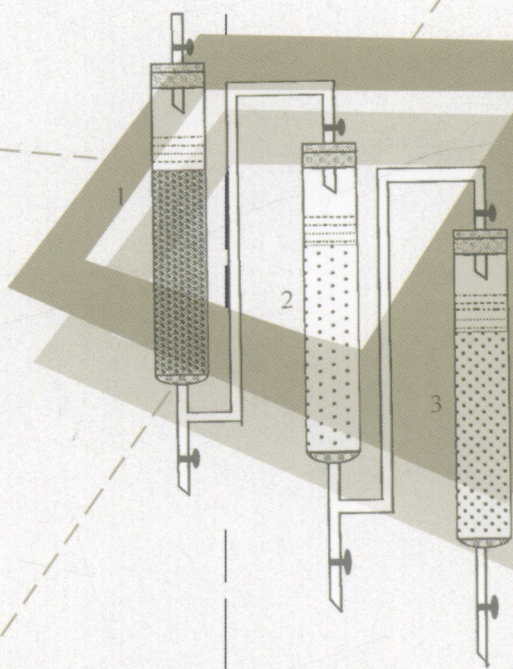


高等医药院校教材

供医学检验及药学类专业用

无机化学实验



主 编 张利民

副主编 陈 敏



人民卫生出版社

高等医药院校教材
供医学检验及药学类专业用

无机化学实验

主 编 张利民

副主编 陈 敏

编 者(以姓氏笔画为序)

于 丽 (天津医科大学药学院)	严忠红 (上海第二医科大学)
王曼娟 (中南大学化学化工学院)	张利民 (蚌埠医学院)
付煜荣 (张家口医学院)	陈 敏 (江苏大学化学化工学院)
安 芳 (张家口医学院)	赵 晶 (天津医科大学药学院)
李文戈 (蚌埠医学院)	席晓岚 (贵阳医学院)
李 永 (温州医学院)	曾小玲 (中南大学化学化工学院)
李其华 (湖南师范大学医学院)	程宝荣 (南京医科大学)
李 珊 (青岛大学医学院)	

人民卫生出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/张利民主编. —北京:

人民卫生出版社, 2003. 6

ISBN 7-117-05605-3

I. 无… II. 张… III. 无机化学-化学实验-医学院校-教材 IV. 061-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2003) 第 049675 号

无机化学实验

张利民 主编

张利民 副主编

(无机化学实验) 参 考

(无机化学实验) 张利民

(无机化学实验) 张利民

(无机化学实验) 张利民

(无机化学实验) 张利民

(无机化学实验) 张利民

(无机化学实验) 张利民

(无机化学实验) 张利民

(无机化学实验) 张利民

(无机化学实验) 张利民

(无机化学实验) 张利民

(无机化学实验) 张利民

(无机化学实验) 张利民

(无机化学实验) 张利民

(无机化学实验) 张利民

无机化学实验

(无机化学实验) 张利民

主 编: 张利民

出版发行: 人民卫生出版社 (中继线 67616688)

地 址: (100078) 北京市丰台区方庄芳群园 3 区 3 号楼

网 址: [http://www. pmph. com](http://www.pmph.com)

E-mail: [pmph @ pmph. com](mailto:pmph@pmph.com)

印 刷: 三河市宏达印刷有限公司

经 销: 新华书店

开 本: 787×1092 1/16 印张: 6.25

字 数: 144 千字

版 次: 2003 年 8 月第 1 版 2003 年 8 月第 1 版第 1 次印刷

标准书号: ISBN 7-117-05605-3/R·5606

定 价: 11.00 元

著作权所有, 请勿擅自用本书制作各类出版物, 违者必究

(凡属质量问题请与本社发行部联系退换)

前 言

无机化学实验是医学院校检验专业《无机化学》课程的重要组成部分。检验专业的学生必须掌握化学的基本操作技能。通过实验,不仅使学生达到技能训练的目的,更重要的是培养学生实事求是的科学态度,提高学生分析问题和解决问题的能力。

本实验教材是配合谢吉民教授主编,供检验、药学专业使用的《无机化学》教材编写的。主要包括:基本操作实验、基本理论实验、元素性质实验、制备、综合和设计实验。在保证完成基本技能训练的基础上,增加了医学领域中普遍使用的分光光度计、酸度计、渗透压实验及部分综合性、设计性实验,有利于学生综合能力的培养,达到实验课程教学的真正目的。

本教材由上海第二医科大学、天津医科大学药学院、中南大学湘雅医学院、江苏大学化学化工学院、张家口医学院、青岛大学医学院、南京医科大学、贵阳医学院、蚌埠医学院、湖南师范大学医学院、温州医学院(以院校的第一字笔画为序)联合编写。

