

国家级实验教学示范中心
全国高等院校医学实验教学规划教材

供临床、预防、基础、口腔、麻醉、影像、药学、检验、护理、法医、中医等专业使用

医学化学实验指导

主编 闫乾顺



科学出版社

国家级实验教学示范中心
全国高等院校医学实验教学规划教材

供临床、预防、基础、口腔、麻醉、影像、药学、检验、护理、法医、中医等专业使用

医学化学实验指导

主 编 闫乾顺

副主编 姚惠琴 姚 遥

编 者 (按姓氏笔画排序)

马 瑾	冯宁川	朱石嶙	闫乾顺
许红平	李 江	李 玲	张玉梅
张逢源	张 娟	苟国敬	郑志祥
姚 遥	姚惠琴	曹菊琴	

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

《医学化学实验指导》是在宁夏医科大学基础医学院医用化学系多年教学实践基础上编写而成的。全书分为三篇,主要内容包括化学实验基本知识和基本技术、基本实验、制备实验和设计实验,内容涉及无机化学实验和有机化学实验的基本原理和技能,实验包括经典实验、综合性实验和多步骤系列实验等共31个实验。并介绍了化学实验中常用仪器的使用方法和常用的物理常数等内容。

本教材适合于五年制高等医学院校的临床、预防、基础、口腔、麻醉、影像、药学、检验、护理、法医、中医等专业的本科化学实验教学。

图书在版编目(CIP)数据

医学化学实验指导 / 闫乾顺主编. —北京:科学出版社,2013.6

国家级实验教学示范中心·全国高等院校医学实验教学规划教材

ISBN 978-7-03-037962-7

I. 医… II. 闫… III. 医学化学-化学实验-医学院校-教学参考资料
IV. R313-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2013)第135969号

责任编辑:王 颖 李国红 / 责任校对:桂伟利

责任印制:肖 兴 / 封面设计:范璧合

版权所有,违者必究。未经本社许可,数字图书馆不得使用

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>

骏 志 印 刷 厂 印 刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2013年6月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2013年6月第一次印刷 印张:7 1/2

字数:173 000

定价:19.80元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

化学是一门实践性很强的学科,实验教学是化学教学中的重要环节,是培养学生分析问题、解决问题能力的重要手段,也是培养学生创新思维和综合素质的重要途径。本教材是按照五年制医学院校实用型人才培养要求编写的,其内容注重培养学生基本实验技能和理论联系实际的科学作风。

本教材编写力求体现以下特点:

(1) 以“掌握概念、培养技能”为重点,培养学生的实验操作能力、综合分析问题和解决问题的能力以及学生自主设计实验的能力,使学生养成严肃认真、实事求是的科学态度和严谨的工作作风。

(2) 改变医学化学实验多为验证性实验的传统模式,根据现代化学实验的目标重点编排实验内容,突出能力培养主线,注重科学素质与环境意识的培养。

(3) 注重基础,规范基本方法、基本原理和基本操作,选用经典实验,以利于学生基本技能的训练,为后续课程的实验教学奠定基础。

(4) 实验内容涵盖了无机化学、有机化学、分析化学(化学分析)一些基本实验原理和操作,适当增加了综合性实验、设计性实验的内容。

(5) 注意对学生独立实验能力的培养。为培养自学能力,教材中安排过渡元素方面的实验内容,学生课前必须自学有关知识才能完成实验。而对于实验现象和结论教材中一般不给出,由学生独立完成。

本教材分三篇,共 31 个实验。第一篇为无机化学实验及其基础知识,共 19 个实验。第二篇为有机化学实验及其基础知识,共 12 个实验。第三篇为化学实验常用精密仪器设备。另外,为了便于学习,介绍了化学实验中常用仪器的使用方法和常用的物理常数等内容。

本教材适合于五年制高等医学院校的临床、预防、基础、口腔、麻醉、影像、药学、检验、护理、法医、中医等专业的本科化学实验教学。在本教材编写过程中,宁夏医科大学基础医学院医用化学系的编者付出了辛勤的劳动,同时也得到了科学出版社编辑的支持和帮助,在此一并表示感谢。

