量瓶、表面皿等装载后进行称量。不准使用滤纸来盛放称量物。颗粒较大的固体应在研钵中研碎后再称量。可根据称量精确度的要求,选择台秤或天平称量固体试剂。

(4)要把药品装入口径小的试管中时,应把试管平卧,小心地把盛药品的药匙放入底部,以免药品粘附在试管内壁上(图 1-1)。也可先用一窄纸条做成“小纸舟”,用药匙将固体药品放在纸舟上,然后将装有药品的纸舟送入平卧的试管里,再把纸舟和试管竖起来,并用手指轻轻弹槽,使药品慢慢滑入试管底部(图 1-2)。

(5)取用大块药品或金属颗粒要用镊子夹取。先把容器平卧,再用镊子将药品放在容器口,然后慢慢将容器竖起,让药品沿着容器壁慢慢滑到底部,以免击破容器。对试管而言,也可将试管斜放,让药品沿着试管壁慢慢滑到底部(图 1-3)。

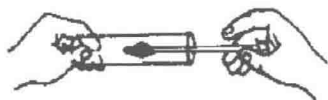


图 1-1 用药匙送药品



图 1-2 用纸舟送药品



图 1-3 块状固体沿管壁滑下

3. 液体试剂的取用

(1)多量液体的取用:取用多量液体一般采用倾倒法。把试剂移入试管的具体做法是:先取下瓶塞反放在桌面上或放在洁净的表面皿上,右手握持试剂瓶,使试剂瓶上的标签向着手心(如果是双标签则要放在两侧),以免瓶口残留的少量液体腐蚀标签。左手持试管,使试管口紧贴试剂瓶口,慢慢把液体试剂沿管壁倒入。倒出需要量后,将瓶口在容器上靠一下,再使瓶子竖直,这样可以避免遗留在瓶口的试剂沿瓶外壁流下来(图 1-4)。把试剂倒入烧杯时,可用玻璃棒引流。具体做法是:用右手握试剂瓶,左手拿玻璃棒,使玻璃棒的下端斜靠在烧杯中,将瓶口靠在玻璃棒上,使液体沿着玻璃棒流入烧杯中(图 1-5)。

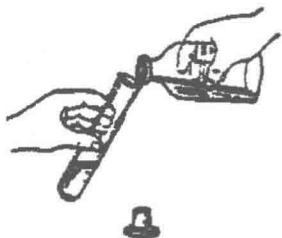


图 1-4 往试管中倾倒液体



图 1-5 往烧杯中倾倒液体

(2) 少量液体的取用: 取用少量液体通常使用胶头滴管。其具体作法是: 先提起滴管, 使管口离开液面, 捏瘪胶帽以赶出空气, 然后将管口插入液面吸取试剂。滴加溶液时, 须用拇指、食指和中指夹住滴管, 将它悬空放在靠近试管口的上方滴加(图 1-6), 滴管要垂直, 这样滴入液滴的体积才能准确; 绝对禁止将滴管伸进试管中或触及管壁, 以免沾染滴管口, 使滴瓶内试剂受到污染。滴管不能倒持, 以防试剂腐蚀胶帽使试剂变质。滴完溶液后, 滴管应立即插回, 一个滴瓶上的滴管不能用来移取其他试剂瓶中的试剂, 也不能随便拿别的滴管伸入试剂瓶中吸取试剂。如试剂瓶不带滴管又需取少量试剂, 则可把试剂按需要量倒入小试管中, 再用其他干净滴管取用。

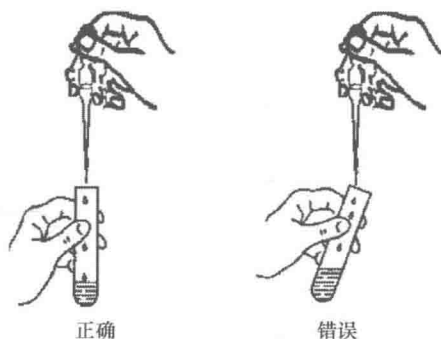


图 1-6 滴加液体的方法

长时间不用的滴瓶, 滴管有时与试剂瓶口粘连, 不能直接提起滴管, 这时可在瓶口处滴上两滴蒸馏水, 使其润湿后再轻摇几下即可。

(3) 定量取用液体: 在试管实验中经常要取“少量”溶液, 这是一种估计体积, 对常量实验是指 0.5~1.0 mL, 对微型实验一般指 3~5 滴, 根据实验的要求灵活掌握。要学会估计 1 mL 溶液在试管中占的体积和由滴管滴加的滴数相当的毫升数。要准确量取溶液, 则需根据准确度和量的要求, 选用量筒、移液管或滴定管等量器。