衷心感谢谢吉民教授对本教材编写的支持、关心和指导。

本教材在编写时参阅了兄弟院校的教材和正式出版的书刊中的有关内容,在此向有关的作者和出版社表示感谢。

限于编者水平,本教材虽经反复修改,仍难免有错误和不妥之处,恳请专家、同行及使用本教材的教师和同学批评指正。

编 者

2003年5月

实验十五 配合物的生成和性质	57
实验十六 分光光度法测定 $\text{Fe}(\text{II})$ 配合物的组成	60
实验十七 d 区元素的性质 I (铜、镍、钴、铁)	65
实验十八 d 区元素的性质 II (铬、锰、钒、钛、锆)	68
实验十九 阴离子定性分析	72
实验二十 离子交换法制备纯水	76
实验二十一 综合设计实验(三草酸合铁(II)酸钾的合成和组成测定)	79
附录一 国际原子量表	82
附录二 水的离子积常数	84
附录三 纯水的饱和蒸气压	85
附录四 弱电解质在水中的解离常数	86

18		指示剂的用量	正象调
98		(0.25°C) 摩尔浓度的配合物常数	六象调
实验须知		目 录	七象调
98		(0.25°C) 摩尔浓度的配合物常数	八象调
98		常用式摩尔浓度的配合物常数	九象调

实验须知		1
基本操作		3
实验一 医用氯化钠的精制		9
实验二 硫酸亚铁铵的制备		12
实验三 凝固点降低法测定尿素的分子量		15
实验四 溶液的渗透压的测定		17
实验五 电解质溶液		20
实验六 醋酸解离度和解离常数的测定		23
实验七 沉淀与溶解平衡		27
实验八 醋酸银溶度积常数的测定		30
实验九 缓冲溶液的配制和性质		33
实验十 化学反应速率与活化能测定		38
实验十一 氧化与还原平衡		42
实验十二 S 区元素的性质		45
实验十三 P 区元素的性质 I (氯、溴、碘、硫)		47
实验十四 P 区元素的性质 II (氮、磷、砷、锑、铋、碳、硼)		52
实验十五 配合物的生成和性质		57
实验十六 分光光度法测定 $\text{Fe}(\text{III})$ 配合物的组成		60
实验十七 d 区元素的性质 I (铜、银、锌、汞)		65
实验十八 d 区元素的性质 II (铬、锰、铁、钴、镍)		68
实验十九 阴离子定性分析		72
实验二十 离子交换法制备纯水		76
实验二十一 综合设计实验(三草酸合铁(III)酸钾的合成和组成测定)		79
附录一 国际原子量表		82
附录二 水的离子积常数		84
附录三 纯水的饱和蒸气压		85
附录四 弱电解质在水中的解离常数		86

实验须知

一、实验规则

1. 实验前要认真预习实验指导,明确实验目的、要求、原理、方法、步骤、有关基本操作及注意事项,写出实验预习报告,做到心中有数。
2. 遵守纪律,不迟到、不早退,不无故缺席。实验室内不大声喧哗,不将食物、餐具带入实验室。
3. 实验时集中思想,认真操作,仔细观察,冷静思考,如实详细记录实验现象和数据。不允许有伪造原始数据等卑劣行为,养成良好的实事求是的科学态度和严谨的科学作风。
4. 注意节约,反对浪费,爱护国家财产。精密、贵重仪器,未弄清用法前,不随便乱动。使用精密、贵重仪器时,必须严格按照操作规程进行操作,细心谨慎,如发现仪器有故障,立即停止使用,报告指导教师。
5. 公用仪器设备使用后主动整理,洗净放回原处。有毒或有腐蚀性废液,应倒入指定的废物缸内。废纸、火柴梗等废弃物不准丢入水槽。
6. 实验结束后,将实验台、仪器和药品架整理干净。设备如有损坏及时登记、按规定赔偿和补领。不得将实验室物品带离室外。值日生负责实验室内清洁卫生,离开实验室时要检查门、窗、水、电、气是否关好。
7. 根据原始记录,综合分析写出实验报告。报告内容包括实验目的要求、简单原理、扼要的实验步骤、详细的实验现象和对现象的解释;对于定量实验,还应包括数据记录和结果处理。

二、使用药品一般规则

1. 实验中取用药品必须按照规定规格、浓度、剂量进行。如果没有注明,应尽可能取用少量药品进行。禁止任意混合试剂,以免引起意外事故。
2. 药品和试剂用毕后应立即盖好瓶塞,放回原处,以免与其他瓶塞搞错,混入杂质。
3. 固体药品用药勺取用,药勺必须保持清洁和干燥,用后立即擦洗干净;药品自试剂瓶中取出后,不应再倒回原瓶中,可放在指定的回收的容器中,以免带入杂质而引起试剂变质。
4. 从试剂瓶中取用液体试剂时,不能将滴管倒置,不要把滴管伸入接受容器内,避免与容器内壁接触,不得将滴管放在桌上,在放回滴管时应核对是否插回所取试剂的试剂瓶中,以免污染试剂,影响他人使用。
5. 用 pH 试纸试验溶液的酸碱性时,先将剪成小块的试纸放在干净的表面皿上,用玻

