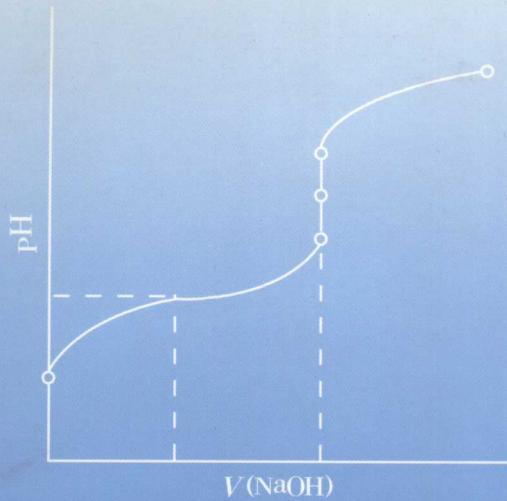


Medical Chemistry Experiment

医学化学实验

主编 刘永民



第二军医大学出版社

高等医学院校教材

医学化学实验

主编 刘永民

副主编 张荣丽 贺玲

编者 (以姓氏笔画为序)

王 静 刘永民 朱松磊 朱剑辉

张荣丽 李正义 贺 玲 梁 静

麻全生 温相如

第二军医大学出版社

内 容 提 要

本书根据国家卫生部颁发的高等医学院校《医用化学教学》和《高等医学院校五年制医学专业学生基本技能训练项目》的要求编写，并把医学基础化学实验和有机化学实验结合在一起，着重加强学生的基本操作训练、基本技能培养，强化动手能力和数据处理能力。全书共分医学化学实验绪论、医学基础化学实验、医学有机化学实验及附录四个部分。在实验项目上，删除了与中学化学实验重复内容，减少了验证性实验，增加了设计性、综合性实验。

本书可供高等医学院校临床、麻醉、影像、高护、全科医学等专业作为实验教材使用，亦可供其他相关专业参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

医学化学实验/刘永民编著. —上海:第二军医大学出版社,2001.8

ISBN 7-81060-183-0

I . 医… II . 刘… III . 医用化学——化学实验 IV . R313

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2001)第 046591 号

医 学 化 学 实 验

主 编：刘永民

责任编辑：孙立杰

第二军医大学出版社出版发行

(上海市翔殷路 818 号 邮政编码：200433)

全国各地新华书店销售

徐州医学院印刷厂印刷

开本：787 mm×1092 mm 1/16 印张：10.25 字数：259 200

2001 年 8 月第 1 版 2001 年 8 月第 1 次印刷

ISBN 7-81060-183-0/R·105

定价：19.60 元



前　　言

在我国高等医学院校本科医学及相关专业的课程体系中,医学化学课是一门重要的公共基础课。随着科学技术的发展,学科之间的交叉渗透越来越深入、广泛,医学化学的地位日益显著。医学化学实验作为医学化学课的有机组成部分,亦日益受到重视。但如何上好医学化学实验课,使其贴近医学、贴近学生,更好地训练学生的操作技能,培养他们提出问题、分析问题和解决问题的能力,激发实验兴趣,启蒙创新意识,养成科学态度,为将来的发展筑下广阔的平台,将体现在医学化学实验课的教材编写和教学实践中。为此,编写了这本《医学化学实验》教材。

全书共分四部分:医学化学实验绪论、医学基础化学实验、医学有机化学实验和附录。在医学基础化学实验和医学有机化学实验中,把基本操作、性质测定、合成分析、实验设计等融为一体,进一步贯彻卫生部颁发的高等医学院校《医用化学教学大纲》和《高等医学院校五年制医学专业学生基本训练项目》精神,让学生通过亲自动手,能够举一反三、触类旁通。书中采用以国际单位制(SI)为基础的《中华人民共和国法定计量单位》和国家标准(GB)中所规定的计量单位符号,关键词附有英文注译。

本书的编写得到徐州医学院领导、徐州医学院学报编辑部和第二军医大学出版社的大力支持,在此衷心致谢!并向化学界、医学化学界同行对医学化学实验教学所作出的贡献致以敬意!

