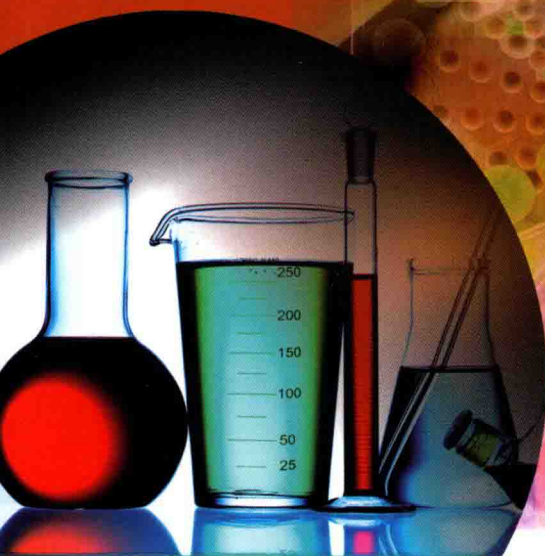




中国科学院教材建设专家委员会规划教材
全国高等医药院校规划教材

医用化学实验

马丽英 付彩霞 主编



科学出版社

中国科学院教材建设专家委员会规划教材

全国高等医药院校规划教材

医用化学实验

主 编 马丽英 付彩霞

副主编 黄玉玲 王 雷 赵红艳 胡 威 荣先国

编 委 (以姓氏笔画为序)

马丽英 王 雷 王晓艳 付彩霞 刘为忠

李 凤 李嘉霖 张怀斌 赵红艳 荣先国

胡 威 姜吉刚 高宗华 黄玉玲 董秀丽

魏光成

科 学 出 版 社

北 京

· 版权所有 侵权必究 ·

举报电话: 010-64030229; 010-64034315; 13501151303 (打假办)

内 容 简 介

医用化学实验是医用化学的重要组成部分,为满足应用型创新型人才的培养要求,本书将传统的无机化学、分析化学、物理化学和有机化学实验融合为医用化学实验,选材上立足实用性和系统性,编排上由浅到深、由简单到综合,实验内容上贯穿一条主线:物质的制备合成、分离提纯和定性定量分析。教材注重化学知识在医学实践中的应用,不仅能使学生对医用化学知识技能有一个完整的认识,而且使学生在基本实验能力、综合应用能力和科研创新能力等方面得到充分的训练。全书分为七个部分:化学实验基础知识、原理与性质、物理常数测定及模型作业、定量分析技术、分离与提纯、物质的制备与合成、设计性实验。附录提供了一些常用数据资料,以供查阅。

本书适用于高等医药院校及综合性大学的临床医学、全科医学、医学影像学、麻醉学、预防医学、口腔医学、护理学、中医学、眼视光学等专业学生使用,亦可供相近专业的学生选用,并可供教师参考。

图书在版编目(CIP)数据

医用化学实验 / 马丽英, 付彩霞主编, —北京: 科学出版社, 2015.8
中国科学院教材建设专家委员会规划教材·全国高等医药院校规划教材
ISBN 987-7-03-045348-8

I. ①医… II. ①马… ②付… III. ①医用化学—化学实验—医学院校—教材 IV. ①R313-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 185964 号

责任编辑: 胡治国 王 超 / 责任校对: 彭 涛
责任印制: 肖 兴 / 封面设计: 陈 敬

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

三河市骏志印刷有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2015 年 8 月第 一 版 开本: 787×1092 1/16

2015 年 8 月第一次印刷 印张: 8 1/2

字数: 183 000

定价: 26.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

前 言

医用化学实验是医用化学的重要组成部分,其任务不仅仅是培养学生掌握扎实的基础知识、规范的实验操作,更重要的是培养学生严谨求实的科学态度,提高学生的创新能力和科学思维能力。为满足应用型创新型人才的培养目标要求,我们将传统的无机化学、分析化学、物理化学和有机化学实验融合为医用化学实验,在选材上立足实用性和系统性,编排上由浅到深、由简单到综合,实验内容上贯穿一条主线:物质的制备合成、分离提纯及定性定量分析。教材注重化学知识在医学实践中的应用,不仅能使学生对化学知识技能有一个完整的认识,而且使学生在基本实验能力、综合应用能力和科研创新能力等方面得到系统的训练。

全书分为七个部分,第一部分:化学实验基础知识,包括常规仪器使用、化学实验基本操作、实验记录与数据处理等;第二部分:原理与性质,包括酸碱反应、沉淀反应、氧化还原反应和配位反应的基本规律以及生物体内常见物质的性质及鉴定;第三部分:物理常数测定及模型作业,包括摩尔质量、解离平衡常数、稳定常数、熔点、沸点、折射率、旋光度等;第四部分:定量分析,包括滴定分析和分光光度分析;第五部分:分离与提纯,包括蒸馏、升华、重结晶、萃取、色谱、电泳等分离技术;第六部分:物质的制备与合成;第七部分:设计性实验,选编了几个具有代表性且比较成熟的研究设计性实验。附录提供了一些常用数据资料,以供查阅。

参加本书编写工作的有滨州医学院马丽英、付彩霞、黄玉玲、王雷、赵红艳、胡威、王晓艳、刘为忠、张怀斌、李凤、李嘉霖、高宗华、姜吉刚、荣先国、董秀丽、魏光成。教材编写过程中参考和引用了兄弟院校的教材和正式出版的书刊中的部分内容,在此向有关作者和出版社表示感谢。

本书适用于高等医药院校临床医学、全科医学、医学影像学、麻醉学、预防医学、口腔医学、护理学、中医学、眼视光学等专业学生使用,也可用于其他相关专业的师生教学或科研工作参考。