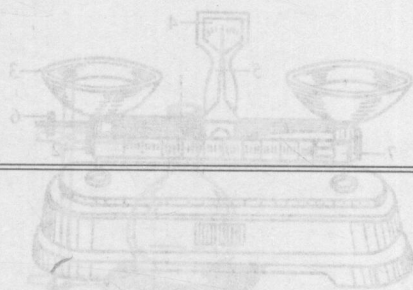
璃棒蘸取待测溶液滴在试纸上,然后观察试纸的颜色。再与标准色阶比较,得出溶液 pH 值。切不可将试纸直接投入溶液中去测定溶液的 pH 值。用试纸检验挥发性物质的酸碱性时,可将试纸用蒸馏水润湿,然后悬于试管口的上方,观察试纸颜色的变化。

三、安全措施

1. 熟悉实验室周围环境,搞清消防器材的存放地点,熟悉不同消防器材的使用方法。
2. 一些有机溶剂(如酒精、汽油、乙醚等)极易挥发和燃烧,应在离火源较远的地方取用。
3. 使用有毒或有腐蚀性的药品时,必须严格按照规定的方法、步骤和注意事项进行操作。
4. 浓酸、浓碱有强腐蚀性,切勿溅在皮肤、衣服上或眼睛中。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢地注入水中,并不断搅拌,切勿将水注入浓硫酸中。
5. 倾倒试剂或加热液体时,切勿俯视容器。加热试管溶液,不要将试管口对着自己或他人。
6. 嗅闻气体时,要用手将离开容器的气流扇向自己,不要直接从容器口去嗅。
7. 实验室内所有试剂、药品不得带出室外。

(蚌埠医学院 张利民)

基本操作



一、玻璃仪器的洗涤

化学实验过程中要使用各种玻璃仪器,因此洗净玻璃仪器是实验前必须做的一项工作。为了得到准确的分析结果,玻璃仪器洗涤必须符合要求。洗净的玻璃仪器,水可以沿玻璃仪器的器壁均匀流下,器壁上只有一层薄薄的水膜,无水珠附着在上面。洗净后的仪器,不能用布或纸擦拭,以免因布、纸纤维留在器壁上而弄脏仪器。

洗涤玻璃仪器的方法很多,可根据实验要求、污物的性质和仪器的性能来选用。

非定容玻璃仪器的洗涤。非定容玻璃仪器是指没有准确刻度的仪器,如烧瓶、烧杯、试管、漏斗、表面皿等。用水或毛刷刷洗,除去仪器上的尘土、可溶性杂质和不溶性杂质。根据仪器的大小和形状选用合适的毛刷,要防止毛刷的铁丝弄破和损伤仪器。若仪器上附着有油污或有机物质,可用去污粉(或洗涤剂)进行洗刷,仍不能洗净的,可用热的碱液洗涤。对某些附着物也可以用稀硝酸洗涤。然后用清水连续冲洗,最后用蒸馏水润洗三次。

在进行精确定量分析时,要用到定容仪器。定容仪器是指具有准确刻度的分析仪器,如吸量管、移液管、滴定管、容量瓶、比色皿等。还有那些形状特殊,不能用刷子洗刷的仪器,可以用铬酸洗液清洗。

铬酸洗液是一定量的 $K_2Cr_2O_4$ 与浓硫酸的混合液。它具有很强的氧化性和去污能力。洗液的腐蚀性很强且有毒,在使用时要注意安全。

用洗液洗涤仪器时,先往仪器内加入少量的洗液(约仪器总容量的 $1/5$),将仪器慢慢转动,使其内壁全部为洗液润湿。再转动仪器,使洗液在仪器内壁流动,洗液流动几圈后,把洗液倒回原来盛洗液容器内,最后用水冲洗,蒸馏水润洗。

二、台秤的使用

台秤用于精确度不高的称量。常见的台秤最大荷载有 200g(能称准至 0.1g)和 500g(能称准至 0.5g)两种。其构造见图 1。

使用台秤称量前,应检查台秤是否平衡(指针是否停在刻度尺中间),即调节零点。方法是:先将标尺上的游码拨至标尺的左端(“0”刻度处),观察指针的摆动情况。如果指针在刻度尺的中央左右摆动几乎相等,即表示台秤可以使用,如果指针在刻度尺的中央左右摆动的距离相差很大或完全偏到某一边,则必须在调节零点螺丝(零点调节螺丝有的在梁的中间,有的在梁的两端)后方可使用。