由于编者水平有限,书中难免有不当和错误之处,望广大师生及时批评指正。

闫乾顺
2013 年 6 月

目 录

第一篇 无机化学实验及其基础知识

第一章 无机化学实验基础知识	(1)
第二章 无机化学实验	(15)
实验一 一般溶液的配制	(15)
实验二 硫酸铜的精制	(18)
实验三 食盐的精制	(19)
实验四 硫酸亚铁铵的制备	(21)
实验五 溶胶与高分子溶液的制备和性质	(23)
实验六 乙酸解离常数的测定	(25)
实验七 缓冲溶液的配制和性质	(27)
实验八 化学反应速率与活化能	(29)
实验九 置换法测定摩尔气体常数	(32)
实验十 配合物的生成和性质	(34)
实验十一 d 区元素及重要化合物	(36)
实验十二 滴定分析操作练习	(38)
实验十三 酸碱标准溶液的配制和比较标定(酸碱滴定法)	(42)
实验十四 HCl 标准溶液的标定(酸碱滴定法)	(44)
实验十五 草酸纯度的测定(酸碱滴定法)	(46)
实验十六 药用硼砂含量的测定(酸碱滴定法)	(47)
实验十七 双氧水中 H_2O_2 含量的测定(氧化还原滴定法)	(49)
实验十八 硫代硫酸钠标准溶液的配制及标定(氧化还原滴定法)	(51)
实验十九 微量铁的测定(可见分光光度法)	(53)

第二篇 有机化学实验及其基础知识

第三章 有机化学实验基础知识	(56)
第四章 有机化学实验	(66)
实验一 熔点和沸点的测定	(66)
实验二 萃取	(69)
实验三 薄层层析和柱层析	(72)
实验四 旋光度和折光率的测定	(74)
实验五 从烟草中提取烟碱(水蒸气蒸馏法)	(78)
实验六 从茶叶中提取咖啡因	(80)
实验七 乙酰水杨酸的制备	(82)

实验八 乙酰苯胺的制备	(83)
实验九 乙酸异戊酯的制备	(85)
实验十 甲基橙的制备	(86)
实验十一 醛、酮、羧酸和取代羧酸的性质	(88)
实验十二 糖和蛋白质的性质	(90)

第三篇 化学实验常用精密仪器设备

第五章 化学实验常用精密仪器设备简介	(94)
附录	(106)

(5) 易燃和具有腐蚀性的药品及毒品的使用规则

1) 氢气与空气的混合物遇火会发生爆炸,因此产生氢气的装置要远离明火,点燃氢气前,必须检验氢气的纯度。进行产生大量氢气的实验时,应把尾气排入通风橱,并注意室内的通风。

2) 浓酸和浓碱具有强腐蚀性,切勿溅到皮肤或衣物上。废酸应倒入酸缸中,但不要往酸缸中倾倒碱液,以免因酸碱中和放出大量的热而发生危险。

3) 强氧化剂(如氯酸钾)和某些混合物(如氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物)易发生爆炸,保存及使用这些药品时,应特别注意安全。

4) 银氨溶液放久后会变成氮化银而引起爆炸,因此用剩的银氨溶液必须酸化后回收。

5) 活泼金属钾、钠等不得与水接触或暴露在空气中,应将它们保存在煤油中,使用时用镊子取用。

6) 白磷剧毒,并能灼伤皮肤,切勿让它与人体接触。白磷在空气中易自燃,应保存在水中,应在水面下进行切割,取用时,也要用镊子。

7) 有机溶剂(乙醇、乙醚、苯、丙酮等)易燃,使用时一定要远离明火。用后要把瓶塞塞紧,放在阴凉的地方。

8) 下列实验应在通风橱内进行:制备具有刺激性的、恶臭和有毒的气体或进行能产生这些气体的反应时(如硫化氢、氯气、一氧化碳、二氧化氮、三氧化硫、溴等);使用有毒溶剂的实验;加热、蒸发或分解能产生 HF 、 HCl 、 HNO_3 等强腐蚀性气体的实验。

