

医学实验技术指导丛书

医学基础化学实验技术指导

主编 田秋霖 杨左海 袁 丁

湖北科学技术出版社

图书在版编目(C I P)数据

医学基础化学实验技术指导 / 田秋霖等主编. —武汉:
湖北科学技术出版社, 2006. 8
(医学实验技术指导丛书)
ISBN 7-5352-3613-8

I. 医... II. 田... III. 医用化学—化学实验
IV. R313-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2006)第058158号

医学基础化学实验技术指导

© 田秋霖 杨左海 袁 丁 主编

策 划: 熊木忠 武又文

封面设计: 王 梅

责任编辑: 武又文 熊木忠

责任校对: 蒋 静

出版发行: 湖北长江出版集团
湖北科学技术出版社

电话: 87679468

地 址: 武汉市雄楚大街 268 号湖北出版文化城 B 座 12-13 层 邮编: 430070

印 刷: 武汉武铁印刷厂

邮编: 430071

787 毫米×1092 毫米 16 开

7.75 印张

183 千字

2006 年 8 月第 1 版

2006 年 8 月第 1 次印刷

ISBN 7-5352-3613-8/R·865

定价: 15.00 元

本书如有印装质量问题 可找承印厂更换

《医学实验技术指导丛书》编委会名单

主 编 樊明文

副主编 武汉生 蒋明森

编 委 (以姓氏笔画为序)

万 瑜 田秋霖 付承英 刘先洲

杨孟祥 汪 晖 宋文剑 路 平

欧阳静萍 孟运莲

《医学基础化学实验技术指导》编委名单

主 编 田秋霖 杨左海 袁 丁

编 者（以姓氏笔画为序）

田秋霖 田恒丹 杨左海

肖方祥 吴卫兵 秦 旅

谢 音

前 言

为适应厚基础、高素质、强能力人才培养模式的需要,提高医科学生基本实验技能和综合素质,咸宁学院、三峡大学和武汉大学三校的医学化学教学人员,在吸取了已出版使用过的实验教材内容的基础上,编写出版了这本《医学基础化学实验技术指导》,供医学类各专业的学生使用。

针对目前医学课程设置调整及医学化学学时减少的情况,本书注重培养学生的基本操作技能,加强了基本操作技能训练的内容,删减了印证性实验内容。注意理论与实际的联系,使理论知识通过实验得到进一步巩固、扩大和深化。

本书共分三个部分。第一部分介绍了与实验有关的基本知识和技术,包括实验规则、安全教育、常用仪器介绍、实验数据处理、测定仪器的基本原理和构造、正确的使用方法、操作要点等,突出强调操作的规范性;第二部分为实验内容,根据科学性、先进性和实用性的原则选编了比较成熟的、基本技能训练效果比较好又切合课程基本要求的实验 22 个,供各校根据自己的特点和条件选用。为了引导学生开拓思路、综合分析,本书在实验中安排了一个可进行方案设计的实验和一个化学生物学方面的实验及一个英文参考实验。每个实验后留有思考讨论题;第三部分为附录,为便于实验预备室的工作,附录写有实验预备室常需查用的资料、药品、试剂的配制方法。全书采用中华人民共和国法定计量单位。

参加本书编写的有咸宁学院杨左海(第一部分 3;第二部分实验 1、3、7、21);三峡大学袁丁(第一部分 6.4;第二部分实验 8、10),肖方祥(第二部分实验 2、5、20);武汉大学田秋霖(第一部分 1、5、6;第二部分实验 9、11、15 及附录),秦旅(第二部分实验 4、19),谢音(第一部分 2、4;第二部分实验 6、12、13),吴卫兵(第二部分实验 17、18、22),田恒丹(第二部分实验 14、16)。

由于编者水平有限,书中错误和不妥之处在所难免,恳请批评指正。

目 录

第一部分 基础知识

1. 实验规则	(1)
2. 基本操作	(3)
3. 实验误差与数据处理	(12)
4. 称量	(16)
5. 滴定分析仪器及其基本操作	(22)
6. 几种仪器的使用方法	(27)

