

高等学校实验教材



医药学院 610 2 08010290

化学实验

(I)



主 编 魏 红 吴秋业

副主编 吕加国 范国荣 金永生 仲维清

人民卫生出版社



医药学院 610 2 08010290

高等学校实验教材

化 学 实 验

(I)

主 编 魏 红 吴秋业

副主编 吕加国 范国荣 金永生 仲维清

编 者 (以姓氏笔画为序)

王晓燕 吕加国 孙青葵 仲维清 朱臻宇

张卫东 汪学昭 吴秋业 周长江 金永生

范国荣 陆 峰 林德昌 赵卫权 姚 斌

崔黎丽 魏 红



人 民 卫 生 出 版 社

图书在版编目(CIP)数据

化学实验(Ⅰ、Ⅱ)/魏红等主编. —北京:
人民卫生出版社, 2005. 10
ISBN 7-117-07155-9

Ⅰ. 化… Ⅱ. 魏… Ⅲ. 化学实验—医学院校—教材 Ⅳ. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2005)第 124167 号

化 学 实 验 (Ⅰ、Ⅱ)

主 编: 魏 红 吴秋业

出版发行: 人民卫生出版社(中继线 010-67616688)

地 址: 北京市丰台区方庄芳群园 3 区 3 号楼

邮 编: 100078

网 址: <http://www.pmph.com>

E - mail: pmph@pmph.com

购书热线: 010-67605754 010-65264830

印 刷: 北京人卫印刷厂(业达)

经 销: 新华书店

开 本: 787×1092 1/16 总印张: 38

总 字 数: 890 千字

版 次: 2005 年 11 月第 1 版 2006 年 8 月第 1 版第 2 次印刷

标准书号: ISBN 7-117-07155-9/R · 7156

总定价(Ⅰ、Ⅱ): 66.00 元

版权所有, 侵权必究, 打击盗版举报电话: 010-87613394

(凡属印装质量问题请与本社销售部联系退换)

前 言

为适应 21 世纪科学技术高度融合大学科化发展的趋势,为加强生物医药人才实践能力的培养,中国人民解放军第二军医大学药学院对化学实验的教学模式、课程体系和教学内容进行了重大的改革,将原来分别附属于无机化学、分析化学、物理化学、有机化学、药物化学和天然药物化学六门课程的实验教学内容整合成为一门独立的实验课程单独开课,目的是更加系统和全面地训练学生的基本操作和基本技能,更有利于培养学生综合运用化学知识分析问题、解决问题的能力,初步的科研能力及优秀的科学品质和创新意识。本书是该课程的配套教材,也是化学实验教学改革成果的结晶。

本教材分为(I)、(II)两册,《化学实验(I)》为无机、分析和物化实验;《化学实验(II)》为有机、药化和天然药化实验。每册书都由三个部分组成,第一部分为实验的基本知识、基本操作、基本原理和方法,较完整地介绍了化学实验的教学要求、学习方法、安全及环保知识、事故防止和处理、基本操作的要领、基本技术的要点、化学实验的一般原理和方法等非常重要的知识;第二部分为实验,按照基础性实验——技能性实验——综合性、设计性实验三个层次,(I)册选编了 60 个实验,(II)册选编了 63 个实验,由浅入深、循序渐进地提高学生的实践能力。主要内容有:无机制备及验证性实验、元素化学及定性分析实验、滴定分析及电化学分析实验、物质的性质及理化常数的测定、有机官能团的性质实验、有机合成反应及有机物的制备、天然活性产物的提取、分离和鉴定、药物合成实验等;第三部分为附录,收录了化学实验常用的数据表、试剂的性质及理化常数、一些溶液的配制方法、物质的定性反应等。

