

高等院校教材

医药学 大学化学实验

主编 董顺福



吉林科学技术出版社

高等医药院校教材

医药学大学化学实验

主 编	董顺福		
副主编	韩丽琴	赵文秀	
编 者	董顺福	韩丽琴	赵文秀
	董宏博	张伟萍	刘建华
	陆 钊	赵庆华	董树国
	赖红伟		

吉林科学技术出版社

医药学大学化学实验

董顺福 主编

责任编辑:李红梅 封面设计:董顺福 赵文秀

*

吉林科学技术出版社

长春方圆印业有限公司印刷

*

787 × 1092 毫米 16 开本 17.5 印张 455 000 字

2005 年 3 月第 1 版 2006 年 7 月第 2 次印刷

定价:30.00 元

ISBN 7-5384-1631-5/R·836

版权所有 翻印必究

如有印装质量问题,可寄本社退换。

社址 长春市人民大街 4646 号 邮编 130021

编辑部电话 0431-5674016

电子信箱 JLKJCBS@public.cc.jl.cn

传真 0431 5635185

网址 www.jkcbs.com 实名 吉林科技出版社

前 言

《医药学大学化学实验》是为适应 21 世纪培养学生创新能力和综合素质教育的现代高等医学教育思想及课程改革的需要,为研究 21 世纪中国高等教育医药学化学课程体系的创新与实践,构筑医药学高等院校化学基础课实验教学改革框架,以建立多学科、多层次、全方位的实验教学体系,结合多年实验教学经验和参考国内外有关教材编写的一本实验教材。本教材面向医药高等院校化学基础课的实验教学,在教材的体系、教材的内涵、教材的广度方面进行了一次新的尝试,为培养具有高素质的有创新精神的全方位人才提供了实验基础。

本实验教材是在总结教学实践基础上编写的,旨在促进学生对化学课程体系的学习,提高实验操作技术和解决实际问题的能力。化学实验是培养学生实践能力的重要手段,通过实验教学的科学性、严密性和准确性,培养学生严谨求实的科学态度。化学课程体系作为医药学高等院校各专业的前导课程,化学实验技术会渗透到医学、药学、检验等专业的后续的各门课程,本实验教材注重加强了基本技能和基本操作的训练实验,以培养、提高学生的科学实验能力和创新思维能力。本教材可供高等医药院校五年制医学、影像、护理、检验、营养等专业,药学本科专业使用,也可供药学、检验、营养等专科专业参考使用。

本书将化学课程体系的几大实验内容进行了整体优化,体现了高等医药院校化学课程体系的特点,既有化学实验课程的系统性,又有实验课程的独立性,将整个化学实验体系科学地联系起来,使学生在专业学习之前能够系统地掌握化学实验技能和基本的科研能力。

本教材共七大部分,分为化学实验的基础知识、化学实验的基本操作、基础化学实验、合成实验室、分析实验室、综合设计实验、英文实验。内容从基础到技能至综合,逐步提高学生的实验技能和水平。体现了化学实验的基础能力培养,注重了学生科学实验综合能力的提高。

本教材将常规化学实验和微量化学实验结合起来编写,微量化学实验是化学实验发展的一种新的技术,其独特的化学效益和教学效果受到了化学教育领域的重视。综合设计实验注重学生能力的培养,提高其分析问题和解决问题的能力。英文实验是适应现代高等教育发展的要求,使学生认识到大学教育发展的国际化趋势。