第二部分 实 验

实验 1 硫酸亚铁铵的制备	(39)
实验 2 凝固点降低法测定分子量	(42)
实验 3 渗透现象和溶液渗透压力的测定	(45)
实验 4 缓冲溶液的配制和性质	(48)
实验 5 同离子效应与溶度积原理	(53)
实验 6 醋酸离解度与离解常数的测定	(56)
实验 7 化学反应速率与活化能的测定	(58)
实验 8 配合物的生成和性质	(62)
实验 9 配合物的组成与稳定常数的测定	(66)
实验 10 氧化还原反应与电极电位的比较	(69)
实验 11 吸光光度法测定水样中铁含量	(73)
实验 12 溶胶的制备、净化与性质	(76)
实验 13 氟离子选择电极测定水中氟的含量	(80)
实验 14 葡萄糖酸锌的制备	(83)
实验 15 金属锌离子与牛血清白蛋白的相互作用	(85)
实验 16 分析天平称量练习	(87)
实验 17 酸碱标准溶液的配制、浓度的比较和标定	(89)
实验 18 食醋中醋酸含量的测定及小苏打片中碳酸氢钠含量的测定	(92)
实验 19 阿司匹林片剂中乙酰水杨酸含量的测定	(95)
实验 20 高锰酸钾法测定双氧水中 H_2O_2 的含量	(98)
实验 21 生活用水总硬度的测定(螯合滴定法)	(101)
实验 22 果品总酸度的测定	(104)
Experiment 1 Spectrophotometric Analysis of Aspirin	(106)

第三部分 附 录

附录 1	原子量表	(108)
附录 2	部分无机物在水中的溶解度	(109)
附录 3	常用酸、碱溶液的密度和浓度	(110)
附录 4	常用 H_2PO_4^- 和 Tris 组成的缓冲溶液(25)	(111)
附录 5	常用指示剂的配制	(112)
附录 6	常用基准物质的干燥条件及应用	(113)
附录 7	一些难溶化合物的溶度积(25)	(114)

第一部分 基础知识

1. 实验规则

医学基础化学实验是医学化学教学的重要环节,亦是医学后续课程的基础知识和基本技能。通过实验观察,认识和理解化学反应事实,验证和巩固基础化学的基本理论;掌握实验的基本操作和基本技能;了解实验设计的基本原则,熟悉、正确观察现象,处理数据和报告实验结果,培养学生的独立分析、独立思维和独立工作的能力;培养学生严肃的科学态度、严格的方法和严谨的工作作风。这些能力的培养是学生今后工作和科学研究的基础。这就要求同学们不仅对实验课予以高度重视,而且要具备正确的学习态度和学习方法,并且要创造良好的实验环境。

1.1 实验室守则

- (1)遵守学习纪律和规章制度。实验期间不得借故外出或迟到、早退,尊重教师的指导。
- (2)实验过程中要保持安静,不得进行任何与实验无关的活动。
- (3)爱护仪器、设备,节约水、电、药品。凡损坏或丢失仪器,必须及时报告教师,按有关规定处理。
- (4)各组的实验仪器和药品,由本组使用,不得在别组挪用或调换,以免引起混乱。
- (5)实验过程中要仔细观察实验现象,如实记录。认真思考和分析问题,根据实验结果写出实验报告。
- (6)随时保持实验工作台面的整洁。火柴棒、用过的纸片等废品应丢入废物缸(或桶)内,严禁扔入水槽或水池内。养成良好的工作习惯。
- (7)实验完毕,应认真清洗仪器,整理好药品试剂,做好实验室的清洁。关好水、电、门、窗。
- (8)严禁将实验室的任何物品带出实验室外。

1.2 实验室安全守则

- (1)浓酸和浓碱具有很强的腐蚀性,切勿溅落在皮肤或衣物上,尤其注意不要溅入眼内。
- (2)使用易燃的有机溶剂(乙醇、乙醚、苯、丙酮等)一定要远离火源,用后一定要将瓶盖盖紧,放在阴凉的地方。
- (3)制备具有刺激性、恶臭、有毒的气体(H_2S 、 Cl_2 、 CO 、 SO_2 、 Br_2 等)或能够产生这些气体的反应以及加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸时,应在通风橱内进行。
- (4)有毒的可溶性钡盐、镉盐、铅盐、砷和铬(VI)的化合物,特别是氰化物,不得进入口中或接触伤口,其废液不能倒入下水道,应统一回收、处理。
- (5)汞易挥发,吸入体内因积累会引起慢性中毒,所以应保持在水中。一旦洒落,应尽可能地回收或用硫磺粉覆盖,使其反应生成不挥发的硫化汞。
- (6)加热试管时,试管口不能对着自己或他人,也不能俯视正在加热的液体或正在反应的