由于编者水平有限,缺点错误在所难免,敬请批评指正。

实验二十九 糖的性质	(90)
实验三十 脂类的性质及血清总脂的测定	(91)
实验三十一 蛋白质的性质	(95)
实验三十二 纸层析	(99)
实验三十三 纸上电泳	(103)

编　者

2001年8月

(201) 治理水污染及水生态 四十三
(011) 第一部分 目录

第一部分 医学化学实验绪论	(1)
第二部分 医学基础化学实验	(15)
实验一 溶液的配制	(15)
实验二 凝固点降低法测定相对分子质量	(20)
实验三 醋酸解离常数的测定	(23)
实验四 水电导率的测定	(26)
实验五 分析天平的使用	(28)
实验六 缓冲溶液的配制和性质	(32)
实验七 酸碱标准溶液的配制与标定	(35)
实验八 维生素 C 含量的测定	(37)
实验九 醋酸及硼砂含量的测定	(39)
实验十 氟离子选择电极测定自来水中的含氟量	(41)
实验十一 阿司匹林(乙酰水杨酸)的含量测定	(43)
实验十二 双氧水中 H_2O_2 含量的测定	(45)
实验十三 化学反应速率与活化能的测定	(47)
实验十四 配位化合物的生成和性质	(51)
实验十五 配合物中心离子 d 轨道分裂能的测定	(54)
实验十六 碘基水杨酸合铁稳定常数的测定	(56)
实验十七 邻二氮菲分光光度法测定微量铁	(59)
实验十八 原料药扑尔敏的吸光系数测定	(62)
实验十九 溶胶的制备和性质	(64)
实验二十 医学基础化学实验设计选题	(66)
第三部分 医学有机化学实验	(67)
实验二十一 熔点的测定	(67)
实验二十二 常压蒸馏及沸点测定	(70)
实验二十三 减压蒸馏	(73)
实验二十四 水蒸气蒸馏	(76)
实验二十五 烃、醇和酚的性质	(79)
实验二十六 醛和酮的性质	(82)
实验二十七 羧酸、羧酸衍生物及取代羧酸的性质	(84)
实验二十八 胺和酰胺的性质	(87)
实验二十九 糖的性质	(90)
实验三十 脂类的性质及血清胆固醇含量测定	(92)
实验三十一 蛋白质的性质	(95)
实验三十二 纸层析	(99)
实验三十三 纸上电泳	(103)

实验三十四	柱层析及薄层层析	(105)
实验三十五	正溴丁烷的制备	(110)
实验三十六	乙酰水杨酸(阿司匹林)的合成	(112)
实验三十七	乙酸丁酯的制备	(114)
(1)	实验三十八 模型作业	(116)
(2)	实验三十九 茶叶中咖啡碱的提取及分离	(121)
(3)	实验四十 卵磷脂的提取及其组成鉴定	(124)
(4)	实验四十一 折射率的测定	(126)
(5)	实验四十二 旋光度的测定	(129)
(6)	实验四十三 医学有机化学实验设计选题	(132)
第四部分 附录		(133)
(1)	附录一 酸度计的使用	(133)
(2)	附录二 DDS - 11A 型电导率仪的使用	(137)
(3)	附录三 滴定分析仪器的使用与校正	(138)
(4)	附录四 分析天平零点、灵敏度的测定及砝码的校正	(144)
(5)	附录五 化学试剂的规格	(147)
(6)	附录六 常用酸、碱浓度	(147)
(7)	附录七 市售酸和氨水的近似比重和浓度	(147)
(8)	附录八 常用稀酸与配制	(148)
(9)	附录九 常用稀碱与配制	(148)
(10)	附录十 碳酸钠的质量分数与相对比重对照表	(148)
(11)	附录十一 常用洗液的配制及应用	(149)
(12)	附录十二 常用气体吸收剂	(150)
(13)	附录十三 常用浴及其加热温度	(150)
(14)	附录十四 常用试纸的制备	(151)
(15)	附录十五 特殊试剂配法	(151)
(16)	附录十六 常用酸碱指示剂	(153)
(17)	附录十七 721 型分光光度计的使用	(154)
(18)	附录十八 国际相对原子质量表(1997)	(156)
(19)		三十二銻夾
(20)		四十二銻夾
(21)		正十二銻夾
(22)		六十二銻夾
(23)		才十二銻夾
(24)		八十二銻夾
(25)		武十二銻夾
(26)		十三銻夾
(27)		一十三銻夾
(28)		二十三銻夾
(29)		三十三銻夾

第一部分 医学化学实验绪论

医学化学实验是医学化学课程中不可缺少的一个重要环节,是培养逻辑思维、锻炼动手能力的重要课程,在内容上包括医学基础化学实验和医学有机化学实验两部分。

一、医学化学实验的目的

(1)医学化学实验使课堂中讲授的重要理论和概念得到验证、巩固和充实,使理论知识具体化、形象化,还能说明这些理论和规律在应用时的条件、范围和方法,较全面地反映化学反应的复杂性和多样性,使学生加深对基本概念和基础知识的掌握和理解。