称量时,被称量的物品放在左盘,砝码放在右盘,先加大砝码,后加小砝码,10g 以下

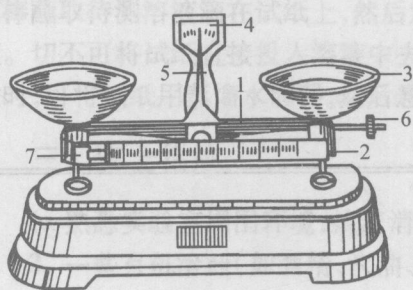


图1 台秤

1. 天平梁 2. 标尺 3. 托盘 4. 刻度尺
5. 指针 6. 零点调节螺丝 7. 游码

则通过移动标尺上游码,直到两盘平衡时,即为停点。(停点与零点之间允许偏差在1小格之内)。此时砝码和游码所示的质量之和就是被称量物品的质量。

台秤使用时要注意以下几点:

1. 被称量物品不能直接放在托盘上。根据不同情况放在纸上、表面皿或其他容器内。易潮解或具有腐蚀性的物品必须放在玻璃容器内。

2. 不能称量热的物品。

3. 取放砝码要用镊子,不得用手直接取放。

4. 保持台秤的整洁,如托盘上撒有药品和污物时应立即清理。

5. 称量完毕,砝码放回砝码盒,游码移回“0”处,使台秤恢复原状。

三、固体物质的溶解

固体物质的溶解可视物质的多少分别在烧杯、试管中进行。若被溶解的物质固体颗粒较大时,可以在溶解前,放入研钵中研细,再移入容器中溶解。为了加速溶解,可辅以搅拌、加热等方法。

加热时,应根据被溶解物的性质控制加热温度。

搅拌液体时,应使玻璃棒在液体中均匀旋转,不要用力过大,也不要碰击容器,以免碰破容器。

四、加热

加热方法是根据具体的实验性质来决定的。通常的加热方法可分为直接加热和间接加热两种。

1. 直接加热 加热前,须擦干试管或容器外壁。试管中的被加热液体不要超过容量的 $\frac{1}{3}$,其他容器不超过容量的 $\frac{1}{2}$,防止加热时液体外溅。试管加热时,用试管夹夹住试管口上端,宜用小火,并不断摇动试管,使试管内液体受热均匀,谨防液体汽化时暴沸,液体喷出。

高温加热固体时,应把固体放在坩埚内灼烧(图2)。

夹取处在高温下的坩埚时,须用坩埚钳。灼热的物体不可以直接放在桌上,应放在石棉网上。烧杯和烧瓶直接加热时,应在容器与火焰之间加隔石棉网,避免容器骤热而破裂(图3)。

2. 间接加热 根据被加热的物质不同,可选用水浴、油浴、砂浴。将装有被加热物质的容器置于水(或油、砂)中,借水、油、砂的温度来间接加热。易燃的物质如乙醇、乙醚等低沸点的有机物必须采用间接加热法。被加热的液体需要的温度在 100°C 以下可选用水浴,超过 100°C 的则多用油浴(所采用的油一般是沸点较高的硅油、液状石蜡)或砂浴。

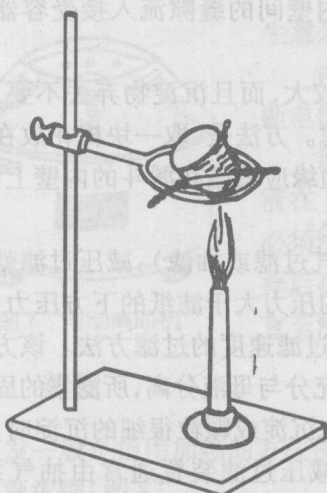


图2 坩埚在泥三角上加热

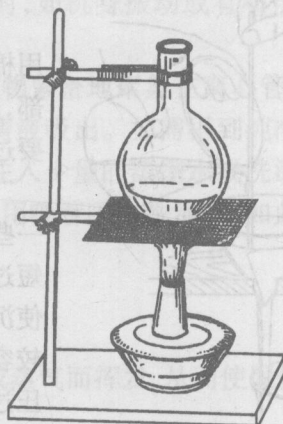


图3 烧瓶(或烧杯)加热

五、物质的分离方法

过滤 把液体和不溶性固体的混合物分开的操作叫做过滤。它是分离液体和固体的常用方法。根据生成的沉淀物性质和实验要求不同,过滤可以分为常压过滤、减压过滤、热过滤、冷过滤。