本实验教材中有关量、单位和符号采用我国法定计量单位和国家标准。

书后附有常用元素原子量表,供实验人员实验时查阅参考。

由于编写时间仓促,水平和经验有限,不足之处请多多指正。

编者

2006 年 7 月

目 录

第一部分 化学实验的基础知识	1
一、实验的目的、任务	1
二、实验要求和实验室规则	1
三、化学实验室安全知识	1
四、化学实验室常用工具书	2
五、实验报告书写格式	3
第二部分 化学实验的基本操作	4
一、仪器的认领和洗涤	4
二、酒精灯的构造和使用	6
三、简单玻璃工操作技术	9
四、试剂的取用和试管操作	11
五、台秤和分析天平的使用	15
六、溶液的配制	18
七、容量仪器的洗涤和滴定练习	20
八、熔点的测定	28
九、常压蒸馏和沸点的测定	33
十、水蒸气蒸馏	37
十一、减压蒸馏	40
第三部分 基础化学实验	44
实验一 电解质溶液	44
实验二 凝固点降低法测定葡萄糖的摩尔质量	46
实验三 化学反应热效应的测定	48
实验四 化学反应速率与活化能	51
实验五 硫酸铜的纯制	54
实验六 缓冲溶液的性质和配制	56
实验七 酸碱溶液的滴定	59
实验八 药用氯化钠的提纯	60
实验九 醋酸的电离度和电离常数的测定	62
实验十 液体饱和蒸气压的测定	68
实验十一 电极电势的测定	72
实验十二 电导法测定难溶盐的溶解度	74
实验十三 配合物组成和不稳定常数的测定—等摩尔系列法	77
实验十四 电泳法测定溶胶的 ξ 电势	81

实验十五 有机化合物折光率的测定	84
实验十六 旋光度的测定	88
实验十七 氧化还原反应	92
实验十八 配合物的生成和性质	94
实验十九 S 区元素	95
实验二十 P 区元素(一)	97
实验二十一 P 区元素(二)	100
实验二十二 铬、锰	102
实验二十三 铜、锌、汞	105
实验二十四 烃和卤代烃的性质	106
实验二十五 醇、酚、醚的性质	108
实验二十六 醛、酮的性质	110
实验二十七 羧酸和取代羧酸的性质	112
实验二十八 胺的性质	115
实验二十九 糖类化合物的性质	116
实验三十 氨基酸和蛋白质的性质	118
实验三十一 氨基酸的纸上电泳	120
第四部分 合成实验室	123
实验一 甲基橙的制备	123
实验二 乙酰水杨酸的制备	125
实验三 乙酸乙酯的制备	128
实验四 肉桂酸的制备	131
实验五 乙酰乙酸乙酯的制备	133
实验六 从茶叶中提取咖啡因	135
实验七 绿色植物中色素的提取	138
第五部分 分析实验室	141
实验一 电子天平的使用和称量练习	141
实验二 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	146
实验三 EDTA 标准溶液的配制与标定	147
实验四 AgNO_3 标准溶液的配制与标定	148
实验五 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	150
实验六 碘标准溶液的配制与标定	151
实验七 生理盐水中 NaCl 的测定	152
实验八 5%葡萄糖的含量测定	153
实验九 水中钙、镁含量的测定	154
实验十 维生素 C 的测定	156
实验十一 Bi^{3+} 、 Fe^{3+} 混合液的连续测定	157
实验十二 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量的测定	158

实验十三	食醋中总酸度的测定	159
实验十四	混合碱的测定	160
实验十五	醋酸钠含量的测定	162
实验十六	溴化钠含量测定(佛尔哈德法)	163
实验十七	过氧化氢的测定	164
实验十八	盐酸普鲁卡因注射液 pH 值的测定	165
实验十九	分光光度法测定溶液中微量铁	166
实验二十	直接电位法测定饮用水的 pH 值	170
实验二十一	几种金属离子的吸附柱色谱	172
实验二十二	几种氨基酸的纸色谱	173
实验二十三	水中微量 Cr(VI)和 Mn(VII)的同时测定	174
实验二十四	电位滴定法连续测定混合液中的氯和碘	175
实验二十五	磺胺药物的薄层色谱	177
实验二十六	气相色谱法测定苯含量	178
实验二十七	分光光度法测定芦丁含量	180
实验二十八	紫外双波长光度法测定对氯苯酚存在时苯酚的含量	181
实验二十九	高效液相色谱法测定咖啡因的含量	182
实验三十	原子吸收分光光度法测定汽水中的铜	189
实验三十一	荧光分析法测定维生素 B ₂	190
实验三十二	红外分光光度法测定巴比妥	191
实验三十三	核磁共振波谱仪的基本操作	192
实验三十四	十六烷的气相色谱/质谱定性分析	194
实验三十五	薄层扫描法测定维生素 C 片剂的含量	196
第六部分	综合与设计实验	198
实验一	硫酸亚铁铵的制备	198
实验二	硫酸铜的制备和结晶水的测定	199
实验三	配合物应用—血清中铜、锌的测定	201
实验四	燃烧热的测定	202
实验五	中和热的测定	206
实验六	凝固点降低法测定萘的相对分子质量	209
实验七	异丙醇—环己烷双液系相图	212
实验八	液相平衡	215
实验九	离子选择性电极的制备和应用	218
实验十	蔗糖水解反应速度常数的测定	221
实验十一	乙酸乙酯皂化反应速度常数的测定	224
实验十二	丙酮碘化反应	228
实验十三	表面张力的测定	232
实验十四	差热分析	236