(2)学会动手,正确操作。只有正确的操作,才能有准确的数据和结果,从而才能得出正确的结论。同时,实验操作技能也是医学生学习后继课程和今后工作中所必需的。因此,医学化学实验中基本操作的训练具有极其重要的意义,务使学生正确地掌握一定的实验操作技能。

(3)培养学生严谨求实的工作态度和良好的工作习惯。严谨求实的工作态度是指忠实于所观察到的客观现象,实事求是地记录实验现象和结果;如发现实验现象与理论不符时,应检查操作是否正确或所用的理论是否合适等。良好的工作习惯是指操作正确、观察仔细、安排合理、有条不紊等。这些都是做好实验的必要条件。

(4)培养学生独立思考和独立工作的能力。学生需要学会联系课堂讲授的知识,仔细地观察和分析实验现象,缜密思考,透过现象抓本质,理论联系实际,认真处理数据,从中得出正确的结论。

二、实验规则和化学实验室安全规则

1. 实验规则

(1)实验前应预习所做实验内容,明确实验的目的和要求,了解实验的基本原理、方法和步骤,写出实验预习报告。必要时要认真查阅有关资料。

(2)实验开始时,应先检查仪器、试剂及其他用具是否齐全,实验过程中要正规操作、仔细观察、认真记录和深入思考。

(3)严格遵守实验室各项规章制度。注意安全,爱护仪器,节约试剂,保持安静和整洁。

(4)实验的自始至终都要十分注意保护环境,液体、固体废弃物要分类存放,妥善处理。

(5)实验完毕后,应根据原始记录认真处理数据,综合分析实验结果,写出实验报告。报告内容包括实验目的和要求、简明原理、扼要实验步骤、实验现象和对现象的解释;对于定量的实验,还应包括数据记录和结果处理。另外要注意仪器复原、试剂归位、柜子上锁和离开时向带教老师报告。

2. 化学实验室安全规则 化学试剂中,有许多是易燃、易爆、腐蚀性强、毒性大的物质。所以在进行化学实验时,必须十分重视安全问题,不能麻痹大意,时刻牢记“安全第一”,防患于未然。为此需要熟悉一般的安全知识。

(1)进入实验室要穿实验服(如白大衣等),并严格遵守实验规则。

(2)浓酸、浓碱具有强的腐蚀性,用时要小心,不能溅在皮肤和衣服上,废酸应倒入废酸缸中。稀释浓硫酸时,要把酸缓缓注入水中,而不能相反进行,以避免溅出。

(3) 绝对不允许将各种化学试剂任意混合,以免发生意外。

(4) 水、电、煤气使用完毕就立即关闭,废弃物不要扔进水道或水槽中。

(5) 有刺激性或有毒气体的实验必须在通风橱内进行。一切易燃的物质使用时一定要远离明火。对易挥发、易燃试剂用后立即塞紧瓶塞,放在阴凉处。

(6) 实验室所有试剂和仪器不得携出室外,用剩的有毒试剂应交还给教师。

(7) 室内不准吸烟,不准吃零食,严禁食具和仪器互相代用。

(8) 可燃性溶剂均不能用明火加热,必须用水浴、油浴、砂浴或可调电压的加热器加热。又因易燃蒸气大都比空气重(如乙醚蒸气较空气重2.6倍),能在工作台面上流动,故虽在较远处的火焰亦能使其着火。所以在使用和处理这些化学试剂时必须在没有火源且通风的实验室中进行。

(9) 活泼金属钾、钠遇水易起火,亦不能露置于空气中,故一般是保存在煤油或液体石蜡中。用时,要用刀子切割,镊子夹取。

(10) 对一些有机溶剂使用时要特别注意。有机溶剂多为脂溶性液体,对皮肤、粘膜有刺激作用,对神经系统有损伤作用。如:苯对皮肤有刺激可引起顽固性湿疹,对造血系统及中枢神经系统均有严重损伤;甲醇能损伤视神经;吸入苯胺及其衍生物或经皮肤吸收都可致中毒,其慢性中毒可引起持久性的贫血;生物碱多为剧毒,皮肤可吸收,少量即可导致中毒,甚至死亡。

(11) 实验室内禁止嬉戏打闹,绝对禁止利用实验仪器或试剂对他(她)人进攻或防卫。

(12) 实验完毕要洗手。

(13) 值日人员要尽职尽责:一要检查仪器是否放好、关好,水、电、煤气是否完全关闭,水槽水道是否畅通,若有问题,立即处理;二要查看试剂是否归位放好,否则,应进行整理;三要打扫卫生、倾倒垃圾和关闭门窗,最后通知实验教师。