本教材最主要的特点如下:始终将能力培养和素质教育与知识传授和技能训练融合在一起;非常重视化学实验绿色化和实验性化学污染的控制;实验内容典型、新颖、示范性强、专业属性突出;注重实验方法学和逻辑思维的训练,使学生学会举一反三,掌握解决一类问题的方法;鉴于近年来有机化合物分离和鉴定技术的重大发展及广泛应用,加强了色谱分离和光谱分析技术的训练;将自主知识产权的科研成果编成实验,让学生感悟科技创新的过程;在综合性、设计性实验中,列出部分参考文献,指导学生利用化学文献研究和学习,以培养初步的科研能力;为满足学有余力学生的需求,由具有国外科研和教学工作经历的老师编写部分英文设计性实验。

本着编写一本结构科学合理、知识系统综合、内容丰富新颖的优秀教材和科研工具书的原则,我们以各学科沿用多年并不断更新的实验教材为基础,参考和借鉴了许多兄弟院校的实验教学内容,充分体现我院多年来实验教学改革的成果,由长期从事教学工作的骨干教师共同参与,经反复讨论和修改完成了本教材的编写。

本书可作为药学、生命科学和医学类高等院校各专业学生的化学实验教材或教学参

考书,亦可供化学、环境科学、材料学等相关学科和专业的人员阅读及参考。

本书在编写过程中承蒙药学院领导的全力支持,并得到吴玉田教授、张万年教授和周明德副教授的指导,在此一并表示感谢。

由于编者学识水平有限,书中疏漏及错误之处在所难免,恳请读者批评指正。

编 者

2005年9月于上海

目 录

(I)

第一部分 化学实验(I)的基础知识、基本操作、 基本技术、基本原理和方法

第一章 绪论	1
一、化学实验(I)的目的、要求和内容	1
(一) 化学实验(I)的目的	1
(二) 化学实验(I)的要求	2
(三) 化学实验(I)的实验报告格式示例	3
(四) 化学实验(I)的教学内容	6
二、化学实验绿色化概述	7
(一) 绿色化学	7
(二) 实验性环境污染	8
(三) 消除和减少实验性环境污染的主要方法	8
三、参考资料简介	9
(一) 化学文献的分类	9
(二) 参考书目及手册	11
(三) 化学信息资源	12
第二章 化学实验(I)的基本知识	16
一、安全及环保知识	16
(一) 化学实验规则	16
(二) 化学实验安全守则	16
(三) 化学实验意外事故处理	17
(四) 消防常识	17
(五) 常见废物的环保处理	19
(六) 气体钢瓶的使用及注意事项	19
二、常见玻璃仪器简介	21
三、化学试剂、试纸、滤纸和实验用水	24
(一) 化学试剂的规格和存放	24
(二) 试纸、滤纸	25
(三) 实验用水	26

第三章 化学实验(I)的基本操作	28
一、化学实验(I)基本操作训练纲目	28
二、常用玻璃仪器及其基本操作	30
(一) 常见玻璃仪器的洗涤和干燥	30
(二) 常见容量仪器的洗涤和使用	31
三、化学试剂的取用	36
(一) 固体试剂的取用	37
(二) 液体试剂的取用	38
(三) 量筒(杯)的使用	38
四、称量	39
(一) 托盘天平	39
(二) 扭力天平	40
(三) 普通化学天平	40
(四) 电光天平	41
(五) 电子天平	44
(六) 试样的称取方法	45
五、加热和冷却	46
(一) 加热装置及使用	46
(二) 加热操作	48
(三) 冷却	49
六、干燥	50
(一) 物质的干燥和常见干燥剂	50
(二) 干燥器的使用	51
七、固液分离	52
(一) 倾析法	52
(二) 过滤法	52
八、溶解、蒸发、浓缩、结晶、重结晶	55
(一) 固体的溶解	55
(二) 蒸发、浓缩	55
(三) 结晶、重结晶	56
九、试管反应及试纸的使用	56
(一) 试管反应	56
(二) 试纸的使用	57
十、气体的发生、收集和干燥	57
(一) 气体的发生	57
(二) 气体的收集	58
(三) 气体的干燥	58
十一、定性分析基本操作	59
(一) 无机定性分析常用仪器的准备	59