限于编者水平,本书难免有不当之处,敬请专家、同行及使用本书的同学们提出宝贵意见,以便改进和完善。

马丽英

2015年5月

目 录

前言

第一部分	化学实验基础知识	1
第二部分	原理与性质	25
实验一	电解质溶液的性质	25
实验二	缓冲溶液的配制与性质	28
实验三	胶体的性质	30
实验四	氧化还原反应与电极电位	32
实验五	配位化合物的性质	35
实验六	部分无机离子的性质	38
实验七	部分有机化合物的性质	43
第三部分	物理常数测定及模型作业	50
实验八	镁原子量的测定	50
实验九	凝固点降低法测定葡萄糖的分子量	52
实验十	蔗糖水解反应速率常数的测定	54
实验十一	乙酸解离平衡常数的测定	57
实验十二	电导率法测定难溶电解质的溶度积	59
实验十三	配位化合物的组成和稳定常数的测定	60
实验十四	熔点、沸点的测定	63
实验十五	折射率与旋光度的测定	65
实验十六	分子结构模型作业	67
第四部分	定量分析	71
实验十七	药用氧化锌的测定	71
实验十八	阿司匹林中乙酰水杨酸的含量测定	72
实验十九	药用硫酸亚铁的测定	74
实验二十	维生素 C 含量的测定	77
实验二十一	葡萄糖含量的测定	79
实验二十二	水的总硬度测定	80
实验二十三	自来水中氟含量的测定	82
实验二十四	分光光度法测定自来水中铁的含量	84
第五部分	分离与提纯	87
实验二十五	粗食盐的精制	87

实验二十六 常压蒸馏	89
实验二十七 减压蒸馏	91
实验二十八 纸色谱	92
实验二十九 柱色谱	94
实验三十 薄层色谱	96
实验三十一 纸上电泳	98
实验三十二 茶叶中咖啡碱的提取及分离	99
实验三十三 花生油的提取	101
实验三十四 蛋黄中卵磷脂的提取与鉴定	103
第六部分 物质的制备与合成	105
实验三十五 葡萄糖酸锌的制备	105
实验三十六 硫酸亚铁铵的制备	106
实验三十七 乙酸乙酯的制备	108
实验三十八 乙酰水杨酸的制备	110
实验三十九 双酚 A 的制备	112
实验四十 肉桂酸的制备	114
实验四十一 甲基橙的制备	115
实验四十二 肥皂的制备	117
第七部分 设计性实验	119
实验四十三 食醋中总酸度的测定	119
实验四十四 混合碱的测定	120
实验四十五 食盐中碘的测定	120
实验四十六 肉制品中亚硝酸盐的含量测定	121
实验四十七 新鲜蔬菜中胡萝卜素的提取分离及鉴定	122
实验四十八 黄连中盐酸小檗碱的提取分离与鉴定	122
实验四十九 未知无机化合物的鉴定	123
实验五十 未知有机化合物的鉴定	124
参考文献	126
附录	127

第一部分 化学实验基础知识

一、化学实验常识

(一) 化学实验的目的和要求

医用化学实验是化学教学的重要组成部分,通过实验教学,不仅使学生进一步理解医用化学的基本理论和基本原理,掌握本专业所需的基本化学操作技能,更重要的是培养学生综合分析问题和解决问题的能力,使学生在科学方法上得到初步的训练,养成认真仔细的科学态度和严谨求实的工作作风,进而培养学生独立进行科学实验的能力。

具体要求是:进一步理解和巩固化学反应的基本原理和各类物质的结构、性质及鉴别方法;熟悉摩尔质量、解离平衡常数、稳定常数、熔点、沸点、折光率、旋光度等常见物理常数的测定方法;了解基本的定量检测技术;掌握常压蒸馏、减压蒸馏、回流、过滤、重结晶、萃取、升华、色谱、电泳等分离技术;了解常见物质的合成制备、分离提取及鉴定方法。掌握常用滴定分析仪器如移液管、容量瓶、滴定管、锥形瓶的使用;学会电子天平、酸度计、分光光度计、电导率仪、旋光仪、折射仪等仪器的使用。在已具备基本实验技能的前提下,通过综合性、设计性实验全面了解药物制备的流程,掌握药物制备的相关实验原理和基本操作技术,为今后的学习和工作奠定基础。要达到上述目的,需要学生做到以下几点:

(1) 实验前应认真预习实验内容,明确实验目的、原理、用途和注意事项,熟悉实验的操作过程,安排好实验计划及各项准备工作。

(2) 进入实验室后,首先应检查仪器是否完好,使用时应小心谨慎,避免损坏。出现故障应及时报告。

(3) 实验过程中,要严格按照实验规程进行操作,不能随意改变操作方法和试剂用量。

(4) 实验中要认真操作,细心观察,如实准确地记录实验现象和实验数据。要勤于思考,善于发现和解决实验中出现的问題。

(5) 实验室要保持安静和清洁。不得在实验室中大声喧哗和随意走动。实验时要做到整洁有序,桌面、抽屉、水槽、地面、仪器等要保持干净,火柴梗、废纸等杂物应及时放入垃圾桶中,绝不能丢入水槽,以免堵塞下水道。

(6) 实验完成后,应将仪器洗涤干净,并按要求摆放整齐。课后要及时上交实验报告。

(7) 实验同学要轮流值日。值日生的职责是整理仪器,打扫实验室,检查水、电、煤气,关好门窗等。

(二) 化学实验室安全守则

化学实验需要使用各种试剂及仪器设备。不少试剂药品是易燃、易爆,或具有一定毒性的物质。不熟悉药品和仪器性能、违反操作规程和麻痹大意就可能发生中毒、火灾、爆

炸、触电、割伤或仪器设备损坏等事故。为预防事故发生和正确处理危险事故，应熟悉实验室安全的基本知识。

(1) 预习实验时，要了解所用仪器的性能和药品性质，对实验中可能出现的安全事故进行预测，制定出预防和处理事故的措施。

(2) 实验开始前应检查仪器是否完好无损，安装是否稳妥，装置是否漏气等。在确保安全的情况下方可进行实验。

(3) 实验进行时，不得擅自离开岗位，要注意观察实验的进展情况。

(4) 当进行可能发生危险的实验时，要根据实验情况采取必要的安全措施，如戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等。