三、意外事故的预防和处理

1. 意外事故的预防

(1) 在蒸馏或加热时,不要形成完全密闭系统,否则因加热气体膨胀,内压增高,有爆炸的危险。

(2) 试管加热时,管口不能对人;其他容器加热时,注意人不要离瓶口太近,以免液体飞沫溅在脸上,或伤害眼睛。

(3) 插玻璃管、温度计、蒸馏瓶旁管等的软木塞或橡皮塞时,须小心,勿用力过猛,慎防其折断将手划破。可将塞管用水润湿或在孔中涂少量甘油润滑,同时用抹布护手,持近端接近塞子,然后轻轻旋转塞入,不可直插。

(4) 稀释硫酸及溶解氢氧化钠、氢氧化钾时,必须在烧杯等耐热容器内进行。

(5) 用吸管吸取浓酸、浓碱、洗液、挥发性或有毒物质时,不能用嘴直接吸取,而应当用洗耳球吸取。鉴别试剂的气味时,应将试剂瓶适当远离鼻子并闭口,以手轻轻煽动,稍闻其味即可。

2. 意外事故的处理

实验过程中,如不慎发生实验事故,可采取如下救护措施。

(1) 酸、碱灼伤皮肤,应立即用水冲洗。然后,若是酸灼伤时,可用5%碳酸氢钠溶液或稀氨水、肥皂水处理;若是碱灼伤时,可用2%醋酸溶液洗涤。

(2) 酸、碱溅入眼睛,立即用大量水冲洗,然后用相应的5%碳酸氢钠溶液或硼酸溶液冲洗,最后再用水冲洗。

(3) 烫伤不可用水冲洗,应涂上烫伤膏或用饱和苦味酸涂抹。

(4) 玻璃、铁器等割伤时,先清除创面异物,然后涂上红汞并包扎。

(5) 实验室发生着火事故,首先应立即切断电源,熄灭所有火源,撤离未着火的易燃物。如火势不大,可用湿抹布覆盖着火处,使火熄灭。容器内有机物着火时,可用石棉板盖住容器口,火即熄灭。如火势较大,则应立即用泡沫灭火器或二氧化碳灭火器等进行灭火,并立即报告。水一般不能用来扑灭有机物的着火。

四、常用玻璃仪器和实验用水

1. 常用玻璃仪器(glass apparatus)

医学基础化学实验常用玻璃仪器见表 1-1。

医学有机化学实验中常用的仪器多数是玻璃仪器,少数(如布氏漏斗)是瓷质的。而玻璃仪器往往又有普通玻璃仪器和标准磨口仪器之分,两者的大小和形状基本相同,差别在于仪器的接口上:普通玻璃仪器相连接必须靠橡皮塞或软木塞,而标准磨口仪器只要磨口号相同,就可直接相连。

标准磨口仪器是磨口有一定大小的玻璃仪器,磨口的大小用号码表示。实验室常用的为 14、19、24 号磨口,即磨口端最大的直径分别为 14 mm、19 mm、24 mm。一件仪器上有几个磨口时,每个磨口可以相同也可以不同。两件磨口号相同的仪器可以直接相互连接,磨口号不相同的仪器,可用两端大小不同的磨口接头连接起来。

标准磨口仪器有以下优点:

①在装配仪器时,可以免去选配塞子及钻孔等手续。各个部件可以迅速地组装起来,这样能节省很多时间。

②同样编号的标准磨口仪器可以互换,装配时灵活多变。只需为数不多的部件就能组装成多种不同的实验装置。

③用标准磨口仪器处理各种强腐蚀性的液体和固体,可避免反应物或产物被软木塞(或橡皮塞)所沾污。

④在标准磨口仪器的装置中,蒸气的通道较大,不像用塞子连接的装置有狭窄的管道。这样,操作时能避免阻塞,对于减压蒸馏特别有利。

基于标准磨口仪器的上述优点,目前许多实验室已用标准磨口仪器取代口径大小不一的普通玻璃仪器。常用的标准磨口仪器见图 1-1。

使用标准磨口仪器时必须注意以下事项:

①磨口处必须洁净,若粘有固体物质则会使磨口对接不紧密,导致漏气,甚至损坏磨口。

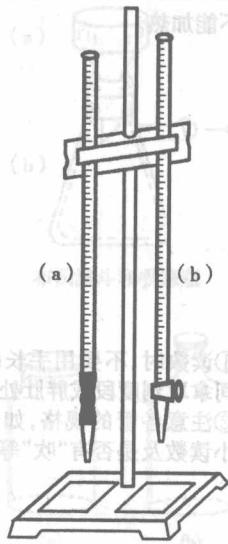
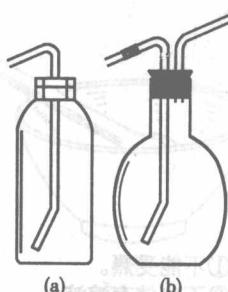
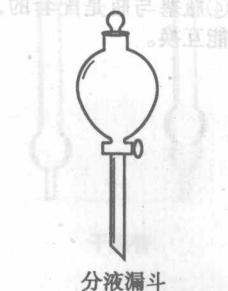
②用后应拆卸洗净,否则放置后磨口连接处常会粘住,难以拆开。