(二) 沉淀的分离和洗涤	59
(三) 点滴反应	60
(四) 焰色反应	60
(五) 气室反应	60
(六) 灼烧	60
十二、定量分析基本操作	60
(一) 重量分析基本操作	60
(二) 滴定分析基本操作	63
 第四章 化学实验(I)的基本技术	66
一、温度的测量与控制	66
(一) 温标和常用温度计	66
(二) 水银-玻璃温度计测温技术	67
(三) 恒温槽的安装及温控技术	70
二、溶液的电导和电导率的测量	71
(一) 电导仪和电导率仪	71
(二) 测量原理和技术要点	71
(三) 仪器的维护	73
三、溶液酸度的测量	73
(一) pH 计	73
(二) 测量原理和技术要点	73
四、溶液吸光度的测量	75
(一) 722S 紫外分光光度计	75
(二) 测量原理和操作技术要点	76
(三) 仪器的维护	79
(四) 常见故障识别及处理	80
五、折射率的测量	80
(一) 折射率	80
(二) 阿贝折射仪	81
(三) 阿贝折射仪的使用方法	81
六、表面张力的测定	82
(一) 表面张力	82
(二) 最大气泡压力法测定液体表面张力的原理和方法	82
七、粘度的测定	83
(一) 粘度	83
(二) 毛细管法测定流体粘度的原理和方法	84
八、纳氏比色管和目视比色	85
 第五章 化学实验(I)的基本原理与方法	86

一、误差理论和有效数字	86
(一) 误差的分类与减免	86
(二) 准确度和精密度	86
(三) 分析数据的处理	87
二、实验结果的表示方法	90
(一) 列表法	91
(二) 作图法	91
(三) 数学方程法	92
三、无机物制备的基本原理和方法	94
(一) 制备路线设计的依据	94
(二) 常规制备方法简介	94
四、无机定性分析的基本原理和方法	95
(一) 鉴定反应的特点和反应条件	96
(二) 鉴定反应的灵敏度和选择性	96
(三) 空白试验和对照试验	97
(四) 分别分析和系统分析	97
(五) 常见阴离子的一般性质及鉴定反应	98
(六) 常见阳离子的一般性质及鉴定反应	102
五、常量分析的基本原理和方法	113
(一) 滴定分析	113
(二) 重量分析	121
六、综合性、设计性实验的设计原理与基本方法	125

第二部分 化学实验(I)的实验内容

第六章 基础性实验	127
概述	127
实验一 化学实验的基本知识和基本操作练习	128
实验二 稀溶液的依数性	131
实验三 电解质溶液	133
实验四 从废定影液中回收银	136
实验五 药用 NaCl 的制备及杂质限度检查	138
实验六 氧化还原反应及配合物的性质	140
实验七 滴定分析基本操作练习	144
实验八 NaOH 标准溶液($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)的配制与标定	146
实验九 HCl 标准溶液($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)的配制与标定	148
实验十 AgNO_3 标准溶液($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)的配制与标定	150
实验十一 EDTA 标准溶液($0.05\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)的配制与标定	151
实验十二 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)的配制与标定	152
实验十三 I_2 标准溶液($0.05\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)的配制与标定	154