(5) 使用易燃、易爆药品时，应远离火源。

(6) 实验试剂不得入口。严禁在实验室内吸烟或饮食，严禁把餐具带进实验室，更不能把实验器皿当作餐具。实验结束后要漱口、洗手。

(7) 要熟悉灭火器材、砂箱以及急救药箱等的放置地点和使用方法，并妥善保存。安全用具和急救药箱不准移作它用。

(8) 一旦发生事故，要及时报告指导教师，并在教师指导下进行妥善处理。

(三) 事故的预防和处理

(1) 玻璃割伤：化学实验室中最常见的外伤是由玻璃仪器破碎引发的。使用玻璃仪器时要轻拿轻放，不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。安装玻璃仪器时，最好用布片包裹；往玻璃管上连接橡皮管时，最好用水浸湿橡皮管的内口。发生割伤后，应先将伤口处的玻璃碎片取出，再用生理盐水将伤口洗净，轻伤可用创可贴处理，伤口较大时，用纱布包好伤口送医院治疗。割破血管，流血不止时，应先止血。具体方法是：在伤口上方 5~10cm 处用绷带扎紧或用双手掐住，尽快送医院救治。

(2) 药品灼伤：药品灼伤是由于操作者的皮肤触及到腐蚀性化学试剂所致。这些试剂包括：强酸类，特别是氢氟酸及其盐类；强碱类，如碱金属的氢化物、氢氧化物等；氧化剂类，如浓的过氧化氢、过硫酸盐等；还有溴、钾、钠等某些单质。

为防止药品灼伤，取用危险药品时，必须带橡皮手套和防护眼镜。药品灼伤时，要根据药品性质及灼伤程度采取相应措施：被碱灼伤时，先用大量水冲洗，再用 1%~2% 的乙酸或硼酸溶液冲洗，用水洗净后涂上烫伤膏；被酸灼伤时先用大量水冲洗，然后用 1%~2% 的碳酸氢钠溶液冲洗，最后涂上烫伤膏；被溴灼伤时应先用大量水冲洗，再用乙醇擦洗或用 2% 的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色，然后涂上甘油或鱼肝油软膏；被金属钠灼伤时，先用乙醇擦洗，然后用水冲洗，最后涂上烫伤膏。

以上这些物质一旦溅入眼睛中，应先用大量水冲洗，并及时去医院治疗。

(3) 防火防爆：实验室常见的易燃物品包括：苯、甲苯、甲醇、乙醇、石油醚、丙酮等易燃液体，钾、钠等易燃易爆性固体，硝酸铵、硝酸钾、高氯酸、过氧化钠、过氧化氢、过氧化二苯甲酰等强氧化剂，氢气、乙炔等可燃性气体等。某些化合物容易发生爆炸，如过氧化物、芳香族多硝基化合物等，在受热或受到碰撞时均易发生爆炸。含过氧化物的乙醚在蒸馏时也有爆炸的危险。乙醇和浓硝酸混合在一起，会引起极强烈的爆炸等。

为防止火灾和爆炸事故的发生, 需要注意以下几点: 热源附近严禁放置易燃物, 严禁用一只酒精灯点燃另一只酒精灯, 加热设备使用完毕后, 必须立即关闭; 不能用敞口容器加热和存放易燃、易挥发的试剂; 倾倒或使用易燃试剂时, 必须远离明火, 最好在通风橱中进行; 蒸发、蒸馏易燃液体时, 不能使用明火直接加热, 应根据沸点高低分别用水浴、砂浴或油浴等加热; 在蒸发、蒸馏易燃液体过程中, 要经常检查实验装置是否破损, 是否堵塞, 如发现破损或堵塞应停止加热, 将危险排除后再继续实验; 常压蒸馏不能形成密闭系统, 减压蒸馏不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接受瓶或反应器; 反应过于猛烈时, 应适当控制加料速度和反应温度, 必要时采取冷却措施; 易燃、易爆物若不慎外撒, 必须迅速清扫干净, 并注意室内通风换气; 易燃、易爆废物, 不得倒入废液缸和垃圾桶中, 应回收统一处理。

实验室起火或爆炸时, 要立即切断电源, 打开窗户, 移走易燃物, 然后根据起火或爆炸原因及火势采取正确方法灭火。地面或实验台着火, 若火势不大, 可用湿抹布或砂土扑灭。反应器内着火, 可用灭火毯或湿抹布盖住瓶口灭火。有机溶剂和油脂类物质着火, 火势小时, 可用湿抹布或砂土扑灭, 或撒上干燥的碳酸氢钠粉末灭火, 火势大时, 必须用灭火器扑灭。衣服着火, 切勿奔跑, 应迅速脱衣, 用水浇灭; 若火势过猛, 应就地卧倒打滚灭火, 或迅速以大量水扑灭。一旦发生烧伤, 应立即用冷水冲洗、浸泡或湿敷受伤部位。如伤势较轻, 涂上苦味酸或烫伤软膏即可; 如伤势较重, 应立即送医院治疗。

(4) 安全用电: 使用电器时, 应防止人体与金属导电部分直接接触, 不能用湿手或手握湿的物体接触电源插头。实验后应先关闭仪器开关, 再将电源插头拔下。实验中如发现麻手等漏电情况发生, 应立即报告指导教师。