容器。

(7)使用电学、光学仪器,必须在教师的指导下操作,掌握使用方法和注意事项后,方能独立使用。用后必须整理还原。

(8)使用酒精灯,应随用随点。绝对不能用已点燃的酒精灯去点燃另一盏酒精灯。不用时立即盖上灯罩,切不要吹熄。

(9)发果发生意外事故,应立即报告教师,及时采取相应措施。

(10)实验结束后,值日生应负责进行全面检查后方能离开实验室。

1.3 预习、实验及报告

1.3.1 实验前的预习

预习是做好实验的前提和保证。为了避免盲目性,获得良好的实验效果,在进行实验之前必须认真阅读实验教材,并要求做到:

(1)明确实验的目的和要求,了解实验方法。

(2)熟悉实验原理,了解实验步骤,认真阅读操作技术和有关仪器的使用方法。

(3)了解实验注意事项,并且写出预习报告。预习报告是进行实验的依据,它应包括简要的实验步骤、操作要点、实验的条件和实验中应该注意的事项。

1.3.2 实验

实验是培养学生实验操作能力、观察思维能力、分析和解决实际问题的能力以及严谨的科学态度、良好的科学素质的重要环节。学生必须严肃、认真、独立地完成所要求的全部实验内容。

(1)实验时要严格遵守实验规则,注意实验安全,服从教师的指导。

(2)按预习中所拟定的实验步骤,严格实验条件,认真独立操作,仔细观察现象,边实验、边思考、边记录。

(3)现象和数据(按有效数字)如实准确地记录在预习报告上,不得随意涂改。

(4)注意分析实验中出现的各种问题,遇到疑难问题或异常现象,应及时请教教师。

(5)注意学习和掌握实验基本操作和有关仪器的使用方法。

1.3.3 实验报告

实验报告是实验的总结,它反映了学生的实验水平,所以必须独立地认真完成。实验报告应简明扼要、书写整齐、结果真实、结论明确。

实验报告一般分为三个部分完成:

(1)预习部分 在实验之前完成。按实验目的、简单原理、扼要的实验步骤,应用自己的语言归纳(不要照抄教材内容),尽量采用简单的方框图、化学式、表格、符号等表示。

(2)记录部分 在实验进行中完成。它包括实验现象、测定数据等,统称为原始记录。现象记录要正确、全面,原始记录要完整、准确、不允许追记,更不能弄虚作假。

(3)结论部分 在实验之后完成。对观察得到的现象进行分析、解释,作出正确的结论,并写出相应的反应方程式;对于原始数据要按数据处理的要求进行处理,最后分析实验误差产生的原因。

2. 基本操作

2.1 常用仪器简介(表 2—1,图 2—1)

表 2—1 常用仪器表

名称	规格	用途	注意事项
试管	外径×管长(mm):有 10×100、15×150	作反应容器和收集少量气体用	可直接加热至高温,但不能骤冷
离心试管	容量(mL):有 5、10……	用于沉淀分离	不可直接在火上加热
试管架	分木质和铝质,有不同的形状和大小	承放试管	
试管夹	分木质和铁质	加热时夹持试管	
毛 刷	分长、短、粗、细	洗刷玻璃仪器	小心刷子顶端铁丝戳破玻璃仪器
烧 杯	容量 (mL): 有 50、100、250、500……	作反应容器和配制溶液用	加热时应放在石棉网上,注意不要烧干
量 筒	容量 (mL): 有 5、10、25、50、100……	量取一定体积的液体	不可量热溶液,不作反应容器
滴 瓶 细口瓶 广口瓶	容量(mL):有 15、30……,分棕、无色两种	盛放试剂 滴瓶盛放少量液体试剂;细口瓶即试剂瓶,盛放液体试剂;广口瓶盛放固体试剂;棕色瓶盛放见光易分解的试剂	使用滴瓶时,滴管吸液不能太满,也不能倒置,盛放碱液时,应改用胶塞,以免瓶塞腐蚀粘牢
滴 管	短管、长管	吸取或滴加少量试剂; 吸取沉淀上层清液以分离沉淀	滴加试剂时,滴管应保持垂直,切忌倒置; 管尖不可接触容器内壁
药 勺	牛角质、塑料质、不锈钢质	取用固体试剂	必须保持干净,且不能取灼热药品
称量瓶	容量(mL): 高型有:10、20、25…… 矮型有:5、10、15、30……	高型用于准确称取一定量固体试剂;矮型用作测定水分或在烘箱中烘干基准物	瓶和盖必须配套,不能弄乱; 烘烤时,不可盖紧磨口塞
锥形瓶	容量(mL):有 50、200、250……	作反应容器,常用于滴定操作	不可直接在火上加热