(四) 试纸

试纸能用来定性检验一些溶液的酸碱性, 判断某些物质是否存在。常用的试纸有 pH 试纸、淀粉-碘化钾试纸、乙酸铅试纸等。试纸要密闭保存, 取用试纸要用镊子。

使用 pH 试纸, 可快速检验出溶液的酸碱性及大致的 pH 范围。使用方法为: 将剪成小块的试纸放在表面皿或白色点滴板上, 用玻璃棒蘸取待测溶液, 滴在试纸上, 观察试纸的颜色变化, 将其与所附的标准色板比较, 便可粗略确定溶液的 pH (用过的试纸不能倒入水槽内)。不能将试纸浸泡在待测溶液中, 以免造成误差或污染溶液。

pH 试纸分为两类: 一类是广泛 pH 试纸, 其变色范围为 pH 1~14, 用来粗略地检验溶液的 pH, 其变化为 1 个 pH 单位; 另一类是精密 pH 试纸, 用于比较精确地检验溶液的 pH。精密 pH 试纸的种类很多, 可以根据不同的需求选用, 精密 pH 试纸的变化小于 1 个 pH 单位。

用试纸检查挥发性物质及气体时, 先将试纸用蒸馏水润湿, 粘在玻璃棒上, 悬空放在气体出口处, 观察试纸颜色变化。pH 试纸或石蕊试纸常用于检验反应所产生气体的酸碱性。此外还有检验各种气体的试纸, 这实际上是利用气体与试纸上的试剂产生的特征反应进行判断。例如, 用来检验 H_2S 气体的乙酸铅试纸、用来检验 SO_2 气体的 KMnO_4 试纸等。

四、常用气体干燥及净化

在实验室通过化学反应制备的气体一般都带有水气及酸雾等杂质。如果要求得到纯净、干燥的气体, 则必须对产生的气体进行净化处理。通常将气体分别通过装有某些液体或固体试剂的洗气瓶、吸收干燥塔或 U 形管等装置(图 1-7)。通过化学反应或者吸收、吸附等物理化学过程将杂质去除, 达到净化的目的。液体试剂使用洗气瓶, 而固体试剂一般选

用干燥塔或 U 形管。各种气体的性质及所含的杂质虽不同,但通常都是先除杂质,再将气体干燥。

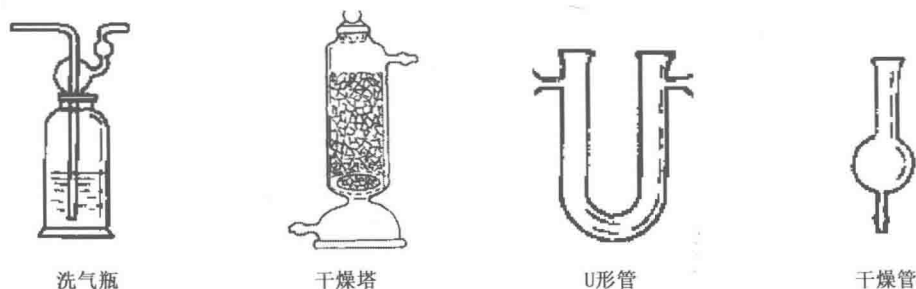


图 1-7 气体洗涤与干燥仪器

去除气体中的杂质,要根据杂质的性质,选用合适的反应剂与其反应除去。还原性气体杂质可用适当氧化剂去除,如 SO_2 、 H_2S 、 AsH_3 等,可使用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 与 H_2SO_4 组成的铬酸溶液或 KMnO_4 与 KOH 组成的碱性溶液洗涤而除掉;对于氧化性杂质,可选择适当的还原性试剂除去;而杂质 O_2 可通过灼热的还原 Cu 粉、 CrCl_2 的酸性溶液或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ (保险粉) 溶液除掉。对于酸性、碱性的气体杂质宜分别选用碱、不挥发性酸液除掉(如 CO_2 可用 NaOH ; NH_3 可用稀 H_2SO_4 溶液等)。此外,许多化学反应都可以用来去除气体杂质,如用 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 溶液除掉 H_2S 、用石灰水或 Na_2CO_3 溶液去除 CO_2 、用 KOH 溶液去除 Cl_2 等。