(5) 预防中毒: 化学实验所涉及物质大部分具有毒性。 Br_2 、 Cl_2 、 F_2 、 HBr 、 HCl 、 HF 、 SO_2 、 H_2S 、 COCl_2 、 NH_3 、 NO_2 、 PH_3 、 HCN 、 CO 、 O_3 和 BF_3 等均为有毒气体, 具有窒息性或刺激性; 强酸和强碱均会刺激皮肤, 有腐蚀性, 会造成化学烧伤; 无机氰化物、 As_2O_3 等砷化物、 HgCl_2 等可溶性汞化合物为剧毒性物质; 大部分有机物如苯、甲醇、 CS_2 等有机溶剂、芳香硝基化合物、苯酚、硫酸二甲酯、苯胺及其衍生物等均有较强的毒性。

为避免中毒, 操作中注意以下事项: 只要实验允许, 应选用毒性较小的溶剂, 如石油醚、丙酮、乙醚等。进行有毒物质实验时, 要在通风橱内进行, 并保持室内良好通风; 鉴别气体气味时, 可用手轻轻将少量气流扇向鼻孔, 切勿直接俯嗅所产生的气体; 使用强腐蚀性试剂时, 如浓酸、浓碱, 应谨慎操作, 不要溅到衣服或皮肤上, 取用这些试剂时应尽可能戴橡皮手套和防护眼镜, 尽量避免手与有毒试剂直接接触; 用移液管移取液体时, 必须用洗耳球操作; 实验操作的任何时候都不得将瓶口、试管口等对着人的脸部, 以防由于气体、液体等冲出造成伤害; 实验过程中如发现头晕、无力、呼吸困难等症状, 应立刻离开实验室, 必要时应到医院就诊。

二、常用玻璃仪器介绍

化学实验中常用的玻璃仪器分为普通玻璃仪器和标准磨口仪器。

(一) 普通玻璃仪器

常见的普通玻璃仪器有试管、烧杯、量筒等，如图 1-2-1 所示。



图 1-2-1 常用普通玻璃仪器

(二) 标准磨口仪器

有机实验中通常使用标准磨口的组合玻璃仪器，统称磨口仪器。这种仪器具有标准化、通用化和系列化等特点。相同标号的仪器之间可以互相连接，不同标号的仪器之间可以借助于相应标号的磨口接头而连接。连接过程可免去配塞子和钻孔等手续，还可避免反应物或产物被塞子所沾污。装配容易，拆洗方便，操作简单，使工作效率大大提高。

标准磨口仪器中的标号是根据磨口的最大直径(以 mm 为单位)确定的，如 $\varnothing 19$ 、 $\varnothing 14$ 等。化学实验中常用的标准磨口仪器，如图 1-2-2 所示。

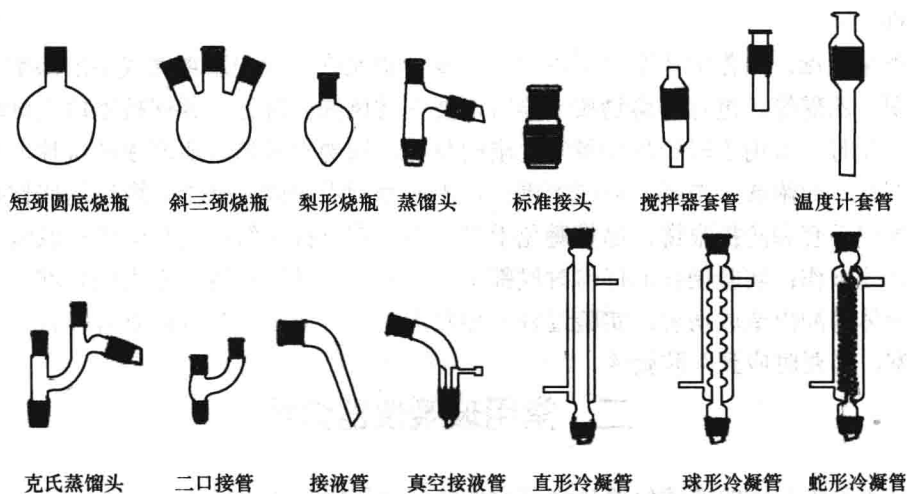


图 1-2-2 常用标准磨口仪器

使用标准磨口仪器时应注意:

(1) 为避免磨口漏气和粘连, 应保持磨口处清洁。用后应立即拆卸洗净, 散件存放。

(2) 洗涤磨口时, 避免使用含硬质磨料的去污粉擦洗, 以免损坏磨口。

(3) 常压下使用磨口仪器时, 一般无需涂抹润滑剂。若反应物中有强碱, 应在磨口处涂抹凡士林, 以保护磨口不受腐蚀。在进行减压蒸馏时, 应涂上真空油脂。从内磨口涂有润滑剂的仪器中倾出物料前, 应先将磨口表面的润滑剂用有机溶剂擦拭干净, 以免物料受到污染。

(4) 磨口处所涂抹的油脂、凡士林等润滑剂未擦拭和洗涤干净时, 不能用烘箱烘干, 否则润滑剂会因烘烤变硬粘在磨口处而影响磨口质量。

(5) 安装磨口仪器时注意相对角度, 不能在角度有偏差时硬性装拆。应将磨口和磨塞轻轻地对旋连接, 且不能用力过猛, 不能使磨口连接处受到歪斜的应力, 否则仪器易破裂。

三、常规仪器使用

(一) 电子天平

电子天平具有使用寿命长、性能稳定、操作简便、灵敏度高等特点, 还具有自动校正、自动去皮、超载指示、故障报警以及信号输出功能, 且可与打印机、计算机联用等。现已取代机械天平广泛地应用于精密称量。