实验十四 HClO_4 标准溶液($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)的配制与标定	156
第七章 技能性实验	158
概述	158
实验十五 药用氢氧化钠的含量测定	160
实验十六 氯化铵的含量测定	161
实验十七 氯化钙注射液的含量测定	162
实验十八 维生素 C 的含量测定(直接碘量法)	163
实验十九 葡萄糖的含量测定(间接碘量法)	164
实验二十 盐酸麻黄碱的含量测定	165
实验二十一 药用硫酸亚铁的电位滴定	166
实验二十二 永停滴定法测定硫代硫酸钠溶液的浓度	169
实验二十三 永停滴定法测定磺胺嘧啶的含量	171
实验二十四 卡尔费休法测定水分(永停滴定法)	173
实验二十五 分光光度法测 $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ 和 $[\text{CrEDTA}]^-$ 的晶体场分裂能	175
实验二十六 分光光度法测微量铁和邻菲咯啉合铁(II)配离子的稳定常数	176
实验二十七 弱酸电离度和电离常数的测定	178
实验二十八 难溶电解质溶度积常数的测定	186
实验二十九 银氨配离子配位数和稳定常数的测定	193
实验三十 水的总硬度及其 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 离子的含量的测定	195
实验三十一 重要非金属元素及其化合物的性质	198
实验三十二 常见金属元素重要化合物的性质	202
实验三十三 溶解热的测定	207
实验三十四 电导法测定磺胺嘧啶的解离常数	210
实验三十五 电动势法测化学反应的热力学函数	212
实验三十六 二组分完全互溶系统的气-液平衡相图	215
实验三十七 一级反应速率常数及活化能的测定	217
实验三十八 液体表面张力的测定	219
实验三十九 粘度法测定高聚物的粘均摩尔质量	224
实验四十 差热分析法测定五水硫酸铜的热稳定性(计算机模拟实验)	227
第八章 综合性、设计性实验	229
概述	229
实验四十一 阴离子混合溶液的分析	229
实验四十二 阳离子混合溶液的分析	233
实验四十三 未知阳离子混合溶液的分析	235
实验四十四 含锌药物的制备及含量测定	237
实验四十五 废干电池的综合回收利用	240
实验四十六 蛋壳中钙、镁含量的测定	242

实验四十七 头发中铅含量的测定	245
实验四十八 胶体的制备及其性质	247
实验四十九 环境友好产品—过氧化钙的制备及含量测定	249
实验五十 亚硫酸(亚硫酸根)·五氨合钴(Ⅲ)的制备及取代反应速率常数的测定	251
实验五十一 叶绿素的萃取、分离及测定	254
实验五十二 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备、组成测定、表征及其光化反应动力学研究	255
实验五十三 硫酸亚铁铵的制备及质量分析(英文)	259
实验五十四 甘氨酸合铜(Ⅱ)的制备及组成分析(英文)	261
实验五十五 反式氯化二氯·二(乙二胺)合钴(Ⅲ)的制备及水解动力学研究(英文)	265
实验五十六 紫外分光光度法测定盐酸小檗碱原料药的含量	268
实验五十七 电位滴定法与酸碱滴定法测定酮洛芬的含量	269
实验五十八 三种葡萄糖酸钙含量测定方法比较	270
实验五十九 NaH_2PO_4 和 Na_2HPO_4 混合物中各组分含量的测定	272
实验六十 氯地眼药水中氯霉素和地塞米松的含量测定	273

第三部分 附 录

一、相对原子量表(1995 年国际原子量)	275
二、物理化学常数	276
三、单位换算表	276
四、不同温度时水的蒸气压	276
五、不同温度时水的密度	277
六、不同温度时水的表面张力	277
七、不同温度时水的粘度	278
八、不同温度时水的折射率	278
九、常用酸、碱的密度和浓度	278
十、常见弱酸、弱碱的离解常数	279
十一、常见难溶电解质的溶度积常数	280
十二、常见配合物的累积稳定常数	282
十三、标准电极电势表	283
十四、常用缓冲溶液	289
十五、常用酸碱指示剂	290
十六、常用氧化还原指示剂	290
十七、常用金属离子指示剂	291
十八、EDTA 在各种 pH 值时的酸效应系数	291
十九、常见阴离子的鉴定反应	291
二十、常见阳离子的鉴定反应	294

二十一、常见阳离子与某些试剂作用时的反应现象	298
二十二、常见盐类溶解性表	299

(II)