选择的除杂方法除了要满足除杂外,还应考虑所制备气体本身的性质。因此,相同的杂质,在不同的气体中,去除的方法可能不同。例如,制备的 N_2 和 H_2S 气体中都含有 O_2 杂质,但 N_2 中的 O_2 可用灼热的还原 Cu 粉除去,而 H_2S 中的 O_2 应选用 CrCl_2 酸性溶液洗涤的方法来去除。

气体中的酸雾可用水或玻璃棉除去。

常用的气体干燥剂见表 1-2。

表 1-2 常用的气体干燥剂

气体	干燥剂	气体	干燥剂
H_2	CaCl_2 、 P_2O_5 、浓 H_2SO_4	H_2S	CaCl_2
O_2	CaCl_2 、 P_2O_5 、浓 H_2SO_4	NH_3	CaO 或 CaO-KOH
Cl_2	CaCl_2	NO	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$
N_2	CaCl_2 、 P_2O_5 、浓 H_2SO_4	HCl	CaCl_2
O_3	CaCl_2	HBr	CaBr_2

五、实验室守则及意外事故的紧急处理

化学实验室是开展实验教学的主要场所,在实验室中涉及许多仪器仪表、化学试剂,甚至有毒药品,实验室常潜藏着发生爆炸、着火、中毒、灼伤、触电等事故的危險。因此,实验者必须特别重视实验安全。

(一) 实验室守则

(1) 实验前认真预习,明确实验目的,了解实验原理,熟悉实验内容、方法和步骤,做好

实验准备工作;严格遵守实验室的规章制度,听从教师的指导。

(2)实验中要保持安静,不得大声喧哗,不得随意走动;实验时要集中精力,认真操作,积极思考,仔细观察,如实记录。

(3)爱护国家财物,小心使用仪器和实验室设备,注意节约水、电和煤气。正确使用实验仪器、设备,精密仪器应严格按照操作规程使用,发现仪器有故障应立即停止使用,并及时向教师报告。

(4)实验台上的仪器、试剂瓶等应整齐地摆放在一定的位置,注意保持台面的整洁;每人应取用自己的仪器,公用或临时共用的玻璃仪器使用完后应洗净并放回原处。

(5)药品应按规定量取用,如未规定用量,应注意节约使用;已取出的试剂不能再放回原试剂瓶中,以免带入杂质。取用药品的用具应保持清洁、干燥,以保证试剂的纯度。取用药品后应立即盖上瓶盖,以免放错瓶塞,污染药品。放在指定位置的药品不得擅自拿走,用后要及时放回原处;实验中用过又规定要回收的药品,应倒入指定的回收瓶中。

(6)实验中的废渣、纸、碎玻璃、火柴梗等应倒入废品杯内;废液倒入指定的废液缸,剧毒废液由实验室统一处理;未反应完的金属洗净后回收;实验室的一切物品不得私自带出室外。

(7)实验结束后,应将所用仪器洗净放回实验橱内,橱内仪器应清洁整齐,存放有序;实验室内公共卫生由学生轮流打扫,并检查水、电,关好门窗。

(二) 实验室安全守则

(1)一切易燃、易爆物质的操作都要在离火较远的地方进行;一切有毒或挥发性较强的物质的操作,应在通风橱中进行。

(2)不要用湿手接触电源;水、电、煤气用后应立即关闭水龙头和煤气阀门、拉掉电闸;点燃的火柴用后应立即熄灭,不得乱扔。

(3)严禁在实验室内饮食、抽烟,或把食具带进实验室。防止有毒药品(如铬盐、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞及汞的化合物、氰化物等)进入口内或接触伤口。