9) 可溶性汞盐、铅盐、铬的化合物、氮化物、铋盐、铬盐、钡盐、砷盐和氰化物都有毒,有的还是极毒,使用时应严防误入口内或者接触伤口。氰化物遇到酸,立即反应放出极毒的 HCN ,使人中毒。含氰化物废液不能倒入下水道,应统一回收并处理。金属汞易挥发,人若吸入其蒸气会引起慢性中毒。一旦有汞洒落在桌面或地上,必须尽可能收集起来,然后用硫黄粉盖在洒落的地方,使汞变成不挥发的硫化汞。

10) 实验完毕后,应把毒品收集并处理好,熄灭灯焰,关闭水、电、气等开关,方能离开实验室。

(三) 意外事故处理

1. 失火 对易燃物保存不合理、使用不恰当,加热器发生故障,加热过程违反操作规则等原因,常会发生失火事故。失火时应及时把可燃性物品移离火区,如有防火布或耐热板可立即用以隔离火源,然后根据燃烧物的性质采取不同的灭火方法。

(1) 固体物品着火时,可用防火布覆盖燃烧物并撒上细沙或用水扑灭。如果火焰不是很大,使用二氧化碳灭火器最为方便。

(2) 液体着火时,可用防火布覆盖燃烧物并撒上细沙。应设法不使液体流散以防火焰蔓延。不溶于水且相对密度又比水小的液体(如苯、乙醚、汽油等)燃烧时,切勿用水扑灭,因为用水不仅达不到灭火的目的,反而使燃烧的液体随水漂流,使火焰蔓延,造成更大的灾害。

(3) 身上或衣服着火时,不要惊慌失措,到处乱跑,必须迅速用厚布盖住身体,或者及时躺在地上翻滚,把火苗压灭,或者迅速脱掉着火衣物并把火扑灭。

(4) 电器着火时,应立即切断电源,并选择上述合适的方法扑灭火苗,或者使用二氧化碳灭火器或干粉灭火器,切忌用二氧化碳泡沫灭火器。

2. 灼伤 灼烧固体或加热液体时,应注意防止热物进出容器烫伤皮肤,尤其是眼睛。如果由于不慎或其他原因烫伤皮肤,若伤势较轻,可用大量自来水反复冲洗,再用高锰酸钾溶液或苦味酸溶液润湿伤处,或用苏打水洗涤,然后搽上烫伤药膏或凡士林并用纱布包扎。倘若皮肤严重烫伤或眼睛受伤,应立即送医院诊治。

3. 中毒 在化学实验中,使用具有毒性的试剂为数不少,实验前应该熟悉实验用的毒性试剂的性状、使用规则及预防中毒常识,实验时应严格按照规定方法使用,实验完毕必须立即收集处理,用剩的毒性试剂及有毒的废液应交给指导教师,不得随便乱放,以确保安全。实验中遭到有毒物质的伤害时,应及时处理。

(1) 吸入有毒气体或蒸气时,应迅速将中毒者移至有新鲜空气的地方,并使其嗅闻解毒剂蒸气。

(2) 皮肤沾染毒物时,必须用大量水冲洗,再用消毒剂洗涤伤处。如沾染毒物的地方有伤痕,应迅速处理并立即请医生治疗。

吃进毒品危险性最大,因此在化学实验室中必须养成良好的工作习惯,实验工作要有条理,工作台应经常保持干净。使用有毒试剂要谨慎,避免毒品撒落在桌上,如偶有掉落应及时处理。实验时应确保手和衣服不沾染毒物,实验后应充分把手洗净,以免毒物引入口中。如果万一发生中毒现象应立即急救,先让中毒者喝温热的水或饮服稀硫酸铜溶液,然后将手指伸入喉部,促其呕吐,随后迅速送医院诊治。常见毒品及解毒急救方法简要列于表 1-1 中。

表 1-1 常见毒品及解毒急救方法

毒品	解毒急救方法
氯、溴、氯化氢蒸气	吸入稀氨水与乙醇或乙醚的混合液蒸气
肿(砷化氢)、磷(磷化氢)	吸入水蒸气,或服 1% 乙酸溶液,同时吞服小冰块
硫化氢、一氧化碳、氢氰酸	呼吸新鲜空气
氨、苛性碱	呼吸氧气,施行人工呼吸
氰化钾、砷盐	服新沉淀的氧化亚铁悬浮液(混合 Na_2CO_3 和 FeSO_4 溶液)