(1)常压过滤:最常见的过滤方法。它使用玻璃漏斗和滤纸进行过滤。根据要过滤的沉淀物多少,选择大小合适的漏斗、滤纸。

标准玻璃漏斗圆锥体的角度应为 60° ,因此需要折叠滤纸。一般按四折法折叠,即将滤纸对折两次,得到四层重叠的扇形,把折叠的滤纸展开一层就得到一圆锥体,且锥体的角度与漏斗的圆锥体角度相同,用食指把它放入漏斗内,滤纸和漏斗应贴紧,否则影响过滤速度。若漏斗的圆锥体角度略大于或小于 60° 时,在第二次折叠滤纸时,采取不完全对折,然后视具体情况展开滤纸即可。滤纸的边缘应比漏斗略低 $0.5 \sim 1.0\text{cm}$,不要使滤纸边缘和漏斗边缘相平,更不要超出漏斗边缘。如果滤纸边缘过高,溶液就会沿滤纸上升而外溢(图4)。

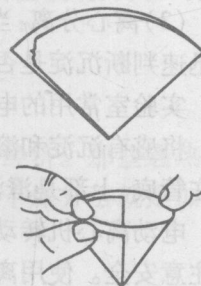


图4 滤纸折叠

过滤:在倾倒溶液之前,应选用同类溶剂润湿滤纸,这样既可以使滤纸紧贴漏斗而使过滤速度加快,又可以避免部分滤液被滤纸吸收而造成损失。若溶液浓度不可稀释者,则不必先用溶剂润湿,可以直接倒入溶液过滤(图5)。

将溶液倒入漏斗时,还应注意以下几点:①漏斗应放在漏斗架上,并调节漏斗架的高度,使漏斗的出口靠在接受容器的内壁上,以便滤液能顺着器壁流下,不致溅出。②转移溶液和沉淀时,均应使用玻璃棒,让溶液沿玻璃棒倾入漏斗内壁三层滤纸处,切勿突然倒在滤纸底部的尖端和单层滤纸处,以免滤纸尖端受液体的冲击而破裂,影响过滤效果。③过滤含有较多沉淀的溶液时,先转移溶液,后转移沉淀。这样不会使沉淀物堵塞滤纸而减慢过滤的速度。④加入漏斗中的溶液不能超过圆锥滤纸总容积的 $2/3$,加得过多,会使

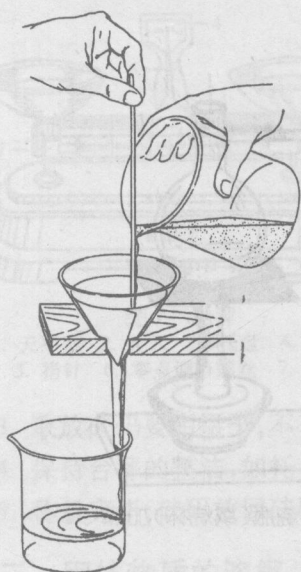


图5 常压过滤

溶液通过滤纸和漏斗内壁间的缝隙流入接受容器而失去过滤的作用。

若沉淀物的颗粒较大,而且沉淀物弃去不要,也可以用棉花代替滤纸来过滤。方法是:取一块棉花放在漏斗底部,用水润湿,棉花的边缘应紧贴在漏斗的内壁上,然后把要过滤的液体小心倒入。

(2)减压过滤(抽气过滤或抽滤):减压过滤就是利用一些设备使滤纸上方的压力大于滤纸的下方压力,从而缩短过滤所需时间,加快过滤速度的过滤方法。该方法可以使沉淀物(或晶体)能充分与母液分离,所滤集的固状物也较容易干燥。分离胶态沉淀或颗粒很细的沉淀时,使用减压过滤就不太合适。减压过滤装置通常由抽气泵、缓冲瓶、抽滤瓶、及专用的布氏漏斗所组成。装配如图6。

减压过滤操作方法:首先在布氏漏斗中铺一层滤纸(为防止滤纸破裂,必要时可以使用双层滤纸),所用滤纸的直径应比漏斗的筛板的内径略小,但必须使漏斗筛板上上的小孔全部盖没,用少量的相同溶剂或要过滤的溶液润湿滤纸,再按装配图连接装置。倾倒溶液前,先开启抽气泵,使滤纸紧贴漏斗筛板(这样既可以防止滤纸因滤液倒入而漂起,也可以防止固状物颗粒从滤纸四周透入堵塞漏斗的筛孔),然后小心的把要过滤的混合物沿玻璃棒倒入漏斗中过滤。过滤完毕,应先拔掉连接抽滤瓶和缓冲瓶之间的橡皮管(若连接的是活塞,就先关闭活塞),然后再停止抽气。