(4)绝对不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。

(5)加热试管时,不要将试管口对着自己或别人,也不要俯视正在加热的液体,以免溅出的液体把人烫伤;在闻瓶中气体的气味时,鼻子不能直接对着瓶口(或管口),而应用手轻轻扇动少量气体进行嗅闻。

(6)倾注药剂或加热液体时,不要俯视容器,特别是浓酸、碱具有腐蚀性,切勿使其溅在皮肤或衣服上,眼睛更应注意防护;稀释酸、碱(特别是浓硫酸)时,应将它们慢慢注入水中,并不断搅拌,切勿将水注入浓酸、碱中;强氧化剂(如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等)或其混合物不能研磨,以防引起爆炸;银氨溶液不能留存,因久置后会析出黑色的氮化银沉淀,极易爆炸。

(7)金属钾、钠和白磷等暴露在空气中易燃烧,因此金属钾、钠应保存在煤油中,白磷则可保存在水中,取用时要用镊子。金属汞易挥发,并通过呼吸道进入人体内,逐渐积累会引起慢性中毒,一旦出现金属汞洒落,必须尽可能地收集起来,并用硫黄粉盖在洒落的地方,使金属汞转变成不挥发的硫化汞。一些有机溶剂(如乙醚、乙醇、丙酮、苯等)极易引燃,使用时必须远离明火、热源,用毕立即盖紧瓶盖。

(8)实验室所有药品不得携带出室外。每次实验后,必须洗净双手后才可离开实验室。

(三) 事故处理

因各种原因而发生事故后,千万不要慌张,应沉着冷静,立即采取有效措施处理事故。

(1) 割伤。先将伤口中的异物取出,不要用水洗伤口,伤轻者可涂以甲紫(或红汞、碘酒)或贴上“创可贴”包扎;伤势较重时先用乙醇清洗消毒,再用纱布按住伤口,压迫止血,立即送医院治疗。

(2) 烫伤。被火、高温物体或开水烫伤后,不要用冷水冲洗或浸泡,若伤处皮肤未破可将碳酸氢钠粉调成糊状敷于伤处,也可用 10% 的高锰酸钾溶液或者苦味酸溶液洗灼伤处,再涂上獾油或烫伤膏。

(3) 受强酸腐蚀。立即用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠或稀氨水冲洗,最后再用水冲洗;若酸液溅入眼睛,用大量水冲洗后,立即送医院诊治。

(4) 受浓碱腐蚀。立即用大量水冲洗,再用 2% 乙酸溶液或饱和硼酸溶液冲洗,最后再用水冲洗;若碱液溅入眼睛,用 3% 硼酸溶液冲洗,然后立即到医院治疗。

(5) 受溴腐蚀致伤。用苯或甘油洗濯伤口,再用水洗。

(6) 受磷灼伤。应立即用 1% 硝酸银、5% 硫酸铜或浓高锰酸钾溶液洗濯伤处,除去磷的毒害后,再按一般烧伤的治理方法处置。

(7) 吸入刺激性或有毒气体。吸入氯气、氯化氢气体时,可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气解毒;吸入硫化氢或一氧化碳气体而感到不适(头晕、胸闷、欲吐)时,应立即到室外呼吸新鲜空气。但应注意氯气、溴中毒不可进行人工呼吸,一氧化碳中毒不可施用兴奋剂。

(8) 遇毒物入口时,可内服一杯含有 5~10mL 稀硫酸铜溶液的温水,再用手指伸入咽喉部,促使呕吐,然后立即送医院治疗。

(9) 触电。立即切断电源,或尽快地用绝缘物(干燥的木棒、竹竿等)将触电者与电源隔开,必要时进行人工呼吸。

(10) 起火。要立即灭火,并采取措施防止火势蔓延(如切断电源、移走易燃药品等),必要时应报火警(119)。灭火的方法要针对起火原因选择合适的方法和灭火设备。

1) 一般的起火,小火用湿布、石棉布或砂子覆盖燃烧物即可灭火;大火可以用水、泡沫灭火器、二氧化碳灭火器灭火。

2) 活泼金属如钠、钾、镁、铝等引起的着火,不能用水、泡沫灭火器、二氧化碳灭火器灭火,只能用砂土、干粉灭火器灭火。有机溶剂着火时切勿使用水、泡沫灭火器灭火,而应该用二氧化碳灭火器、专用防火布、砂土、干粉灭火器等灭火。