③一般使用时磨口无需涂润滑剂,以免沾污反应物或产物。如果反应物中有强碱,则应涂润滑剂,以免磨口连接处因碱腐蚀而粘住,无法拆开。

④安装时,应注意磨口号,装配要正确、整齐,使磨口连接处不受应力,否则仪器易折断或裂缝,特别是在受热时,应力更大。

表 1-1 医学基础化学实验常用仪器

仪 器	规 格	一般用途	使 用 注意 事 项
试管 离心管	试管: 以管口直径 (mm) × 管长 (mm) 表示, 如 25 × 150、10 × 75。 离心管: 分有刻度和无刻度, 以容积 (ml) 表示, 如: 15、10、5。	反应容器, 便于操作、观察, 且试剂用量少。少量沉淀的辨认和分离时用。	①试管可以加热至高温, 但不能骤冷。 ②加热时管口不要对人, 且要不断移动试管, 使其受热均匀。 ③小试管一般用水浴加热, 不能直接加热。
试管架	有木质试管架、金属试管架和塑料试管架。	放试管用。	
烧杯	以容积 (ml) 表示, 如: 1000、500、400、250、100、50 等。	反应容器, 反应物较多时常用之。	①可以加热至高温, 使用时应注意勿使温度变化过于剧烈。 ②加热时应放在石棉网上, 一般不能直接加热。
平底烧瓶 圆底烧瓶	有平底和圆底烧瓶之分, 以容积 (ml) 表示, 如 600、250 等。	反应容器, 反应物较多且需要长时间加热时常用之。	①可以加热至高温, 使用时应注意勿使温度变化过于剧烈。 ②加热时应放在石棉网上, 一般不能直接加热。
锥形瓶(三角烧瓶)	以容积 (ml) 表示, 如: 500、250、150 等。	反应容器, 摆荡比较方便。	①可以加热至高温, 使用时应注意勿使温度变化过于剧烈。 ②加热时应放在石棉网上, 一般不能直接加热。
漏斗	以口径 (cm) 和漏斗颈长短表示, 如: 6 cm 长颈漏斗。	过滤用。	

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
	滴定管分碱式滴定管(a)和酸式滴定管(b),另外,还有无色和棕色之分。 一般以容积(ml)表示,如:50、25等。	滴定管用于滴定溶液。滴定管架用于夹持滴定管。	①碱式滴定管用于盛碱性溶液,酸式滴定管用于盛酸性溶液,两者不能混用。 ②碱式滴定管不能盛氧化剂。 ③见光易分解的滴定液宜用棕色滴定管。
	材料:塑料(a)、玻璃(b)。 规格:以容积(ml)表示,如:500、250等。	①用蒸馏水洗涤沉淀和容器时用。 ②塑料洗瓶使用方便卫生,故广泛使用。	塑料洗瓶不能加热。 ①不能作反应器用。 ②不能加热,否则能融掉(铁钉除外)。
	以容积(ml)和漏斗形状(筒形、球形、梨形)表示,如 100 ml 球形分液漏斗。	萃取时,用以分离两种互不相溶的溶剂。	活塞应用细绳系于漏斗颈上,或套以小橡皮圈,防止滑出跌碎。
	以容积(ml)表示,如:500、250等。	用于碘量法。于其中放待测物品,以免物品溅出瓶口,沾染瓶塞及人落尘埃。	①塞子及瓶口边缘的磨砂部分注意不要擦伤,以免产生漏隙。 ②滴定时打开塞子后,用蒸馏水将瓶口及塞子上的碘液洗入瓶中。

续表 1-1

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
量筒	以所能量度的最大容积 (ml) 表示, 如 100、50、10、5 等。	用于量取一定体积的液体。	不能加热。
吸量管 移液管	以所容的最大容积 (ml) 表示。吸量管: 如 10、5、2、1。移液管: 如 50、25、10、5、2、1。	用于精确量取一定体积的液体。	①读数时, 不要用手指长时间拿取刻度段或胖肚处。 ②注意各管的规格, 如最小读数及是否有“吹”等。
容量瓶	以容量 (ml) 表示, 如: 1000、500、250、100、50、25 等。	可用于配制准确浓度的溶液。	①不能受热。 ②不能储存溶液。 ③不能在其中溶解固体。 ④瓶塞与瓶是配套的, 不能互换。
水浴锅 表面皿	铜或铝制品。 以直径 (cm) 表示, 如: 9、7、6 等。	用于间接加热, 也可用于控温实验。 盖在蒸发皿或烧杯上, 以免液体溅出或灰尘落入。	不能直接加热。