4. 腐蚀 溴、白磷、浓酸、浓碱对人体皮肤和眼睛具有强烈的腐蚀作用,有些固态物质(如重铬酸钾)在研磨时扬起的细尘对皮肤及神经也有破坏作用,进行任何实验时均应注意保护眼睛,使其不受任何试剂的侵蚀。

(1) 受碱液腐蚀时,应立即用大量的水冲洗伤处,然后用 2% 稀乙酸溶液冲洗,必要时洗完后加以包扎。

(2) 受酸液腐蚀时,应先用自来水冲洗或用甘油擦洗伤处,然后包扎。

(3) 受白磷腐蚀时,伤处应立即用 1% 硝酸银溶液或 2% 硫酸铜溶液或浓的高锰酸钾溶液擦洗,然后用 2% 硫酸铜溶液润湿过的绷带盖覆在伤处,最后包扎。

如果眼睛受腐蚀,必须及时用大量的水冲洗,然后迅速送医院治疗。

(四) 常见灭火器简介

如果实验室内发生火灾,应根据具体情况,立即采取措施尽快扑灭。一般燃烧需要足够的氧气来维持,因此可以采用下列方法扑灭火焰:①移去或隔绝燃料来源;②隔绝空气来源;③冷却燃烧物质,使其温度降低到它的着火点以下。

某些类型的灭火器就是利用②、③两种作用制造的。灭火器的种类很多,下面对两类

常见的灭火器的构造原理和使用方法做简单介绍。

1. 二氧化碳灭火器 常见的灭火器有两种:二氧化碳灭火器和干粉灭火器。此外,以前还常用有机物质(如四氯化碳、溴代甲烷等)灭火器,由于灭火剂有毒,遇火分解成烟和卤化氢,有时还会产生极毒的光气,所以现在已不再使用。

2. 灭火器的维护和使用注意事项

(1) 应经常检查灭火器的内装药品是否变质和零件是否损坏,药品不够,应及时添加,应力不足,应及时加压,尤其要经常检查喷口是否被堵塞,如果喷口被堵塞,使用时灭火器将发生严重爆炸事故。

(2) 灭火器应挂在固定的位置,不得随意移动。

(3) 使用时不要慌张,应以正确的方法开启阀门,才能使内容物喷出。

(4) 灭火器一般只适用于熄灭刚刚产生的火苗或火势较小的火灾,对于已蔓延成大火的情况,灭火器的效力不够。不要正对火焰中心喷射,以防着火物溅出使火焰蔓延,而应从火焰边缘开始喷射。

(5) 灭火器一次使用后,可再次装药加压,以备后用。

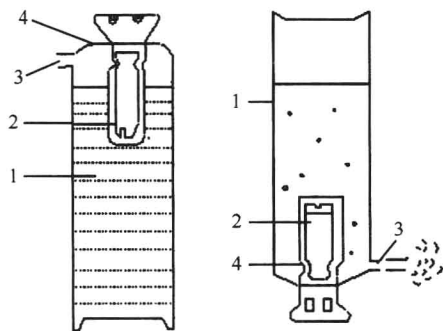


图 1-1 泡沫灭火器

1. 钢制圆筒;2. 玻璃瓶;3. 喷口;4. 金属支架

1) 泡沫灭火器:泡沫灭火器的结构如图 1-1 所示。

钢筒内几乎装满浓的碳酸氢钠(或碳酸钠)溶液,并掺入少量能促进起泡沫的物质。钢筒的上部装有一个玻璃瓶,内装硫酸(或硫酸铝溶液)。使用时,把钢筒倒翻过来使筒底朝上,并将喷口朝向燃烧物,此时硫酸(或硫酸铝)与碳酸氢钠接触,随即作用产生二氧化碳气体。被二氧化碳所饱和的液体受到高压,掺着泡沫形成一股强烈的激流喷出,覆盖住火焰,使火焰隔绝空气;另外,由于水的蒸发使燃烧物的温度降低,因此火焰就被扑灭。泡沫灭火器用来扑灭液体的燃烧最有效,因为稳定的泡沫能将液体覆盖住使之与空气隔绝。