3) 精密仪器、电器设备着火时,首先切断电源,小火可用石棉布或砂土覆盖灭火,大火用四氯化碳灭火器灭火,亦可用干粉灭火器或 1211 灭火器灭火,不可用水、泡沫灭火器灭火,以免触电。

4) 身上衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应赶快脱下衣服或用专用防火布覆盖着火处,或就地卧倒打滚,也可起到灭火的作用。

六、误差及有效数字

(一) 误差

1. 测量中的误差 任何测量过程都包含着误差,按其性质的不同误差可分为三类,即系统误差、偶然误差和过失误差。

(1) 系统误差:也称可测误差,是由某些比较确定的原因引起的,它对测量结果的影响比较固定,其大小有一定规律性,在重复测量时,会重复出现。产生系统误差的主要原因有:实验方法不完善;所用仪器准确度差;药品不纯及操作不当等。系统误差可以用改善方法、校正仪器、提纯药品、做空白试验和对照试验的方法来减少。有时也可以在找出误差原因后,算出误差的大小而加以修正。

(2) 偶然误差:也称随机误差或难测误差,由某些难以预料的偶然因素引起,它对实验结果的影响不固定。由于偶然误差的原因难以确定,似乎无规律性可寻,但如果多次测量,可以发现偶然误差遵从正态分布,即大小相近的正负误差出现机会相等,小误差出现的概率大,大误差出现的概率很小。因此,通过多次测量取平均值的方法可以减少偶然误差对测量结果的影响。

(3) 过失误差:是一种与事实明显不符的误差,由分析过程中的器皿不洁、加错试剂、错用样品、试样损失、仪器出现异常未被发现、读错数据、计算错误等不应有的错误造成。过失误差无规律可循,但只要加强责任心,工作认真细致即可避免。

2. 准确度与误差 准确度指在特定的条件下获得的分析结果与真实值之间的符合程度。准确度由分析的偶然误差和系统误差决定,它能反映分析结果的可靠性。要想提高分析结果的准确度,不仅需要改善分析的精密度,同时要消除系统误差。

准确度用绝对误差或相对误差表示。绝对误差是指实验测得的数值与真实值之间的差值;相对误差指绝对误差与真实值的百分比。即

$$\text{绝对误差} = \text{测定值} - \text{真实值}$$

$$\text{相对误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真实值}} \times 100\%$$

绝对误差与被测量的大小无关,而相对误差却与被测量的大小有关。一般来说,若被测的量越大,相对误差越小。一般用相对误差来反映测定值与真实值之间的偏离程度比用绝对误差更为合理。

3. 精密度与偏差 精密度指在一定条件下,重复分析同一样品所得测定值的一致程度,即测量结果的再现性,由分析的偶然误差决定。

通常被测量的真实值很难准确知道,因此,一般只能用多次重复测量结果的平均值代替真实值。这时单次测量结果与平均值之间的偏离就称为偏差。偏差与误差一样,也有相对偏差与绝对偏差。

$$\text{绝对偏差} = \text{单次测定值} - \text{平均值}$$

从相对偏差的大小可以反映出测量结果再现性的好坏,即测量的精密度。相对偏差小,则可视为再现性好,即精密度高。在一般的化学实验中,一般可以用平均偏差或相对平均偏差表示。

$$\text{相对偏差} = \frac{\text{绝对偏差}}{\text{平均值}} \times 100\%$$

$$\bar{d} = \frac{\sum | \bar{x} - x_i |}{n}, R\bar{d} = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (\bar{d} \text{ 为平均偏差, } R\bar{d} \text{ 为相对平均偏差})$$

4. 提高测量结果准确度的方法 为了提高测量结果的准确度。应尽量减小系统误差、偶然误差和过失误差。认真仔细地进行多次测量,取其平均值作为测量结果,这样可以减少系统误差。减少系统误差的方法一般有:校正测量仪器与测量方法、做空白试验与对照

试验。

(二)有效数字

1. 有效数字位数的确定 分析测试中,在记录测定数据时,测定值所表示的准确程度应与测试时所用的测量仪器及测试方法的精度相一致。通常测定时,一般可估计到测量仪器最小刻度的十分位,在记录测定数据时,只应保留一位不确定数字,其余数字都应是准确的,通常称此时所记录的数字为有效数字。记录和报告的测定结果只应包含有效数字,对有效数字的位数不能任意增删。