仪器	规格	一般用途	使用注意事项
布氏漏斗和吸滤瓶	材料: 布氏漏斗(a) 为瓷质, 吸滤瓶(b) 为玻璃。 规格: 材料: 布氏漏斗(a) 过滤较大量固体时 为瓷质, 吸滤瓶(b) 用。容积以 ml 表示(1000、500、250、125 等)。	过滤较大量固体时 用。容积以 ml 表示(1000、500、250、125 等)。	①不能加热。 ②取用试剂时, 瓶盖应倒放在桌上。 ③盛碱性物质要用橡皮塞。 ④见光易分解的物质用棕色瓶。
试剂瓶	材料: 玻璃或塑料。 规格: 有广口(a) 和细口(b) 之分, 每种又有无色和棕色之分; 以容积(ml) 表示, 如 1000、500、250、125 等。	广口瓶盛放固体试剂, 细口瓶盛放液体试剂。	①不能加热。 ②取用试剂时, 瓶盖应倒放在桌上。 ③盛碱性物质要用橡皮塞。 ④见光易分解的物质用棕色瓶。
研钵	材料: 铁、瓷、玻璃、研磨固体物质用。玛瑙等。 规格: 以体口径(cm) 表示, 如: 8。	研磨固体物质用。	①不能作反应容器用。 ②只能研磨, 不能敲击(铁研钵除外)。
干燥管	以直径(cm) 表示, 如 15。	盛装干燥剂用。	置于球形部分的干燥剂不宜过多。小管与球形交界处放少许棉花填充之。
干燥器	以直径(cm) 表示, 如 15。	①定量分析时, 将灼烧过的物体放于其中冷却。 ②存放物品, 以免物品吸收水汽。	①灼烧过的物体放于干燥器前, 温度不宜过高。 ②干燥器内的干燥剂要按时更换。 ③干燥器的盖子应侧推打开和关闭。

仪器	适用规格	一般用途	使用注意事项
蒸发皿	材料:瓷质。反应容器,用于蒸发液体。 规格:有有柄和无柄之分,以容积(ml)表示,如125、100、35。	可耐高温,能直接用火加热,高温时不能骤冷。	
滴瓶	有无色、棕色之分,盛液体试剂用。 以容积(ml)表示,如60、30。		①见光易分解的试剂要用棕色瓶盛放。 ②碱性试剂要用带橡皮塞的滴管盛放。
点滴板	材料:瓷。 规格:分白色、黑色,12凹穴、9凹穴、6凹穴等。	用于点滴反应,一般不需分离的沉淀反应,尤其是显色反应。	白色沉淀用黑色板,有色沉淀用白色板。
称量瓶	以外径(mm)×高(mm)表示,如:高形25×40、扁形50×30。	要求准确称量一定量的固体时用。	不能直接加热,亦不能直接用手拿。
铁架	用于固定反应仪器。		应先将铁夹等放置适当高度,旋转螺丝,使之牢固后再进行实验。

2. 实验用水 (pure water)

实验室常用的水有自来水、蒸馏水和去离子水。自来水是由天然水(如江河、湖泊或地下水等)经过简单处理得到的,其中含有 Na^+ 、 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Al^{3+} 、 Fe^{3+} 、 CO_3^{2-} 、 HCO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 Cl^- 等杂质离子和某些有机物。因此,自来水只能用于初步仪器洗涤、冷却和加热。蒸馏水分为普通蒸馏水(将天然水或自来水用蒸馏器蒸馏、冷凝)和高纯蒸馏水(将普通蒸馏水用石英玻璃蒸馏器一次或多次重新蒸馏所得的蒸馏水)。一般化学实验用蒸馏水或去离子水,精度要求高的实验用高纯蒸馏水。去离子水又称为离子交换水,是将自来水经过阴、阳离子交换树脂柱所得到的水,一般用于普通实验。