1. 结构原理 通用型电子天平(以奥豪斯仪器有限公司生产的通用型电子天平为例, 如图 1-3-1 所示)主要有两种键: 一种是 O/T 键, 电子天平左右下方各一个, 功能相同, 既是开机键也是归零键; 另一种是 Mode Off 键, 在显示器的右侧, 既是关机键又是选择键。天平使用方法如下:

2. 使用方法

(1) 水平调节: 电子天平后面有一个水准泡, 旋转天平箱下面的两个调平基座, 使水准泡位于液腔中央, 否则称量不准确。

(2) 预热: 接通电源, 预热 20~30min。

(3) 开机: 按 O/T 键, 显示器亮, 显示天平型号及软件版本号, 然后显示称量模式 0.0000g。注意: 若长时间按 O/T 键, 屏幕则会显示 MENU, 进入菜单。若误入菜单, 则应按 Mode Off 键不放, 直至显示屏上出现“8888...”, 立即松手, 显示屏上出现 0.0000g, 天平回到称量状态。

如需其他单位称量, 在开机时则需按住 O/T 键不放, 直到显示屏出现 MENU 后松开, 显示 UNITS。按 O/T 键, 出现 On g, 用 Mode Off 键选择该单位 ON 或 OFF。可以翻阅所有的测量单位并设置每个单位为 ON 或 OFF, 直到 END 出现后结束, 按 O/T 键保存。反复按 Mode Off 键直到 MENU END 出现, 再按 O/T 键后, 天平回到称量状态。

(4) 称量: 天平开机显示为零后, 将被称物品置于称盘上, 关上天平门, 待显示稳定后, 即可读出称量物的质量。

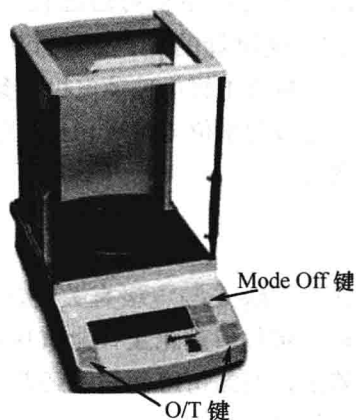


图 1-3-1 电子天平

去皮称量：按 O/T 键清零，将准备盛放被称物品的容器置于称盘上，天平显示容器质量，再按 O/T 键，显示零，即去除皮重。将被称物品逐步加入容器中，这时显示的是被称量物品的净质量。

递减称量：递减称量又称减量法。称量易吸水、易氧化或易与 CO_2 等反应的试样时，可选择此法。第一步，从干燥器中取出称量瓶，称出称量瓶及试样的总质量。第二步，将称量瓶从天平箱内取出，在接收容器的上方倾斜瓶身，用称量瓶盖轻敲瓶口上部使试样慢慢落入接受器中，瓶盖始终不要离开接收器上方。当倾出的试样接近所需量时，一边继续用瓶盖轻敲瓶口，一边逐渐将瓶身竖直，使黏附在瓶口上的试样落回称量瓶，然后盖好瓶盖，准确称其质量。两次质量之差，即为试样的质量。

(5) 关机：称量结束后，按住 Mode Off 键直到显示屏出现 OFF 后松开。若长期不用应切断电源，拔下电源插头。

3. 注意事项

- (1) 不能称量超过天平称量范围的物体，也不能用手按压称盘。
- (2) 易挥发或具有腐蚀性的物品不能与称盘直接接触，要盛放在容器中称量。
- (3) 读数时，应将天平门关闭，以防读数受气流影响发生波动。
- (4) 被称量的物品不能用手直接接触，以免引起称量误差。

(二) 酸度计

酸度计主要用来精密测量溶液的 pH，配上相应的离子选择型电极也可以测量相应离子的浓度，它广泛应用于工业、农业、科研、环保等领域。

1. 结构原理 酸度计的主体是精密的电位计。测定时把复合电极(由指示电极和参比电极组合而成)插在被测溶液中，由于被测溶液的酸度(氢离子浓度)不同而产生不同的电动势，电动势通过直流放大器放大，最后由读数指示器(电压表)指示被测溶液的 pH。酸度计的 pH 范围为 0~14。

复合电极由玻璃电极和参比电极组成。玻璃电极的电位随溶液 pH 不同而改变，而参比电极的电位与溶液 pH 无关，两者进入溶液组成原电池，原电池的电动势与溶液 pH 的关系为

$$E = K_E + \frac{2.303RT}{F} \text{pH}$$

其中， K_E 是与电极有关的常数，其数值可用已知 pH 的标准缓冲溶液进行确定，这一步称为定位。理论上，上式中斜率系数为 $2.303RT/F$ ，但实际斜率与理论斜率常存在细微差别，因此精密测量时还需要确定实际斜率，这就需要两个标准缓冲溶液，这就是双点定位。

酸度计有台式、便携式、表型式等多种，读数指示器有数字式和指针式两种。图 1-3-2 为 pH S-3C 型数字酸度计，其使用方法如下：

2. 使用方法

(1) 开机：打开仪器后方的电源开关，预热 30min。工作选择调至 pH 档，斜率旋钮调至 100%位置(按顺时针方向调到不能转动为止)，温度旋钮调至被测溶液的温度。

(2)定位:以—种与被测溶液 pH 相近的标准缓冲溶液做定位溶液。复合电极接入仪器,将电极洗净拭干后放入标准缓冲溶液中,轻轻摇动烧杯,使溶液混匀,静置,读数稳定后,调节定位旋钮至仪器显示标准缓冲溶液的 pH。