但因为灭火时喷出的液体和泡沫是一种电的良导体,故不能用于电器失火或漏电所引起的火灾。遇到这种情况应先将电源切断,然后再使用其他灭火器灭火。

2) 二氧化碳灭火器:将二氧化碳装在钢瓶内,使用时将喷口朝向燃烧物,旋开阀门,二氧化碳即喷出覆盖于燃烧物上,由于钢瓶喷出的二氧化碳温度很低,燃烧物温度剧烈下降,同时借二氧化碳层把空气与燃烧物隔开,以达到灭火目的。

这一类的灭火器比泡沫式灭火器优越,因为二氧化碳蒸发后没有余留物,不会使精密仪器受到污损,而且对有电流通过的仪器也可使用。

3) 干粉灭火器:手提储压式干粉灭火器是一种新型高效的灭火器,它用磷酸铵盐(干粉)作为灭火剂,以氮气作为干粉驱动气。灭火时,手提灭火器,拔出保险销,手握胶管,在离火面有效距离内,将喷嘴对准火焰根部,按下压把,推动喷射。此时应不断摆动喷嘴,使氮气流及载出的干粉横扫整个火焰区,可迅速把火扑灭。灭火过程中,机头应朝上,倾斜度不能过大,切勿放平或倒置使用。这种灭火器具有灭火速度快、效率高、质量轻、使用灵活方便等特点,适用于扑救固体有机物质、油漆、易燃液体、气体和电器设备的初起火灾,已得到广泛使用。

二、化学实验基本仪器

化学实验室常用仪器中,大部分是玻璃制品。分类如下:

1. 按性能

- (1) 可加热类:烧杯、烧瓶、试管等。
- (2) 不可加热类:试剂瓶、量筒、滴定管、移液管等。

2. 按用途

- (1) 容器类:烧杯、试剂瓶等。
- (2) 量器类:量筒、吸量管、容量瓶(量瓶)等。
- (3) 特殊用途类:干燥器、漏斗、研钵、比色管、分液漏斗、水浴锅等。

常用仪器中,除玻璃制品外,还有铁、瓷、塑料、木等材料制成的各类专用仪器,如铁架台、点滴板、塑料洗瓶、塑料烧杯、漏斗架等。常用仪器如图 1-2 和图 1-3 所示。它们的使用方法将于化学实验基本操作中介绍。



图 1-2 化学实验室常用仪器(一)

三、化学实验基本操作

(一) 仪器的洗涤和干燥

化学实验中使用的各类玻璃仪器干净与否,常常影响到实验的成败和结果的准确度。洁净的玻璃器皿,其表面可被水完全润湿,不挂水珠。



图 1-3 化学实验室常用仪器(二)

一般玻璃仪器,如烧杯、试管、锥形瓶等,可先用自来水和试管刷刷洗去尘土、不溶性和可溶性固体物质,然后用刷子蘸取洗衣粉或去污粉、肥皂液等刷洗,以清除油污和有机物质。若仍洗不干净,可用热的碱液浸泡后刷洗,再用自来水冲净。某些精密量器如吸量管、容量瓶、滴定管等,一般不宜刷洗,宜用合适的洗涤液淌洗,以免容器内壁受机械磨损而影响其准确度。

常用的洗涤液是用浓硫酸和重铬酸钾配制成的铬酸洗液,它具有很强的氧化性。对油污和有机物的去污力很强,但六价铬有致癌作用,应慎用。使用时向仪器中加入少量洗液,倾斜并慢慢转动仪器,使洗液润湿仪器内壁,转几圈后把洗液倒回原瓶中。淌洗过的仪器,先用少量自来水冲洗,并将冲洗液倒入废液缸中,再用自来水洗净仪器。要注意防止洗液灼伤皮肤、毁坏衣物。

用自来水洗净的仪器,须再用少量蒸馏水洗 2 ~ 3 次,以洗去自来水中含有的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 等。