第一部分 基本知识、基本原理及基本操作

第一章 基本知识	303
一、实验室的安全	303
(一) 有机化学实验规则	303
(二) 实验室的安全守则	304
二、有机化学实验常用玻璃仪器和设备	307
(一) 常用玻璃仪器	307
(二) 金属工具	309
(三) 主要电学仪器设备	309
三、有机化学反应的标准装置	310
(一) 回流装置	310
(二) 蒸馏装置	310
(三) 气体吸收装置	311
(四) 搅拌装置	312
四、玻璃仪器的保养、清洗、干燥和装配	312
(一) 玻璃仪器的保养	312
(二) 玻璃仪器的清洗	313
(三) 仪器的干燥	313
(四) 仪器的装配	313
五、实验产率的计算	314
六、实验预习、记录和实验报告	315
(一) 实验预习	315
(二) 实验记录	315
(三) 计算产率及讨论	316
(四) 实验报告	316
七、有机化学实验常用工具书和参考书	316
(一) 工具书	316
(二) 有机化学实验参考书	317
第二章 有机化学实验的基本原理和基本操作	318
一、塞子的配置、打孔和简单玻璃工操作	318
(一) 塞子的配置和打孔	318
(二) 简单玻璃工操作	319

二、加热和冷却	321
(一) 加热	321
(二) 冷却	322
三、搅拌与搅拌器	323
四、干燥和干燥剂	324
(一) 液体有机化合物的干燥	324
(二) 固体有机化合物干燥	327
五、蒸馏和沸点测定	328
(一) 基本原理	328
(二) 蒸馏装置和安装	330
(三) 蒸馏操作	331
(四) 微量法沸点测定	332
六、简单分馏	333
(一) 分馏原理	333
(二) 简单分馏装置和操作方法	334
七、水蒸气蒸馏	334
(一) 基本原理	334
(二) 水蒸气蒸馏装置和操作	335
八、减压蒸馏	336
(一) 基本原理	336
(二) 减压蒸馏的装置	336
(三) 减压蒸馏操作	338
九、重结晶及过滤	340
(一) 基本原理	340
(二) 实验步骤及操作	340
十、萃取	344
(一) 基本原理	344
(二) 操作方法	345
十一、升华	348
(一) 基础原理	348
(二) 升华操作	348
十二、熔点测定及温度计校正	349
(一) 基本原理	349
(二) 熔点测定的方法	349
(三) 温度计的校正	352
十三、折光率的测定	353
(一) 折射率	353
(二) 阿贝折射仪的结构	354
(三) 阿贝折光仪的使用与保养	354

十四、比旋光度的测定	355
(一) 旋光仪的结构和基本原理	355
(二) 旋光仪的操作方法	356
十五、溶剂的基本知识	356
(一) 溶解现象	356
(二) 溶液浓度的表示方法	357
(三) 溶剂的分类	357
(四) 化学反应时溶剂的选择	358
十六、色谱分离技术简介	358
(一) 概述	358
(二) 基本类型色谱法的分离机制	359
(三) 分配系数与保留行为的关系	362
(四) 经典柱色谱法	363
(五) 气相色谱法	376
(六) 高效液相色谱法	378
十七、光谱分析简介	379
(一) 红外光谱	379
(二) 核磁共振氢谱	382
(三) 核磁共振碳谱	387
(四) 质谱	389

第二部分 实 验

第三章 基础性实验	395
实验一 蒸馏和沸点测定(常量法)	395
实验二 重结晶和过滤	395
实验三 熔点的测定	397
实验四 有机化合物的元素定性分析	398
实验五 旋光度的测定	400
实验六 从茶叶中提取咖啡因	402
第四章 有机化合物官能团的性质试验	404
实验七 烃及卤烃的性质	404
实验八 醇、酚、醚的性质	405
实验九 醛、酮的性质	408
实验十 羧酸及其衍生物的性质	410
实验十一 酰胺及脲的性质	412
实验十二 胺类的性质	413
实验十三 杂环化合物的性质	414
实验十四 糖类化合物的性质	416