实验十五 B-Z 振荡反应	238
设计实验一 无机化学性质设计实验	241
设计实验二 果汁中维生素 C 含量的测定	242
设计实验三 物质的分离与鉴定	243
设计实验四 药物的定性鉴别实验	243
设计实验五 补钙制剂中钙含量的测定	244
第七部分 英文实验	245
附录一 常用酸碱的密度和浓度	261
附录二 热浴用的液体介质	261
附录三 水的蒸气压	262
附录四 常用基准物质的干燥条件和应用范围	263
附录五 一些特殊试剂的配制	263
附录六 常用元素的国际原子量表	265
附录七 分析实验室洗涤剂的种类	265
附录八 常用缓冲溶液的 pH 值范围	266
附录九 国产试剂规格	267
附录十 常用对数表	267
参考文献	270

第一部分 化学实验的基础知识

一、实验的目的、任务

化学是一门实验科学。通过化学实验可使学生更好地掌握化学课程体系的基本理论和基础知识。培养学生掌握化学实验的基本操作方法和实验技能;培养学生细致观察和记录实验现象,归纳、综合、正确处理实验数据的能力。培养学生实事求是的科学态度,准确细致的科学习惯及科学的思维方法。大学化学实验的任务就是要通过基础化学、有机化学、分析化学等实验教学,达到上述目的,为学生进一步学习后续的医药学课程培养实验工作能力,培养学生的科学素质和综合创造能力。

二、实验要求和实验室规则

为使实验能够获得良好的效果,实验前必须预习。认真阅读实验教材、教科书和参考资料中的有关内容,明确实验的目的,了解实验的内容、步骤、操作过程和实验注意事项,完成实验预习报告。根据实验教材上所规定的方法、步骤和试剂用量进行操作。认真操作,细心观察实验现象,准确、如实地做好实验记录。实验过程中要保持肃静,严格遵守实验室规则。实验后要对实验现象进行解释并做出结论,处理好实验数据,认真完成实验报告,实验报告书写要求工整,简明扼要,整齐清楚。

实验室规则

1. 实验前,做好预习和实验的准备工作,检查实验所需的药品、仪器,了解实验步骤。
2. 实验时要集中精神,认真操作,仔细观察,积极思考,如实地做好实验记录。
3. 实验中要保持肃静,不准随便走动,不得无故缺席。
4. 小心使用实验室设备和仪器,不得随便动用他人仪器,公用试剂用完应放回原处。
5. 按规定取用药品,实验台上的仪器要整齐地放在一定的位置上,要保持台面的清洁。
6. 使用精密仪器时,要严格按照操作规程进行操作,不得损坏仪器,如发现仪器有故障,应立即报告指导教师,不准擅自处理。
7. 实验后,应关闭电源,实验所用仪器应洗刷干净整齐摆放好,经指导教师检查后,方可离开实验室。

三、化学实验室安全知识

在化学实验中,经常使用腐蚀性、易燃的、易爆的或有毒的化学试剂;大量使用易损的玻璃

仪器和某些精密仪器;使用水、电等。为确保实验的正常进行和人身安全,必须严格遵守实验室的安全规则。

1. 室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品禁止入口。实验完毕后,必须洗手。水、电使用完毕后,应立即关闭。离开实验室时,应仔细检查水、电、门、窗等是否已关好。

2. 使用电器设备时,应特别仔细,切不可用湿润的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不要使用,以免触电。

3. 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性。切勿溅在皮肤和衣服上,使用浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、 HClO_4 氨水时,均应在通风橱中操作,绝不允许在实验室加热。如不小心溅到皮肤或眼睛内,应立即用水冲洗,然后用 5% 的 NaHCO_3 溶液(酸腐蚀时用)或 5% 硼酸溶液(碱腐蚀时常用)冲洗,最后用水冲洗。

4. 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时,一定要远离火焰和热源,使用完毕后将试剂瓶塞严,放在阴凉处保存。