名称	规格	用途	注意事项
洗 瓶	塑料质,以容量(mL)表示	装蒸馏水,用于洗涤沉淀或容器;滴定分析中,吹洗锥形瓶内壁	装蒸馏水时,瓶盖不能乱放
表面皿	直径(mm):有 45、60……	盖在烧杯或蒸发皿上	不能用火直接加热
蒸发皿	上口直径(mm):有 30、40、50、60、80、95…… 容量(mL):有 100、125	蒸发液体	能耐高温,但不宜骤冷
石棉网	用铁丝编成,中间涂有石棉;有大小之分	不能用火直接加热时用,使受热均匀	不能与水接触,不可卷折
研 钵	有瓷、玻璃、玛瑙等质,以口径大小表示	研磨固体或固体物质混合时用	不作反应容器,只能研磨,不能敲击
三角架	铁制,有大小、高低之分	放置加热容器	
泥三角	用铁丝弯成,套有瓷管,有大小之分	灼热坩锅	不能摔落,铁丝断裂的不能用
铁夹 铁环 铁架		固定、放置反应容器;铁环可代替漏斗架	防止铁锈落于容器中
漏斗	直径(mm):有 30、40、60、100…… 分长颈、短颈	长颈用于定量分析,过滤沉淀,短颈作一般过滤和倾注液体	过滤时,漏斗颈尖端必须紧靠承接滤液的容器内壁
点滴板	瓷质、有黑、白两种	用于点滴反应	白色沉淀用黑板,有色沉淀用白色板
干燥器	以外径(mm)大小表示,分普通和真空两种	内放干燥剂,保持物品干燥	防止盖子滑动而打碎;热的物品待稍冷后再放入
吸滤瓶	容量(mL):有 500、1 000……	减压过滤用	
布氏漏斗	以直径(mm)表示:有 50、100、200……	减压过滤用	滤纸要略小于漏斗的内径
水 泵		减压	先开水泵后过滤,过滤完毕,应先分离水泵与吸滤瓶连接处,后关水泵



图 2-1 实验室常用仪器

2.2 常用玻璃仪器的洗涤与干燥

2.2.1 洗涤

玻璃仪器是否干净,直接影响着实验结果的准确性,必须洗涤。

洗涤仪器的方法很多,主要根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度来选用。附在仪器上的污物,一般为尘土和其他不溶性物、可溶性物、油污和其他有机物。针对这些情况,可分别

采用下列洗涤方法。

(1)水刷洗 借助毛刷用水刷洗,可除去仪器的灰尘、可溶性物质和其他不溶性物质。刷洗时应注意,不能用力过猛,或用秃顶的毛刷刷洗,否则会戳破仪器。此法洗不掉油污和有机物。

(2)去污粉、肥皂或合成洗涤剂刷洗 首先将要洗的仪器用水湿润,然后在湿润的仪器上洒上少许去污粉或合成洗涤剂,再用毛刷刷洗,洗后用自来水冲去仪器内、外的去污粉或洗涤剂,最后,再用少量蒸馏水冲洗 3 次,以洗去自来水中带来的钙、镁、铁、氯等离子。若油垢和有机物仍洗不干净,可再用热碱液洗。但因摩擦将有害于玻璃,所以对于一定容量的仪器,如:容量瓶、移液管、吸量管、滴定管等不可用它来刷洗。