测量精度要求较高时,需要采用双点定位法。即选择两种标准缓冲溶液做定位溶液。这要求被测溶液的 pH 介于两种标准缓冲溶液的 pH 之间,或接近两溶液的 pH。斜率补偿旋钮顺时针旋到底,先将电极插入第—种标准缓冲溶液中,读数稳定后,调定位旋钮至仪器显示第—种标准缓冲溶液的 pH;清洗电极,用滤纸吸干,放入第二种标准缓冲溶液中,待读数稳定后,调节斜率补偿旋钮至仪器显示第二种标准缓冲溶液的 pH。

(3)测量:经过定位的仪器,即可用来测定样品的 pH。这时温度调节旋钮、定位旋钮、斜率调节旋钮都不能再动。清洗电极后放入盛有被测样品的烧杯内,轻轻摇动烧杯,静置,待读数稳定后,读取被测样品的 pH。

3. 注意事项

(1)复合电极的主要传感部分是电极的球泡,球泡极薄,千万不能跟硬物接触,以防损坏电极。测量完毕,套上保护帽,帽内放少量补充液(氯化钾溶液),保持电极球泡湿润。

(2)将电极从—种溶液移入另—溶液之前,清洗电极,以防改变被测溶液酸度。

(三)分光光度计

723 型分光光度计能在可见光谱区内对样品做定性和定量分析,其灵敏度、准确性和选择性都较高,因而在教学、科研和生产上得到广泛使用。

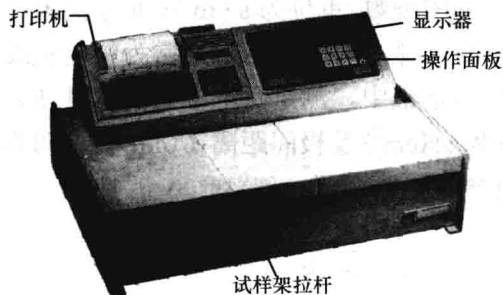


图 1-3-3 723 分光光度计外部结构图



图 1-3-2 pH-3C 型酸度计

1. 温度补偿; 2. 斜率补偿; 3. 定位旋钮; 4. 选择旋钮; 5. 复合电极; 6. 显示屏

1. 结构原理 723 型分光光度计由光源室、单色器、试样室、光电管暗盒、电子系统及数字显示器等部件组成。光源为钨卤素灯,波长范围为 330~800nm。单色器中的色散元件为光栅,可获得—定波长的单色光。其外部结构,如图 1-3-3 所示。

2. 使用方法

(1)开机自检:打开试样室,检查比色皿架上无比色皿后,打开电源开关及打印机开关。仪器开始自检,显示窗口依次显示 723C→330→820→500,自检结束。

(2) 扫描吸收光谱

- 1) 设置起始波长: **Go To** 键+ **330**+**enter** 键(等待显示数字返回到 330nm);
- 2) 设置扫描方式: **mode** 键+ **1**+**enter** 键→scan 灯亮;
- 3) 将某标准样品置入比色皿架, 对准光路, 按 **Start/stop** 键, 仪器自动扫描后打出吸光度 A 对波长 λ 的光谱图(波长 330~800nm, 约需 1min)。

(3) 找出最大吸收波长: 根据打印出的吸收光谱图找出物质的最大吸收波长 $\lambda_{\max}$ 。

(4) 标准曲线的制作

- 1) 设定 $\lambda_{\max}$: **Go to** 键+ $\lambda_{\max}$ 数值+ **enter** 键;
- 2) 设定工作方式: **mode** 键+ **2**+**enter** 键→DATA 灯亮;
- 3) 将参比液置入光路, 按 **ABS/100%T** 调零, 显示 0.000;
- 4) 将标准样品依次置入光路, 显示的数据即为标准溶液的吸光度。

根据标准溶液浓度及吸光度制作标准曲线。

(5) 待测液吸光度的测定: 将待测溶液置入光路, 显示的数据即为待测溶液的吸光度。根据标准曲线得到待测溶液的浓度。

3. 注意事项

(1) 大幅度改变测试波长时, 在调零后需稍等片刻, 因光能量变化急剧, 光电管受光后响应缓慢, 需要一段时间进行光响应平衡, 当稳定后, 重新调整零即可工作。

(2) 每台仪器所配套的比色皿, 不能与其他仪器上的比色皿调换; 手只能拿比色皿的毛玻璃面, 不能拿透光面; 用吸水纸吸干比色皿外壁的溶液时, 切勿动作太重, 以免透光面受到损伤。

(3) 为防止光电管疲劳, 不测定时, 必须将试样室的暗箱盖打开。仪器连续使用时间不得超过 2h, 最好间歇 0.5h, 再继续使用。

(四) 电导率仪

DDS-307 型数字式电导率仪(图 1-3-4)适用于测定一般液体的电导率, 若配用适当的电导电极, 还可用于电子工业, 化学工业, 制药工业, 核能工业, 电站和电厂测量纯水或高纯水的电导率。

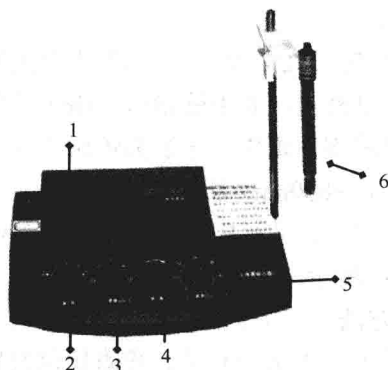


图 1-3-4 DDS-307 型电导率仪仪器面板
1. 显示屏; 2. 选择开关; 3. 常数补偿; 4. 校准;
5. 温度补偿; 6. 电导电极

1. 结构原理 电导率用于表达溶液的导电能力, 等于电阻率的倒数, 单位为 $\text{s} \cdot \text{m}^{-1}$ (西门子/米), 或 $\text{ms} \cdot \text{m}^{-1}$ 。测量时, 将两个电极(通常为铂电极或铂黑电极)插入溶液中, 测定两电极间的电阻 R , 根据电极面积 $A(\text{cm}^2)$ 及极间距离 $L(\text{cm})$, 即可得到溶液的电导率:

$$\kappa = \frac{1}{\rho} = \frac{L}{S} \cdot \frac{1}{R} = K_{\text{cell}} \cdot \frac{1}{R}$$