(3)离心分离:当被分离的沉淀物量较少时,可用离心分离法。该方法具有速度快,能迅速判断沉淀是否完全。

实验室常用的电动离心机如图7。

将盛有沉淀和溶液的离心管放在离心机内高速旋转,由于离心力的作用使沉淀物聚集在管底,上部是澄清的溶液。

电动离心机转动的速度极快,使用时要特别注意安全。使用离心机时,应在它的套管底部适当垫一点棉花。为使离心机转动时保持平衡,几只离心管要放在对称的位置上,且要求离心管的规格相同,管内的液体量尽可能相等,若只有一份试样,则在对称的位置上放置一支装有与试样等量水的试管。加入离心管内液体的量不应超过离心管容量的1/2。放好离心管后,把盖旋紧。打开离心机的开关,开始应把变速旋钮旋到低档,以后逐渐加速,离心一定的时间后,将旋钮逆时针旋到停止位置,待离心机自行停止,再打开盖子取出离心管,绝不可用外力使离心机强制停止,以免发

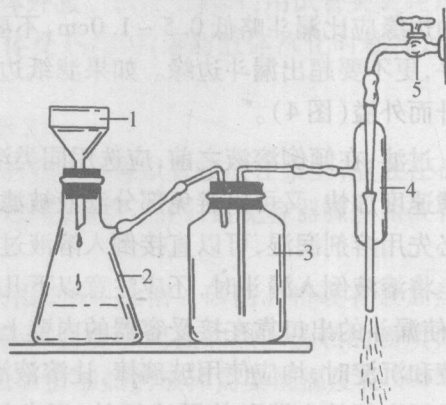


图6 减压过滤

1. 布氏漏斗 2. 抽滤瓶 3. 缓冲瓶
4. 抽气泵 5. 自来水龙头

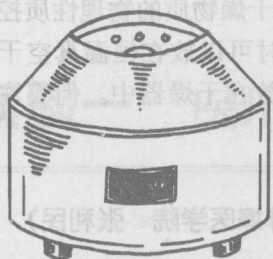


图7 电动离心机

生意外。

电动离心机在使用时,如机身振动或有噪声,应立即切断电源,查明原因。

通过离心作用,沉淀物紧密地聚集在离心管的底部而清液在上部。用吸管将上清液吸出。如需得到纯净的沉淀物,必须洗涤。往离心管中注入少量的蒸馏水或洗涤液,充分搅拌后再次离心分离沉降,用吸管吸出洗涤液,如此重复操作,直至洗净。

六、蒸发

蒸发一般是指用加热的方法使溶液中的溶剂变成蒸气而挥发,从而使固体物质析出,或把溶液浓缩(图8)。

蒸发通常在蒸发皿中进行。溶液在蒸发前应过滤除去不溶性杂质,然后将溶液移至蒸发皿中,溶液的量不超过蒸发皿容量的 $\frac{2}{3}$ 。把蒸发皿放在石棉网上加热,用玻璃棒不断搅动液体。当蒸发皿内的液体较少且析出固体颗粒时,说明蒸发接近完毕,应停止加热,利用余热继续蒸发,以免固体物质受热溅出。最安全可靠的蒸发是在快干时,把蒸发皿移至水浴上加热,使温度不超过 100°C ,这样蒸发皿中的固体就不会因过热而四处飞溅。

如果溶剂是易燃的,蒸发时要特别小心,不能用火直接加热,一定要用水浴。

当需要蒸发少量液体时,可以在玻璃片上进行(图9)。

但要注意玻璃片因受热不均而破裂。为避免这种情况,必须把玻璃片高悬在火焰的上方,并不断地来回移动,使整块玻璃受热均匀。加热前用试管夹夹住玻璃片的一角(或用纸折叠起来包住),然后加热,可避免烫伤。

七、固体物质的干燥

干燥固体的方法很多。最常见的方法就是自然干燥,既简便又经济。那些遇热易分解的物质或附有易燃、易挥发溶剂的结晶用此方法最合适。另一种干燥方法就是加热干

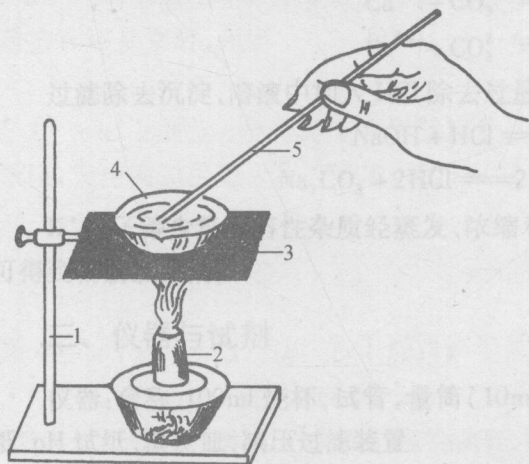


图8 蒸发皿蒸发溶液

1. 铁立架 2. 酒精灯 3. 石棉网 4. 蒸发皿 5. 搅拌

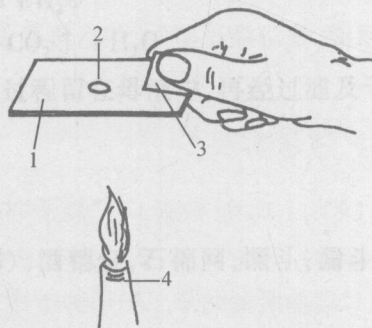


图9 玻璃片蒸发溶液

1. 玻璃片 2. 液滴 3. 纸垫 4. 酒精灯

燥。对于热稳定的固体可以直接放在烘箱中烘干。但应根据被干燥物质的物理性质控制温度,切勿超过被干燥物质的熔点,以免固体分解和变色,必要时可以放在恒温真空干燥箱中进行。某些易吸水潮解或需要长时间保持干燥的固体可以放在干燥器中。但要注意经常更换干燥剂。