化学实验中常用仪器的精度与实测数据有效数字位数的关系列于表 1-3 中。

表 1-3 常用仪器的精度与实测值有效数字位数

仪器名称	仪器精度	真实值	有效数字位数	错误举例
托盘天平	0.1g	12.3g	3	12.30g
电子天平	0.0001g	12.3456g	6	12.345g
10mL 量筒	0.1mL	7.2mL	2	7mL
100mL 量筒	1mL	72mL	2	72.5mL
滴定管	0.01mL	23.00mL	4	23.0mL
移液管	0.01mL	25.00mL	4	25mL
容量瓶	0.01mL	50.00mL	4	50mL

任意超出或低于仪器精度的数字都是不恰当的。例如,上述电子天平的读数为 12.3456g,既不能读作 12.345g,也不能读作 12.34567g,因为前者降低了实验的精确度,后者则夸大了实验的精确度。

关于有效数字位数的确定,还应注意以下几点。

(1) 数字“0”在数据中具有双重意义。若作为普通数字使用,它就是有效数字;若它只起定位作用,就不是有效数字。例如,在分析天平上称得重铬酸钾的质量为 0.0758g,此数据具有三位有效数字,数字前面的“0”只起定位作用,不是有效数字。又如某盐酸溶液的浓度(0.2100mol/L)准确到小数点第三位,第四位可能有 ± 1 的误差,所以这两个“0”是有效数字,数据 0.2100 具有四位有效数字。

(2) 改变单位并不改变有效数字的位数,如滴定管读数 12.34mL,若该读数改用升为单位,则是 0.01234L,这时前面的两个零只起定位作用,不是有效数字,0.01234L 与 12.34mL 一样都是四位有效数字。当需要在数的末尾加“0”起定位作用时,最好采用指数形式表示,否则有效数字的位数含混不清。例如,质量为 25.08g 若以毫克为单位,则可表示为 2.508×10^4 mg;若表示为 25080mg,就易误解为五位有效数字。

(3) 对数值有效数字位数,仅由小数部分的位数决定,首数(整数部分)只起定位作用,不是有效数字。因此对数运算时,对数小数部分的有效数字位数应与相应的真数的有效数字位数相同。如 $\text{pH}=2.38$, $[\text{H}^+]=4.2 \times 10^{-3}$ 的有效数字为两位,而不是三位。

2. 有效数字的运算规则 在分析测定过程中,往往要经过几个不同的测量环节,如先用减量法称取试样,经过处理后进行滴定。在此过程中最少要取四次数据,但这四个数据的有效数字位数不一定完全相等,在进行运算时,应按照下列计算规则,合理地取舍各数字的有效数字的位数,确保运算结果正确。

(1)记录数据时,只保留一位有效数字。当拟舍弃的数字大于等于6时进位,而当尾数恰为5时,则看保留的末位数是奇数还是偶数,是奇数时就将5进位,是偶数时,则将5舍弃。总之,使保留下来的末位数是偶数,即“四舍六入五留双”。根据此原则,如将4.175和4.165处理成三位数,则分别为4.18和4.16。

(2)进行数值加减时,最后结果所保留小数点后的位数应与参与运算的各数中小数点后位数最少者相同。如 $1.2379+12.46=13.6979$ 应取13.70。

(3)进行数值乘除时,最后结果的有效数字应以参与运算的各数中有效数字位数最少者为准,而与小数点的位数无关。如 $1.23\times 0.012=0.01476$ 应取0.015。进行数值乘方和开方时,保留原来的有效数字位数。

(4)在对数计算中,所取对数的小数点后的位数,应与真数的有效数字位数相同。

(5)测定平均值的精度应优于个别测定值,在计算不少于四个测定值的平均值时,平均值的有效数字的位数可以比单次测定值的有效数字增加一位。

(6)在所有计算式中,常数及乘除因子的有效数字的位数可认为是足够的,应根据需要确定有效数字的位数。

(7)表示分析方法的精密度和准确度时,大多数取1或2位有效数字。

(黄 涛)