(3)铬酸洗液洗涤 进行精确的定量实验时,或遇到一些小的、管细的仪器很难用前述方法刷洗时,必须用铬酸洗液洗。洗涤时,尽量去掉仪器内的水,加入少量洗液,使仪器倾斜并慢慢转动,让洗液全部湿润内壁。洗液在仪器内壁流动几次后再将洗液倒回原瓶内,然后用自来水将仪器上的残留洗液冲洗干净,最后用少量蒸馏水冲洗 3 次。洗液可反复使用,直至变为绿色溶液为止。

铬酸洗液配制方法:在台秤上称取研细的重铬酸钾(又称红矾钾)5 克置于 250mL 烧杯内加水 20mL,加热使其溶解,冷却后,再慢慢加入 80mL 浓硫酸(边搅边加!)配好的洗液应为深褐色,贮于磨口塞瓶中,密塞备用。且要防止被水稀释。

2.2.2 干燥

洗净的仪器如需干燥,可以采取以下方法:

(1)晾干 不急用的、要求一般干燥的仪器,可将洗净后的仪器倒置在干净的实验柜内或仪器架上,任其自然晾干。

(2)烘干 洗净的仪器亦可放在电烘箱内烘干,温度控制在 105℃左右。烘前应尽量把水倒干,玻璃塞应从仪器上取下来放在一旁烘,以免烘干后易卡住而取不下来。

(3)烤干 烧杯、蒸发皿可以放在石棉网上用小火烤干;试管可直接在酒精灯的火焰上烤干。但试管口应稍向下倾斜,从底部烤起,无水珠时再把试管口向上,以便把水汽赶净。

(4)吹干 急用干燥的仪器或不能用烘干方法干燥的仪器可以吹干。方法是先倒出水分,再用电风吹干,先冷风吹 12 分钟,再热风吹至干燥,最后再冷风吹干。

2.3 干燥器的使用

普通干燥器结构如图 2-2(A)。上面是一个磨口边的盖子(边上涂有凡士林);器内的底部放有无水氯化钙、变色硅胶、浓硫酸等干燥剂;干燥剂的上面放一个带孔的圆形瓷盘,以存放需干燥或保持干燥的物品。

干燥器是保持物品干燥的仪器,所以凡已干燥但又易吸水或需长时间保持干燥的固体都应放在干燥器内保存。

打开干燥器时,不应把盖子往上提,而应将一只手扶住干燥器,另一只手从相对的水平方向小心移动盖子即可打开,如图 2-2(B),并将其斜靠在干燥器旁,谨防滑动。取出物品后,按同样方法盖严,使盖子磨口边与干燥器吻合。搬动干燥器时,必须用两手的大拇指按住盖子,以防滑落而打碎。

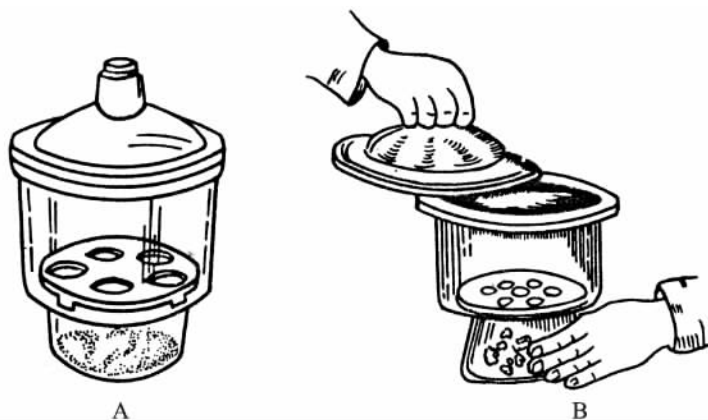


图 2-2 干燥器(A)及其使用(B)

长期存放物品或在冬天,磨口上的凡士林可能因凝固而难以打开,可以用热湿的毛巾温热一下或用电吹风热风吹干燥器的边缘,使凡士林溶化后再打开盖。

2.4 试剂及其取用

2.4.1 化学试剂的规格

关于化学试剂规格的划分,各国不一致。我国常用试剂等级的划分参阅表 2-2。

表 2-2 常用试剂表

国家标准	优(质)级纯 (保证试剂) G. R	分析纯 A. R	化学纯 C. P	实验试剂 L. R
等级	一级品(I)	二级品(II)	三级品(III)	四级品(IV)
标志	绿色标签	红色标签	蓝色标签	黄色标签
用途	精密的分析工作和科研工作	一般的分析工作和科研工作	厂矿的日常控制分析和教学实验	实验中的辅助试剂和制备原料