5. 汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品,使用时应特别小心,氰化物不能接触酸,因作用时产生 HCN ,剧毒!有毒物品作废液处理,严禁直接倒入下水道。

6. 分析天平为分析化学实验中使用的精密仪器,使用时应严格遵守操作规程。仪器使用完毕后,拔去插头,将仪器各部分旋钮恢复到原来状态。

7. 如发生烫伤,可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏,严重者应立即送医院治疗。

8. 实验室若发生火灾,应根据起火原因进行灭火。酒精和可溶于水的液体起火,可用水灭火;导线或电器起火,不能用水及二氧化碳灭火器,而应先切断电源,用 CCl_4 灭火器灭火,衣服着火切忌奔跑,而应就地躺下滚动。

9. 实验室应保持室内整齐、干净。不能将毛刷、抹布扔在水槽内。一定要保持水槽清洁。禁止将固体物、玻璃碎片等扔入水槽内,以免造成下水道堵塞。此类物质以及废纸、废屑应放入废纸箱内或实验室规定的地方。废酸、废碱等小心倒入废液缸内(或塑料提桶内),切勿倒入水槽内,以免腐蚀下水管。

四、化学实验室常用工具书

进行实验之前要了解反应物和产物的性状和物理常数,这对于选择正确装置、预测实验结果和解释实验现象是至关重要的。因此,学习查阅辞典和手册是做好实验的一个重要环节。

1. 《化工辞典》

本辞典主要解释化学工业中的原料、材料、中间体、产品、生产方法、化工过程、化工机械和化工仪表自动化等方面词目以及有关的化学基本术语词目,列出了物质分子式、结构式、基本物理常数等有关数据。

2. 《英汉化学化工词汇》

本书介绍化学化工专业英汉对照词汇及有关的科技词汇。

3. 《汉译有机化学辞典》

收集有机化合物的有关资料,其中包括分子结构式、相对分子质量、来源、物理性质及化学

性质、物理常数等。

4.《化学化工药学大辞典》

本书精选近万条化学、医药及化工等常用名词,每个名词内容包括组成、结构、性质、制法和用途等,书后附有 600 多个有机人名反应。

5.《Handbook of Chemistry and Physics》

是一本英文的物理化学手册,提供了物理和化学方面的重要数据。

6.《The Merck Index》(默克索引)

收集近一万余种化学药品、药物和农药,内容包括分子式、结构式、物理常数、制备方法简介。

7.《Internet 上的化学化工资源》

重点介绍了获取 Internet 上的化学化工资源的主要工具和方法,系统的介绍了 Internet 上与化学化工有关的数据库、软件、期刊、图书、会议信息、讨论组和新闻、专利、公司及网上贸易、学会及组织、教育等资源。

五、实验报告书写格式

实验名称:_____ 室温:_____

年级:_____ 组:_____ 姓名:_____ 实验室:_____ 日期:_____

实验目的:

明确实验所要完成的教学目的,掌握实验涉及的原理及方法,了解及掌握相关仪器的使用,能够应用相应的公式对实验结果进行处理,达到根据实验目的培养自己设计实验的技能。

实验原理:

实验中涉及到的课堂教学中的相关理论知识,包括重要定理、结论、反应方程式及计算公式。

仪器及药品:

实验中将会用到的仪器和药品,并明确仪器的型号,药品的物态、浓度等相关数据。

实验内容:

实验具体步骤,针对不同实验制定相应的操作步骤。

包括实验装置图、实验现象等。

实验结果:

对于定性实验要给出最终的结论,对于定量实验要完成数据处理,得出相应计算结果。

分析与讨论:

提出实验中所遇到的问题,给出见解,由老师解疑。

第二部分 化学实验的基本操作

一、仪器的认领和洗涤

一、实验目的

1. 熟悉化学实验常用仪器、名称、规格,了解使用注意事项。
2. 学习并练习常用仪器的洗涤和干燥方法。

二、仪器与试剂

化学实验室常用仪器

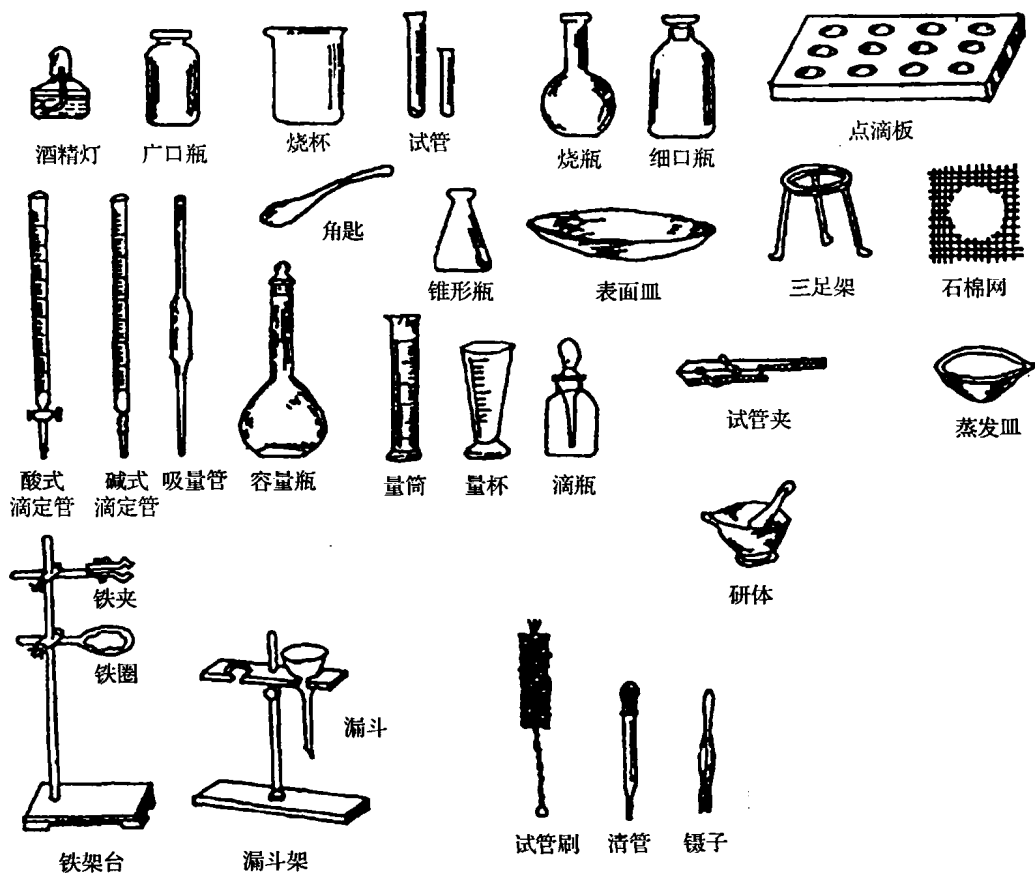
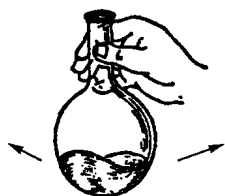


图 1-1 化学实验室常用仪器示意图

三、实验步骤

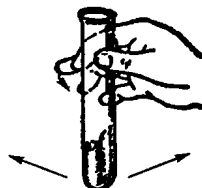
(一)认领仪器:领取和认识无机实验中常用仪器,了解其规格和用途。

(二)玻璃仪器的洗涤(图 1-1,1-2,1-3,1-4,1-5)



(1)烧瓶的振荡

注入一少半水,稍用力振荡后把水倒掉,照此法连洗数次。



(2)试管的振荡

图 1-2 振荡水洗

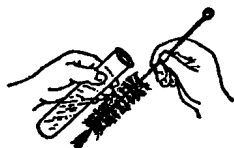
内壁附有不易洗掉的物质,可用毛刷刷洗。



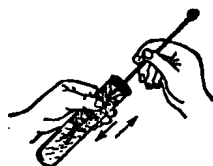
(1)倒废液



(2)注入一半水



(3)洗好毛刷,确定手拿部位



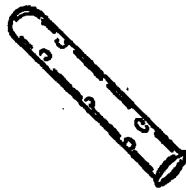
(4)来回柔力刷洗

图 1-3 毛刷刷洗

刷洗后,再用水连续振荡数次,必要时还应用蒸馏水淋洗三次。



(1)洗净:水均匀分布(不挂水珠)