实验十五 萜类和甾体的性质	417
第五章 有机合成反应及有机化合物的制备	419
一、卤化反应	419
实验十六 溴乙烷的制备	421
实验十七 正溴丁烷的制备	422
实验十八 溴苯的制备	424
二、硝化反应	425
实验十九 硝基苯的制备	427
实验二十 邻硝基苯酚和对硝基苯酚的制备	429
实验二十一 对硝基苯胺的制备	430
三、傅-克反应	432
实验二十二 苯乙酮的制备	436
实验二十三 二苯酮的制备	437
实验二十四 2,4-二羟基苯乙酮的制备	438
四、烃基化反应	440
实验二十五 苯乙醚的制备	440
实验二十六 4-苯基-2-丁酮和止咳酮的制备	442
实验二十七 亚苄基乙酰苯及其与溴的加成反应	443
五、酯化反应	444
实验二十八 乙酸丁酯的制备	449
实验二十九 肉桂酸乙酯的制备	450
六、酰化反应	451
实验三十 乙酰苯胺(退热冰)的制备	453
实验三十一 N-乙酰甘氨酸的制备	454
七、重氮化反应	455
实验三十二 对氯甲苯的制备	457
实验三十三 甲基红的制备	458
八、氧化反应	459
实验三十四 环己酮的制备	462
实验三十五 对硝基苯甲酸的制备	463
九、还原反应	463
实验三十六 苯胺的制备	467
实验三十七 冰片和异冰片的制备	468
十、催化氢化	469
实验三十八 氢化桂皮酸的制备	471
十一、康尼查罗(Cannizzaro)反应	473
实验三十九 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	473
十二、伯琴(Perkin)反应	474

实验四十 桂皮酸的制备	475
十三、酯缩合反应	476
实验四十一 乙酰乙酸乙酯的制备	477
十四、狄尔斯-阿尔德(Diels-Alder)反应	479
实验四十二 9,10-二氢蒽-9,10-乙内桥-11,12-二甲酸酐的制备	479
实验四十三 7-内氧桥-双环[2.2.1]-5-庚烯-2,3-二甲酸酐的制备	480
十五、相转移催化反应	480
实验四十四 <i>dl</i> -扁桃酸(α -羟基苯乙酸)的制备	487
EXPERIMENT 45 DEHYDRATION OF CYCLOHEXANOL	488
EXPERIMENT 46 SYNTHESIS OF 7,7-DICHLOROBICYCLO [4.1.0] HEPTANE	492
第六章 天然有效成分的提取、分离及鉴定	498
实验四十七 汉防己生物碱的提取、分离、鉴定及汉肌松的制备	498
实验四十八 虎杖中游离蒽醌的提取、分离及鉴定	502
实验四十九 芦丁的提取与鉴定	506
实验五十 香豆精类、皂苷类、强心苷类及鞣质类成分的鉴识反应	512
实验五十一 天然药物化学成分预试验	514
第七章 合成药物的制备	518
实验五十二 乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	518
实验五十三 对乙酰氨基酚(扑热息痛)的制备	519
实验五十四 贝诺酯的制备	519
实验五十五 苯巴比妥的制备	521
实验五十六 盐酸苯海索(安坦)的制备	522
实验五十七 氯霉素的制备	524
实验五十八 对氨基水杨酸钠的制备	528
实验五十九 维生素 K ₃ 的制备	529
实验六十 盐酸普鲁卡因的制备	530
实验六十一 诺氟沙星的制备	531
实验六十二 氢溴酸西酞普兰的制备	534
实验六十三 马来酸替加色罗的制备	536

第三部分 附 录

附录一 常用元素原子量表	539
附录二 化学试剂纯度的分级	539
附录三 常用有机溶剂的纯化	539
附录四 常用有机试剂的配制	543
附录五 常用试剂和辅助试剂	544
附录六 乙醇水溶液的浓度与密度	552

附录七 常用酸碱溶液的配制	553
附录八 常用酸碱溶液密度及百分比组成	553
附录九 常用有机溶剂沸点、密度表	557
附录十 水的蒸气压力表(0~100℃)	558
附录十一 常用试剂的恒沸混合物百分组成	558
附录十二 常用的干燥剂	559
附录十三 几种薄层的制备	560
附录十四 氧化铝和硅胶的活度测定	561
附录十五 磷酸氢二钠-柠檬酸缓冲液配制	562
附录十六 硼酸缓冲液	563
附录十七 各类成分的鉴别反应及试剂配制	563
附录十八 mmHg 和 kPa(千帕)换算表	569