除上述 4 个等级外,还根据特殊需要而定出相应的纯度规格,如供光谱分析用的光谱纯,供核试验及其分析用的核纯等。

对于不同的试剂,各种规格要求的标准不同。但总的说来,优级纯试剂杂质含量最低,实验试剂杂质含量较高。应根据实际实验的需要,选用适当等级的试剂,既满足实验要求,又符合节约原则。

2.4.2 试剂的取用

(1)固体试剂的取用 要用清洁、干燥的药勺取用。药勺最好专勺专用,否则必须擦试干净后方可取另一种药品;多取的药品不能倒回原瓶,可放在指定的容器中供他人使用。一般的固体试剂可放在干燥的纸上称量,具有腐蚀性或易潮解的固体应放在表面皿或玻璃容器内称量,固体颗粒较大时,可在清洁干燥的研钵中研碎;有毒药品要在教师指导下取用;往试管中加入固体试剂时,应用药勺或干净的对折纸片装上后伸进试管约 $2/3$ 处;加入块状固体时,应将

试管倾斜,使其沿管壁慢慢滑下,以免碰破管底。

(2)液体试剂的取用

①从试剂瓶中取出液体试剂,用倾注法。取下瓶盖仰放桌面,手握住试剂瓶上贴标签的一面,倾斜瓶子,让试剂慢慢倒出,沿着洁净的试管壁流入试管或沿洁净的玻璃棒注入烧杯中。然后将试剂瓶边缘在容器壁上靠一下,再加盖放回原处,如图 2-3。

②从滴瓶中取用液体试剂,要用滴瓶中的滴管。使用时,提出滴管,使管口离开液面,用手指紧捏滴管上部橡皮奶头,赶出空气,然后伸入滴瓶中,放开手指,吸入试剂;若用滴管从试剂瓶中取少量试剂,则需用附置于试剂瓶旁的专用滴管取用。将试剂滴入试管中时,必须将它悬空地放在靠近试管口的上方,然后挤捏橡皮奶头,使试剂滴入管中。不得将滴管伸入试管中,如图 2-4。

③定量取用液体试剂时,用量筒或移液管。多取的试剂不能倒回原瓶。

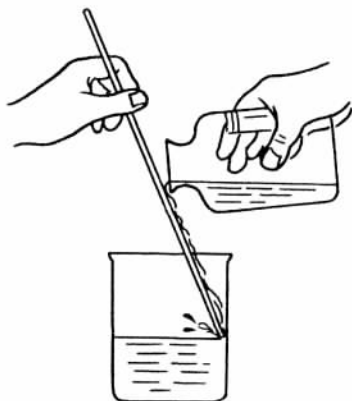


图 2-3 从试剂瓶中取液体试剂

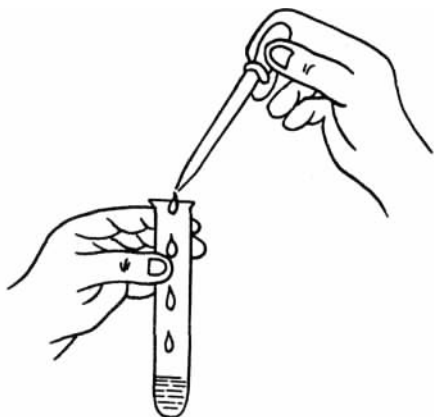


图 2-4 用滴管取用试剂及加入试管中

2.5 加热

2.5.1 常用加热仪器

(1)酒精灯 酒精灯一般是玻璃制的。由灯帽、灯芯、灯壶三部分组成。其火焰温度通常可达 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$,外焰最高,内焰次之,焰心最低。酒精灯用于温度不需太高的实验。点燃时,切勿用点燃的酒精灯直接点火;添加酒精时,必须将火焰熄灭,且加入的量不能超过灯容量的 $\frac{2}{3}$,熄灭酒精灯时必须用灯罩罩熄,切勿用嘴去吹。