普通蒸馏水和高纯蒸馏水区别在于水中各种阴、阳离子的含量不同,可用物理方法和化学方法进行检验。物理方法中最简便而实用的方法是利用电导率仪来测定水的电导率(见医学



图 1-1 有机实验常用玻璃仪器

基础化学实验部分实验四)。25 ℃时,自来水、一次蒸馏水(玻璃蒸馏器)和三次蒸馏水(石英蒸馏器)的电导率分别为 5.3×10^{-4} S/cm、 2.9×10^{-6} S/cm 和 6.7×10^{-7} S/cm。通常,水的电导率小于 10^{-6} S/cm 时,即可满足一般化学实验的要求。对要求更高的实验工作,则水的电导率值须更低。另外,实验用水外观上要清澈透明、无气味。化学检验法种类繁多,如测定水的 pH 值和分析其中离子的含量等,实验用水的 pH 值约为 5.5~7.5。

五、常用玻璃仪器的洗涤 (cleaning)

玻璃仪器是化学实验室经常使用的仪器,它们的清洁与否,直接影响实验的结果,所以必须予以足够的重视。实验时,对不清洁的玻璃仪器要进行洗涤。

洗涤仪器的方法很多。应根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度来选择洗涤方法,一般可分别用下列方法洗涤。

(1) 用水洗刷既可洗去可溶性物质,又可洗去附着在仪器上的尘土和其他不溶性的物质。

(2) 用肥皂或合成洗涤剂洗刷,可洗去仪器上的油污。洗涤方法:首先把要洗的仪器用水润湿,用毛刷蘸肥皂或洗涤剂洗刷,待仪器的内外壁都经过仔细洗刷后,用自来水冲去皂液或洗涤剂,即可观察到水沿仪器壁流下而没有水珠附着在壁上,说明已洗干净。最后,用蒸馏水或去离子水荡洗 2~3 次(每次荡洗的蒸馏水用量要少,即少量多次的原则),目的是把自来水中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 、 Fe^{3+} 等离子洗去。

(3)用浓硫酸 - 重铬酸洗液洗刷:洗液是用 5 g $K_2Cr_2O_7$ 溶于 10 ml 热水中冷却后以浓 H_2SO_4 稀释至 100 ml 而成。这种洗液具有很强的氧化性,对有机物和油污的去污能力特别强。在进行精确的定量实验时,对仪器的洁净程度要求高或所用仪器形状特殊(如口径细小的仪器)不能用毛刷洗刷时需用洗液洗。洗涤方法:先向仪器内加少量洗液(其用量为仪器总容量的 1/5),然后将仪器倾斜并慢慢转动,使仪器的内壁全部被洗液润湿,这样反复操作后,把洗液倒回原瓶,再用自来水把残留在仪器内的洗液冲洗干净,最后再用蒸馏水或去离子水荡洗 2~3 次,备用。如果仪器沾污得很厉害,一般可将仪器浸泡在热洗液(70℃左右)中约十几分钟,取出后再用水冲洗干净,然后用蒸馏水或去离子水荡洗 2~3 次,备用。

必须注意:

- ①洗液有强烈的腐蚀性,使用时必须加倍小心,防止它溅在皮肤或衣服上,如果不慎沾上,必须立刻用水冲洗干净。
- ②用过的洗液,一般可倒回原瓶再用(不要随便废弃)。由于使用过久或受大量强还原性物质还原,使整个溶液变成绿色,说明其中绝大部分的高价铬已还原为低价铬,洗液已无氧化能力了,应回收。
- ③洗液的吸水性很强,应随时把装洗液的瓶子盖严,以防吸水后降低去污能力。

六、使用试剂的规则

一般试剂的使用规则:固体试剂装在广口瓶内,液体试剂盛在细口瓶或带有滴管的点滴瓶内,见光易分解的试剂(如硝酸银)装在棕色的试剂瓶内;每一试剂瓶上均贴有标签,以表明试剂的名称、浓度、纯度、批号或配制日期。

为了得到准确的实验结果,取用试剂时应遵守以下规则,以保证试剂不受污染和防止变质。

- (1)试剂不能用手接触。
- (2)使用试剂的量应按照实验资料中的规定。如没有指明用量,仅写“少许”时,固体取豌豆大小,液体取 3~5 滴。
- (3)要用洁净的药勺取用固体试剂。用滴管取用液体试剂时,注意滴管专用、不应把滴管伸入其他液体中或与接受容器的器壁接触;倾注液体试剂时,同样不能接触接受容器。
- (4)取用试剂不要过量,已取出的部分不要再倒回原瓶,以免污染原试剂(尤其是进行分析实验时)。
- (5)取试剂时,瓶塞应夹在手指中或倒置桌上,用完试剂后,随即把瓶塞盖严。注意不要把瓶塞和滴管乱放,以免在盖瓶塞和放回滴管时混淆,沾污试剂。
- (6)倾倒试剂时,标签应朝上,以免标签为试剂所浸蚀。试剂若倒出瓶外,即用抹布擦干净。
- (7)定性实验用量不需准确时,可以大约估计。一般 20 滴约为 1 ml,如液滴较大时,15 滴约为 1 ml。要求用量比较准确时,则用普通天平、量筒或量杯等。
- (8)定量实验必须使用分析天平及吸量管、滴定管、容量瓶等容量仪器称取或量取试剂。