其中, ρ 为电阻率; 由于电极面积 A 与间距 L 都是固定不变的, 故 L/A 是一个常数, 称电导池常数, 用 K_{cell} 表示。

溶液的电导率取决于溶液中带电离子的性质、浓度以及溶液的温度和黏度等。新鲜蒸馏水电导率为 $0.05 \sim 0.2 \text{ ms} \cdot \text{m}^{-1}$ ，存放一段时间后，由于空气中的二氧化碳或氨的溶入，电导率可上升至 $0.2 \sim 0.4 \text{ ms} \cdot \text{m}^{-1}$ ；饮用水电导率为 $5 \sim 150 \text{ ms} \cdot \text{m}^{-1}$ ；海水电导率大约为 $3000 \text{ ms} \cdot \text{m}^{-1}$ ；清洁河水电导率约为 $10 \text{ ms} \cdot \text{m}^{-1}$ 。电导率随温度变化而变化，温度每升高 1°C ，电导率增加 2%，通常规定 25°C 为测定电导率的标准温度。

电导率仪由电导电极和电子单元组成。仪器中配有温度补偿系统、电导池常数调节系统以及自动换档功能等。

2. 使用方法

(1) 开机：开启仪器后方电源开关。

(2) 校准：将选择开关指向“检查”，“常数”补偿调节旋钮指向“1”刻度线，“温度”补偿调节旋钮指向 25°C 刻度。调节校正调节旋钮，使仪器显示 $100.0 \mu\text{s} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

(3) 测量

1) 调节“常数”补偿旋钮使显示值与电极上所标电导池常数值一致。

2) 调节“温度”补偿旋钮至待测溶液实际温度值。

3) 调节“选择”开关至显示器有读数，若显示值消失表示量程太小，应改换量程。若显示器上“ $\times 10$ ”的灯亮起来，测量的数值应 $\times 10$ 。

4) 先用蒸馏水清洗电极，软纸吸干，再用被测溶液清洗一次，把电极浸入被测溶液中，轻轻摇动溶液，静置，显示稳定后读出溶液的电导率值。

3. 注意事项

(1) 电导率对溶液的浓度很敏感，在测定前，一定要用被测溶液多次洗涤电导电极，以保证被测液与试剂瓶中的浓度一致。

(2) 电极要轻拿轻放，切勿触碰铂黑；电极在使用前后应浸泡在蒸馏水内，以防电极铂黑脱落，引起电导池常数改变。

(五) 折射仪

1. 结构原理 折射率是物质的特性常数，它可以用来检验物质的纯度，也可以进行定性分析。当光线由一种透明介质 A 进入另一种透明介质 B 时，由于光在两种介质中传播速度不同，光的方向就会改变，这种现象称为光的折射(图 1-3-5)。此时入射角 α 的正弦与折射角 β 的正弦之比为一常数，此常数称为介质 B 对介质 A 的折射率，即

$$n = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$$

如果介质 A 对于介质 B 是光疏介质(介质 A 通常为空气)，则折射角 β 必小于入射角 α 。当入射角 $\alpha = 90^\circ$ 时(图中 α_0)， $\sin \alpha = 1$ ，这时折射角达到最大值，称为临界角，用 β_0 表示，此时 $n = 1/\sin \beta_0$ 。根据临界角的大小，可计算不同物质的折射率。

为了测定临界角，阿贝折射仪采用了半明半暗的方法，使单色光由 $0^\circ \sim 90^\circ$ 的所有角度从介质 A 射入介质 B，这时介质 B 中临界角以内的区域均有光线通过，因而是明亮的；而临界角以外的全部区域没有光线通过，因而是暗的。明暗两区界线清楚，如果在介质 B 上方用一目镜观察就可看见一个界线十分清晰的半明半暗的图像，由图像的下方标尺即可读

出该物质的折射率(仪器本身已将临界角换算成折射率,如图 1-3-6 所示)。

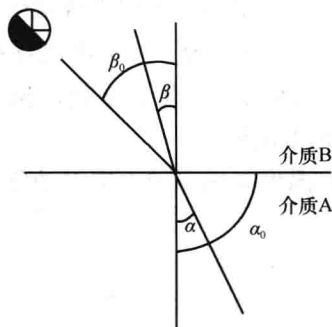


图 1-3-5 光的折射现象

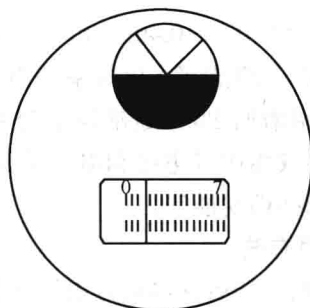


图 1-3-6 望远与读数视场

阿贝折射仪外形图如图 1-3-7 所示。

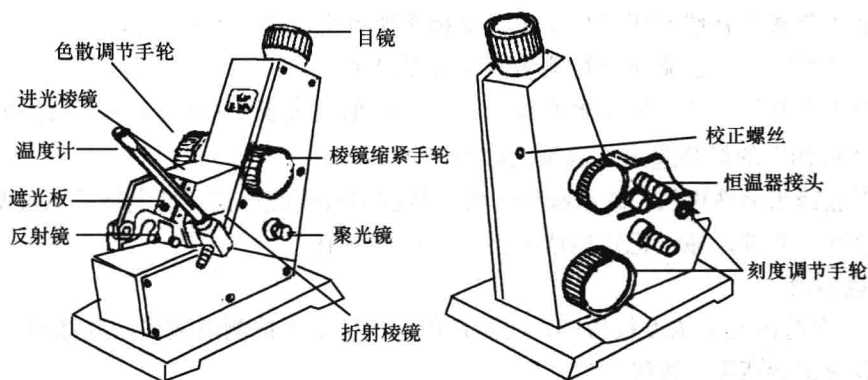


图 1-3-7 WYA 型阿贝折射仪外形图

2. 使用方法

(1)准备:将折光仪与恒温水浴相连,调节所需温度,检查保温套中温度计是否准确。打开直角棱镜,用擦镜纸蘸少量丙酮轻轻擦洗上下镜面。注意不得来回擦动或以手接触镜面。镜面晾干后备用。