(2)电炉 电炉是一种用电热丝将电能转化为热能的装置。其温度高低可通过调节电阻来控制。使用时,容器和电炉之间要隔石棉网,以使受热均匀。

(3)电热恒温水浴锅 电热恒温水浴锅有两孔、四孔、六孔等不同规格。其构造分内外两层。内层用铝板制成,外壳用薄板制成,表面烤漆覆盖;槽底安装铜管,内装电炉丝用瓷接线柱联通双股导线至控制器;控制器表面有电源开关、调温旋钮和指示灯;水浴锅左下侧有放水阀门,后上侧可插温度计,外形如图 2-5。水浴锅恒温范围为 $37\sim 100^{\circ}\text{C}$,电源电压为 220 伏,用作蒸发和恒温加热。使用时,

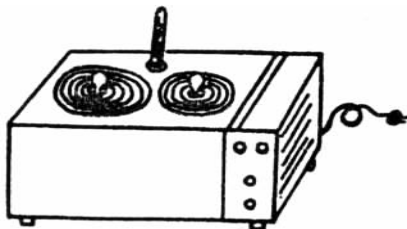


图 2-5 电热恒温水浴锅

切记水位一定不得低于电热管,否则将立即烧坏电热管。注意防潮,且随时检查水浴锅是否有渗漏现象。使用方法见各仪器说明书。

2.5.2 几种加热方法

(1)直接加热 在较高温下不分解的溶液或纯液体可装在烧杯、烧瓶中放在石棉网上直接加热。

(2)水浴加热 当被加热物要求受热均匀,而温度又不能超过 100°C 时,用水浴加热。加热温度在 90°C 以下时,可将盛物容器部分浸在水浴中。

(3)油浴、砂浴加热 若需加热在 100°C 以上至 250°C 以下的温度,可用油浴;若需加热到更高温度时可用砂浴。

2.6 溶解与结晶

2.6.1 固体的溶解

物质的溶解可在烧杯、烧瓶或试管中进行。若固体颗粒较大时,必须先在洁净、干燥的研钵中,小心研碎,再进行溶解。为了加速溶解,可适当加热。

2.6.2 结晶

当溶液蒸发到一定浓度时,若将溶液冷却则有晶体析出。较浓的热溶液迅速冷却或加以搅动,析出的晶体就细小,纯度高。较稀的热溶液慢慢冷却或静置,析出的晶体颗粒就较大,但纯度不高。当第一次得到的晶体纯度不合要求时,可进行重结晶。

2.7 溶液与沉淀的分离

溶液与沉淀的分离方法有 3 种,倾析法、过滤法、离心分离法。

2.7.1 倾析法

当沉淀的比重较大或结晶颗粒较大,静置后能较快沉降至容器底部时,就可用倾析法进行沉淀的分离或洗涤。方法是把沉淀上部的清液沿玻璃棒小心倾入另一容器内,如图 2—6,然后往盛沉淀的容器内加入少量洗涤剂,进行充分搅拌后,让沉淀下沉,倾去洗涤剂。重复操作 3 次即可将沉淀洗净。



图 2—6 倾析法过滤

2.7.2 过滤法

常用的过滤法有下列几种:

(1)常压过滤 先把一圆形或方形滤纸对折两次成扇形,展后呈圆锥形,如图 2—7。使与漏斗密合,若不密合应适当改变滤纸折成的角度。然后用少量蒸馏水润湿滤纸。采取倾析法,先将上层清液小心沿玻璃棒靠在滤纸层多的一边慢慢倒入漏斗内(不超过滤纸的 $2/3$)。转移完后,用少量洗液洗沉淀且充分搅拌、沉降。如此反复 3 次以上,把沉淀转入滤纸上,最后再把盛沉淀的容器洗 3 次,每次均转移到漏斗中去。为提高洗涤效率,应采取少量多次的原则。