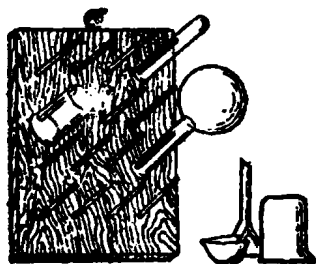
(2)未洗净:器壁附着水珠(挂水珠)

图 1-4 洗净标准

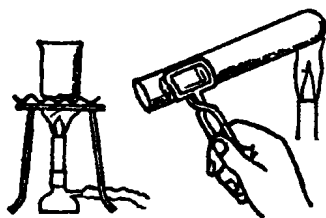
注:玻璃仪器里如附有不溶于水的碱、碳酸盐、碱性氧化物等可先加 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$ 溶解,再用水冲洗。附有油脂等污物可先用热的纯碱液洗,然后再用毛刷刷洗,也可用毛刷蘸少量洗

衣粉刷洗。对于口小、管细的仪器,不便用刷子洗,可用少量王水涮洗。用上述方法清洗不掉的污物可用较多王水浸泡,然后用水涮洗。

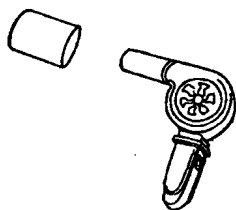
3. 仪器的干燥



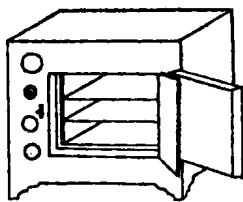
(1) 晾干



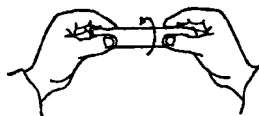
(2) 烤干 (仪器外壁擦干后, 用小火烤干, 同时要不断地摇动使其受热均匀)



(3) 吹干



(4) 烘干 (105℃左右控温)



(5) 快干 (有机溶剂法)
(先用少量丙酮淋洗一遍倒出, 然后晾干或吹干)

图 1-5 仪器的干燥

带有刻度的计量仪器不能用加热的方法进行干燥,因为它会影响仪器的精度。

二、酒精灯的构造和使用

一、实验目的

1. 了解酒精灯的构造和原理,掌握正确的使用方法。
2. 了解正常火焰各部分的温度。

二、仪器与试剂

仪器:酒精灯、石棉网

材料:木条、硬纸片、锉刀、橡皮胶头、玻璃管、插针、灯芯绳、玻璃棒

药品:酒精(工业级)

三、实验步骤

(一)酒精灯构造(图 2-1)

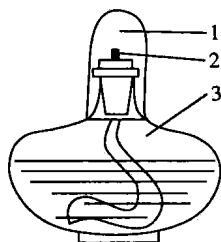
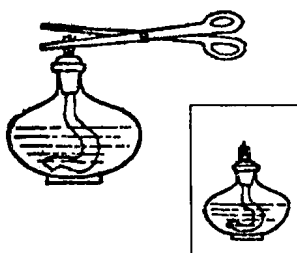