(2)校正:打开棱镜,将 1~2 滴二次蒸馏水均匀地铺展在磨砂面棱镜上,切勿使滴管尖端直接接触镜面,以防造成刻痕。关紧棱镜,转动左右刻度盘,使镜内标尺读数等于二次蒸馏水的折光率(20°C , $n=1.33299$, 25°C , $n=1.3325$)。调节反射镜,使入射光进入棱镜组,从测量望远镜中观察,使视场最亮,调节测量镜,使视场清晰。转动消色调节器,消除色散,再用特制的小旋子旋动右面镜筒下方的方形螺旋,使明暗界线和“×”字交叉重合。

(3)测定:打开棱镜,取待测液体 2~3 滴均匀地滴在磨砂面棱镜上,待整个镜面上润湿后,关紧棱镜,转动反射镜使视场最亮,轻轻转动左面的刻度盘,并在镜筒内找到明暗分界线。若出现彩色光带,则转动消色调节器,使明暗界线清晰。再转动左面刻度盘,使分界线对准“×”字交叉线中心,记录读数与温度,重复 1~2 次,取平均值即为待测液体的折射率。

测定结束,用丙酮洗净上下镜面,晾干后关闭棱镜。

3. 注意事项

- (1) 测定折射率时，要注意保护镜面，不能用硬物接触镜面。
- (2) 测液体或透明固体时，须合上反射镜，否则找不准视场。
- (3) 被测液体在镜面上要均匀铺展，否则会影响测定结果，对于易挥发液体应快速测定。

(六) 旋光仪

1. 结构原理 旋光性物质使偏振光的振动平面偏转的角度叫做旋光度。通过旋光度的测定，不仅可以鉴定旋光性物质，而且可以检测其纯度及含量。实验室常用的旋光仪是 WXG-4 型旋光仪，其外形如图 1-3-8 所示。

旋光仪主要由一个光源、两个尼科尔棱镜和一个盛测试样品的旋光管组成。普通光经第一个棱镜(起偏镜)变成偏振光，然后通过旋光管，再由第二个棱镜(检偏镜)检验偏振光的振动方向是否发生了旋转，以及旋转的方向和旋转的角度。

调节刻度盘转动轮，通过目镜可以看到旋光仪的视场分为明暗相间的三部分，称为三分视场，如图 1-3-9a 或 c。当视场中三个区域内的明暗程度相等时称为零点视场，如图 1-3-9b 所示：

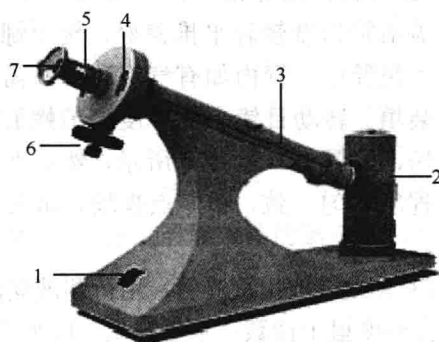


图 1-3-8 WXG-4 型旋光仪的外形图

1. 电源开关; 2. 钠光灯; 3. 镜筒; 4. 刻度盘游标; 5. 视度调节螺旋; 6. 刻度盘转动手轮; 7. 目镜

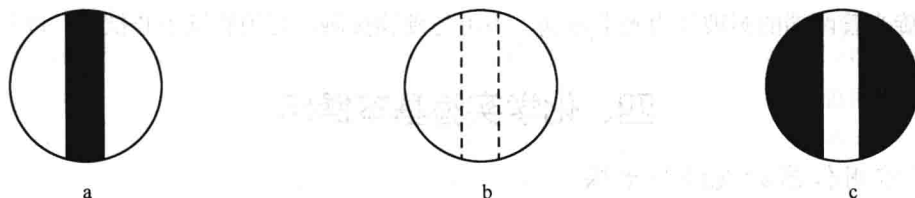


图 1-3-9 三分视场变化示意图

a. 大于(或小于)零点的视场; b. 零点视场; c. 小于(或大于)零点的视场

通过镜筒两侧的放大镜，从刻度盘及游标上可读取被测物质的旋光度。如图 1-3-10 所示，读数时先看游标的 0 落在刻度盘上的位置，记录下整数值(如图 1-3-10 中的 9)，再看与主盘刻度线重合的游标位置，记录游标上的读数作为小数点以后的数值，可以读到两位小数(如图 1-3-10 中的 0.30)，所以最后的读数为 $\alpha = 9.30^\circ$ 。如果两个游标窗读数不同，则取其平均值。

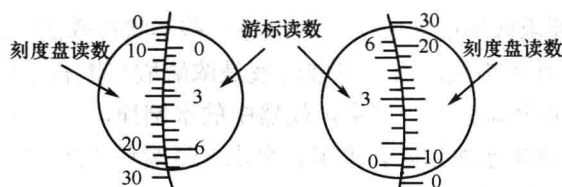


图 1-3-10 读数示意图