七、文献检索和实验的设计

1. 文献检索 科学技术的发展具有连续性和继承性,科学技术的发明创造需要依靠经验、材料和理论的不断积累,没有科学上的继承和借鉴,就没有提高。任何一个科技工作者,都有

赖于在前人已经取得的成就的基础上进行新的研究和探索。在研究一项课题或做一项实验之前,必须掌握这项课题或这项实验当前的研究水平,如已取得了哪些成果、具体用什么技术和方法、还存在哪些问题、相邻学科的发展对本课题提供了什么新的契机和条件等,也就是说要掌握有关该课题或该实验的信息,因此,首先要进行文献检索。为了高效检索,应了解科技文献类型、熟悉检索工具、掌握检索方法。

(1) 科技文献类型 随着科学技术的迅速发展,科技文献数量庞大,增长迅速,出版类型复杂,文种繁多。根据性质、特点和出版形式不同,科技文献一般可分为科技图书、科技期刊、科技报告、政府出版物、会议文献、专利文献、学位论文、技术标准、科技档案和产品样本十种类型。对于某方面的科技信息,可能高度分散于以上类型,且交叉渗透广泛。要在浩如烟海的文献中迅速、准确、无重大遗漏地查找出与课题有关的文献,必须学会利用检索工具进行检索。

(2) 检索工具 检索工具按检索手段划分,可分为手工检索工具和计算机检索工具两类。手工检索工具主要是指利用印刷型、缩微型检索工具由检索人员直接查找。

信息时代的到来,文献已不再是传统的纸张书本式,大量的电子出版物纷纷问世,并越来越快地得以发展。尤其是各类文献检索工具,采用电子出版物的形式,出版周期短,并有检索方便、准确、快捷的特点。计算机检索系统从20世纪70年代起得以迅猛发展。进入20世纪90年代后,计算机网络技术的发展,信息高速公路的建设,光盘系统已进入了计算机网络,建立计算机光盘数据库检索网络已成为文献检索发展的新热点,形成了文献检索新的发展阶段,应运产生了国际联机检索系统、光盘检索网络和Internet国际互联网络。掌握一定的计算机技术对利用计算机检索工具将得心应手。

检索工具按著录内容划分,可分为目录、题录、文摘和索引四种。

目录是对图书、期刊或其他单独出版物外部特征的揭示和报道,通常以单位出版物为著录对象,一般只记录题名、著者、出版事项、载体形态等。题录是对单篇文献外表特征的揭示和报道,著录项目一般有篇名、著者、文献来源、文种等,如美国的“Chemical Titles”、我国的《全国报刊索引》等。文摘是系统报道、积累和检索文献的主要工具,以单篇文献为报道单位,不仅著录文献的外表特征,还著录文献的内容摘要,如美国的“Chemical Abstracts”、我国的《分析化学文摘》等。索引是一种附属性的检索工具,广泛用于各种类型的文献中。

据统计,世界上三分之二的文献是英语文种,且文献重要性远大于此比例,又出版迅速。由此可知,良好的英语能力是高效率文献检索的基本保证。

2. 实验设计 实验的设计是在进行一定的检索、掌握相关信息、明确要做什么实验的基础上,计划或应该怎样去做。譬如要分析一个样品(sample),一般包括样品采集、样品处理、分析方法的选择、测定、分析结果的计算与数据处理等。

(1) 样品采集 对于一个分析项目,有时在采样前首先作一般性卫生调查,如环境污染情况,查明污染源,以便考虑采样点和采样量的多少,同时还要考虑样品的保管与运输等问题。样品采集的一般原则是要使采集的样品具有均匀性和代表性;否则,即使用非常精密的仪器、非常先进的分析方法也会造成错误的结果。因此,采样问题不能有丝毫忽视。

(2) 样品处理 样品中除被测组分外常含有大量其他杂质,对分析有干扰。因此,在测量之前常需对样品进行预处理,以使被测组分与杂质分离从而达到能够进行分析测定的要求。

样品处理的一般原则是在被测组分不受损失和样品不受污染的前提下,达到分离的目的,并要求方法简便易行。

样品处理的常用方法有蒸馏法、沉淀法、吸附法、离子交换法、萃取法、灰化法和消化法等。