(蚌埠医学院 张利民)

干燥是化学实验中的一项重要操作,其目的是除去物质中的水分或其他挥发性物质,以获得纯净的固体或液体。干燥的方法多种多样,应根据物质的性质选择合适的干燥方法。对于热稳定的固体,可以直接放在烘箱中烘干;对于热不稳定的物质,则需要在真空干燥箱中进行干燥;对于易吸水潮解的物质,则需要放在干燥器中干燥。干燥剂的选择也很重要,常用的干燥剂有浓硫酸、无水氯化钙、无水硫酸铜、五氧化二磷等。干燥过程中需要注意控制温度,避免物质分解或变色。此外,干燥器中的干燥剂也需要定期更换,以保证干燥效果。

干燥的固体物质在称量前应先在烘箱中干燥至恒重,以确保称量的准确性。对于液体物质的干燥,通常需要先加入干燥剂,然后进行搅拌或振荡,以充分接触干燥剂。干燥后的液体物质应尽快使用,以避免再次吸水。

离心分离是化学实验中常用的一种分离方法,主要用于分离固体和液体混合物。离心机的原理是利用高速旋转产生的离心力,使混合物中的固体颗粒沉降到离心管的底部,从而实现固液分离。使用离心机时需要注意安全,特别是离心管的平衡。离心管在放入离心机前,应先在离心管上方放置一块布,以防止离心管破裂时液体溅出。此外,离心管的盖子也应盖紧,以防止液体泄漏。离心过程中,应定期检查离心管的平衡情况,如有不平衡,应立即停止离心,进行调整。离心结束后,应小心取出离心管,避免液体溅出。

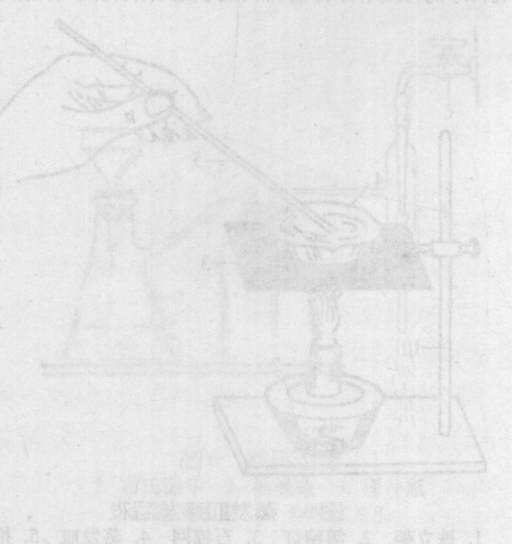


图 2-1 离心分离装置示意图

实验一 医用氯化钠的精制

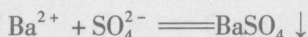
一、实验目的

1. 掌握玻璃仪器的洗涤,酒精灯和台称的使用。
2. 练习研磨、溶解、过滤、蒸发、结晶和干燥等基本操作。
3. 了解精制固体物质的一般原理和方法。

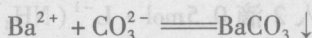
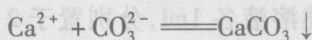
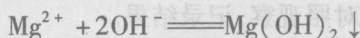
二、实验原理

生理盐水是以食盐为原料配制而成的。粗食盐中含有钙、镁、钾、硫酸根等可溶性杂质,以及泥沙等其他不溶性杂质。不溶性的杂质可用过滤方法除去。可溶性杂质可用适当的试剂使其生成难溶化合物沉淀而除去。

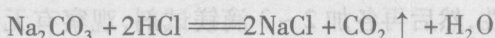
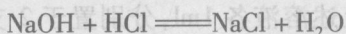
首先在粗食盐溶液中加入稍过量的 BaCl_2 溶液,将 SO_4^{2-} 转化为难溶解的 BaSO_4 沉淀:



过滤除去 BaSO_4 沉淀,滤液中再加入 NaOH 溶液和 Na_2CO_3 溶液以除去 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和过量的 Ba^{2+} 等离子:



过滤除去沉淀,溶液中加入 HCl 除去过量的 NaOH 和 Na_2CO_3 :