(2)减压过滤(抽吸或抽气过滤) 过滤装置是由吸滤瓶、布氏漏斗、安全瓶和抽气泵(水泵)4 个部分组成,如图 2—8 所示。布氏漏斗是带有许多小孔的瓷漏斗,要安装在橡皮塞上,橡皮塞塞进吸滤瓶的部分一般不超过橡皮塞高度的 $1/2$;安全瓶安装在吸滤瓶和水泵之间,为防止由于水泵产生溢液而被吸入吸滤瓶中,其长管接水泵,短管接吸滤瓶;布氏漏斗的颈口与吸滤瓶的支管相对,便于吸滤。过滤时,先稍开水泵装置,使滤纸紧贴漏斗上,然后采取倾析法

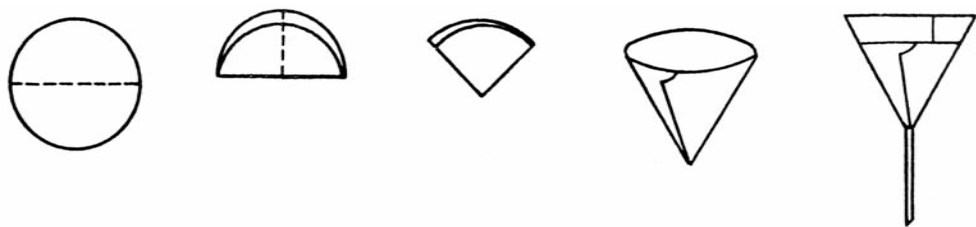


图 2-7 滤纸的折叠

将溶液转入漏斗中,再将沉淀转移到滤纸中间,每次加入量不超过漏斗容量的 $\frac{2}{3}$,开大抽空量抽吸,并用玻棒将沉淀铺平,继续抽吸至比较干燥;洗涤沉淀时,应先拔掉与吸滤瓶相连的橡皮管,然后停止水泵,加入洗涤剂,接上减压装置,先稍开,最后大开,尽量吸干。重复操作,直至符合要求。抽滤完后,一定要先拔掉吸滤瓶支管上的橡皮管,再关水泵。

(3)热过滤 如果溶液受到冷却而又不希望这些溶质留在滤纸上,就需要进行热过滤。过滤时,把玻璃漏斗放在铜制的热漏斗内,并不断加热,使液体保持一定的温度,如图 2-9。热过滤时,应选用短颈玻璃漏斗。过滤少量溶液时,亦可将漏斗放在水浴上或烘箱中加热,然后立即使用。

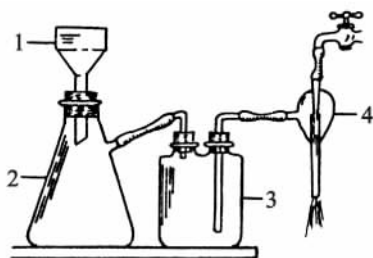


图 2-8 减压过滤装置

1. 布氏漏斗 2. 吸滤瓶 3. 安全瓶 4. 水泵

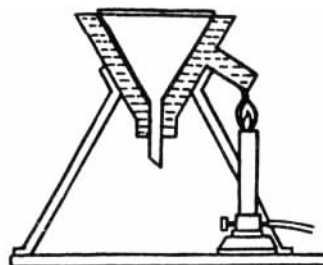


图 2-9 热过滤漏斗

2.7.3 离心分离法

不能用一般的过滤法分离沉淀时,可采取离心分离法。此法常用的仪器是电动离心机,如图 2-10。其操作是将盛有沉淀和溶液的离心管放入离心机的试管套内,为保持平衡,在与此对称的另一试管套内也放一支盛有等体积水的离心管,盖上离心机盖子,将离心机变速器放置至最低档开动,再逐渐加速,运转 12 分钟关闭离心机,让其自然停止。任何情况下都不允许用高速档起动和强制停止。离心沉降后,取出离心管,用一干净吸管小心吸出清液,用 23 倍于沉淀量洗涤液洗涤沉淀,充分摇动,再进行离心分离。如此操作 23 次。

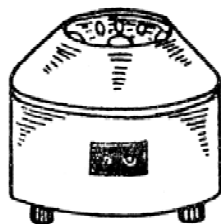


图 2-10 电动离心机

2.8 试纸的使用

实验室常用的试纸有:pH 试纸,醋酸铝试纸,淀粉-碘化钾试纸。这里仅介绍 pH 试纸。

pH 试纸用于检验溶液 pH 值,一般有两类:一类是广泛 pH 试纸,变色范围在 $\text{pH}=114$;