图 2-1 酒精灯的构造

1. 灯帽;2. 灯芯;3. 灯壶加热温度在 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$

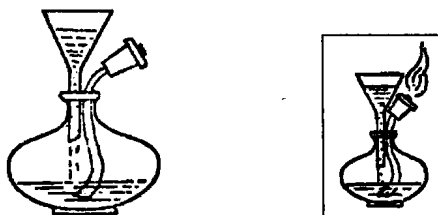
(二)酒精灯的使用方法

1. 检查灯芯,并修整



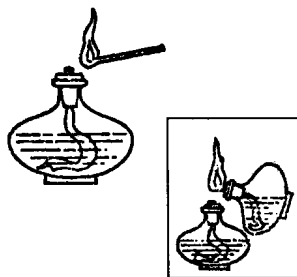
灯芯不齐或烧焦,要修整。

2. 添加酒精



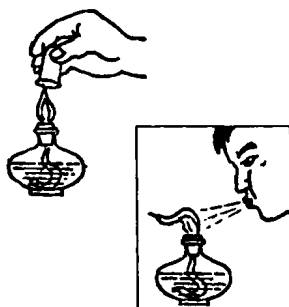
加入酒精量为 $1/2\sim 1/3$ 壶燃着时不能加酒精

3. 点燃



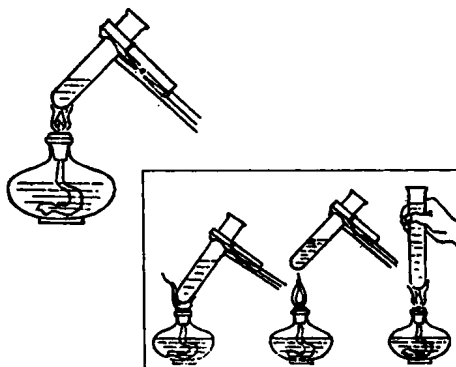
不能用燃着的酒精灯对火

4. 熄灭



盖灭不要吹灭

5. 加热



使用火焰部位不对不要手拿加热

6. 若要使灯焰平稳并适当提高温度,可以加金属网罩

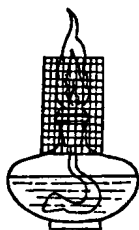


图 2-2 酒精灯的使用方法

拆装酒精灯,观察各部分构造。

点燃酒精灯,比较酒精灯火焰各部分温度。

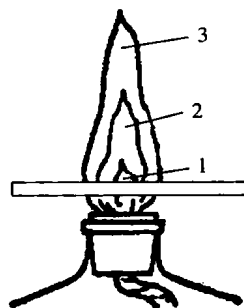


图 2-3 酒精灯的灯焰

1. 焰心, 2. 内焰, 3. 外焰

三、简单玻璃工操作技术

一、实验目的

1. 练习玻璃管的切割、圆口、弯曲等操作。
2. 练习玻璃管拉尾管的基本操作技术。
3. 掌握制备药液滴管和熔点测定用的毛细管。

二、仪器与试剂

喷灯 4 寸三角锉刀 镊子 白磁板 外径为 10~15mm 玻管 玻璃棒

三、实验步骤

(一) 玻璃管的洁净和切割

实验用玻璃管必需先洗干净。新玻璃管用棉花在管内擦净,若玻璃管十分不洁可用重铬酸钾洗液浸泡,用水冲净后,干燥备用。如暂时不用,将玻璃管两端用棉花塞住以保持清洁。

内径在 15mm 的玻璃管的切割是比较容易的。玻璃管的切割是用三角锉刀的边棱或用小砂轮切断之。锉刀与玻璃管宜成 $30^{\circ}\sim 60^{\circ}$ 角。切断时锉刀应一次划过玻璃管的切断处,刻下一条长痕。长痕必须与玻璃管垂直,否则切断面是歪斜的。用锉刀划痕时切勿如拉锯似的来回在玻璃管上划锉。否则极易使锉刀迟钝,折断玻璃管时,两手放在锉痕附近,将玻璃管向两端拉开,轻轻地向划线相反的方向折断,以得到整齐的切断面。

(二) 钝边

凡新切断的玻璃管,其切断面均为锐角而锋利无比,工作时往往有割唇或伤手的危险。而且此锋利极易损坏胶塞或胶皮管等,故必须将锋刃消除。其方法是玻璃管呈 45° 角度在氧化焰边沿处一边烧,一边来回转动直至平滑即可。注意,不应烧得太久,以免管口缩小。

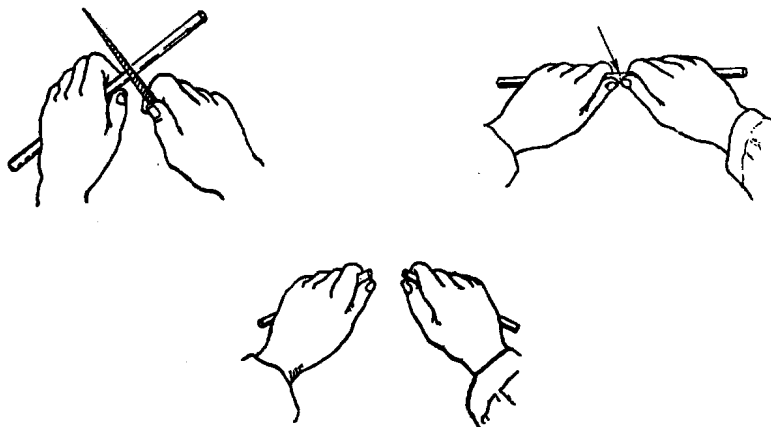


图 3-1 玻璃管的切割