K^+ 离子等少量可溶性杂质经蒸发、浓缩和结晶过程留在母液中,再经过滤及干燥便可得到精制氯化钠。

三、仪器与试剂

仪器:台称,100ml 烧杯,试管,量筒(10ml、50ml),酒精灯,石棉网,漏斗,漏斗架,滤纸,pH 试纸,蒸发皿,减压过滤装置。

试剂:粗食盐, $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ BaCl_2 , $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl , $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH , 饱和 Na_2CO_3 , $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc , 镁试剂。

四、实验内容

1. 粗食盐的精制

(1)称量和溶解:称取粗食盐 5g,置于研钵中研细,转移至小烧杯中,加入 20ml 蒸馏水,加热并用玻璃棒搅拌,使其溶解,不溶性杂质则沉于底部。

(2)除去 SO_4^{2-} 离子:将粗食盐溶液加热至沸,逐滴加入 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ BaCl_2 溶液 2ml 至沉淀完全(为了检查 SO_4^{2-} 是否除尽,可停止加热,待沉淀沉降后,用滴管吸取上清液于试管中,加 2 滴 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 酸化,再加 2 滴 BaCl_2 溶液,如无浑浊说明沉淀完全。如出现浑浊则表示 SO_4^{2-} 尚未除尽,需继续滴加 BaCl_2 至不再产生浑浊为止)。继续加热煮沸 5min,使颗粒长大而易于沉降和过滤。稍冷,溶液过滤,弃去沉淀,保留滤液。

(3)除去 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和过量的 Ba^{2+} 离子:向滤液中加入 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 0.5ml 和 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ Na_2CO_3 溶液 3ml,加热至沸,静置,于上层清液中再滴加 Na_2CO_3 溶液至不再产生沉淀为止。过滤(滤液入蒸发皿中),弃去沉淀。

(4)除去剩余的 OH^- 和 CO_3^{2-} 离子:向滤液中逐滴加入 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 到溶液呈微酸性为止(pH5~6)。

(5)除去 K^+ 离子等:将蒸发皿中的滤液,用小火加热,蒸发浓缩至溶液呈黏稠状。冷却待析出结晶后用布氏漏斗过滤,弃去滤液。

(6)蒸发干燥:结晶转移至蒸发皿中,在石棉网上用微火加热干燥。冷至室温,称重,计算产率。

2. 纯度检验 取粗食盐和提纯后的食盐各 1g 分别加去离子水(约 5ml)溶解,用两盐溶液分别进行下列纯度检验。

(1) SO_4^{2-} 离子的检验:取上述溶液各 1ml,分别置于 2 支试管中,各滴加 2 滴 BaCl_2 溶液,检查有无沉淀生成。若有白色沉淀产生,再加入 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 至溶液呈酸性,沉淀若不溶解证明有 SO_4^{2-} 离子存在,对照观察,记录结果。

(2) Ca^{2+} 离子的检验:取上述溶液各 1ml,分别置于 2 支试管中,各加入 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc 溶液使之呈酸性,再分别加入 2 滴 $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液,观察是否有白色 CaC_2O_4 沉淀生成。记录结果。

(3) Mg^{2+} 离子的检验:取上述溶液各 1ml,分别置于 2 支试管中,各加入 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液,使溶液呈碱性,然后再各加 2~3 滴镁试剂,观察有无天蓝色沉淀生成,记录结果。

五、注意事项

1. $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 检查 Ca^{2+} 离子时, Mg^{2+} 离子对此有干扰,也产生白色的 MgC_2O_4 沉淀,但 MgC_2O_4 溶于 HAc ,所以加入 HAc 酸化可排除 Mg^{2+} 离子的干扰。

2. 对硝基偶氮间苯二酚俗称镁试剂,它在酸性溶液中显黄色,在碱性溶液中显紫色,被 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 吸附后显天蓝色。

3. 镁试剂配制:称取 0.01g 镁试剂溶于 1000ml $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液中,摇匀即可。

六、思考题

1. 在除 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 离子时,为什么要先加入 BaCl_2 溶液,然后再加入 NaOH 和 Na_2CO_3 溶液。
2. 为什么用毒性较大的 BaCl_2 溶液除去 SO_4^{2-} 离子而不用无毒的 CaCl_2 ?
3. 在浓缩过程中,能否把溶液蒸干?为什么?
4. 在检查产品纯度时,能否用自来水溶解食盐,为什么?
5. 如果产率过高,可能的原因是什么?

七、参考书目

1. 孟凡德等. 医用基础化学实验. 北京:科学出版社,2001
2. 庞茂林等. 基础化学实验. 北京:人民卫生出版社,2002
3. 杨树汀等. 医用化学实验. 兰州:兰州大学出版社,1995

(贵阳医学院 席晓岚)