洗净的仪器可倒置在仪器架上自然晾干,也可沥去残水后,倒置于电烘箱或红外灯干燥箱中烘干,表面皿等仪器可放在石棉网上用小火烤干;试管则可用试管夹夹住,直接在火焰上烤干(管口向下,彻底干燥后再把管口朝上赶尽水汽)。

有刻度的量器不可用加热的方法干燥,以免影响仪器的准确性。可在仪器内加少量易挥发且能与水混合的有机溶剂(如乙醇、丙酮等),转动仪器使与器壁上的水相混溶,倾出混合液,晾干或用吹风机吹干。急用的小仪器也可用此法干燥。

(二) 加热

实验室中常采用加热方法,以加快化学反应速率、蒸发浓缩、保温、溶解、蒸馏、消毒杀菌等。应根据实验性质和所用仪器来选择适当的加热工具和加热方法。

1. 加热器具

(1) 酒精灯(图 1-4):用于温度不太高的实验。点燃灯芯时须用火柴,决不能用另一盏燃着的酒精灯来点火。熄灭灯焰时应将灯罩盖上,切不可用嘴去吹灭。不能在点燃状态下添加酒精,应熄灭后用小漏斗添加酒精,注意不可加得太满,一般以不超过其总容量的 $2/3$ 为宜。不用时必须将灯罩盖好,以免酒精挥发。灯的火焰温度分布见图 1-5。

(2) 电热套(图 1-6):是包有电热丝的半球形玻璃纤维织物夹套,用于加热圆底烧瓶等圆底容器,加热温度可通过调节外电阻加以控制。

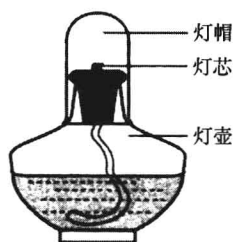


图 1-4 酒精灯



图 1-5 灯的火焰温度分布



图 1-6 电热套

2. 加热方法

(1) 直接加热:实验室常用的受热仪器有试管、烧杯、烧瓶、蒸发皿、坩埚等。这些仪器骤热骤冷时易破裂,因此直接加热前应擦干容器外壁;加热液体时液体的体积不应超过容器的一半;烧杯、烧瓶、锥形瓶等加热时应放在石棉网上;用试管加热液体时,要用试管夹夹住试管上部,先加热液体的中上部,然后加热液体的下部并不时上下移动使其受热均匀,以免液体暴沸从管口喷出,注意试管口不能对人。高温加热固体时要用坩埚(图 1-7),夹取坩埚时要用坩埚钳,灼热的坩埚要放在石棉网上。

(2) 间接加热:间接加热常用水浴、油浴、沙浴等,可获得均匀的加热效果。水浴加热(图 1-8)适合于 100°C 以下的温度。 $100 \sim 250^{\circ}\text{C}$ 的加热可用菜油、液状石蜡、硅油作油浴。温度更高时可用沙浴(图 1-9)。使用各种热浴间接加热时,应注意使热浴的液面略高于容器中的液面,同时不要使容器接触热浴底部,浴热介质中一般应安装温度计。

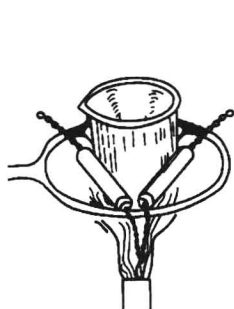


图 1-7 坩埚的灼烧



图 1-8 水浴加热

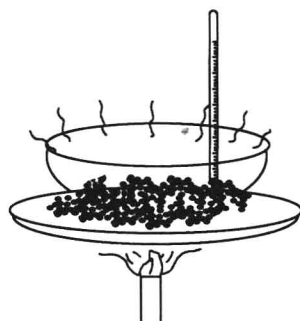


图 1-9 沙浴加热

(三) 化学试剂的规格及其取用

根据化学试剂的纯度,我国目前仍把试剂分为四个等级(表 1-2)。

表 1-2 我国化学试剂(通用试剂)的等级

等级	一级试剂(优级纯)	二级试剂(分析纯)	三级试剂(化学纯)	四级试剂(实验试剂)
表示的符号	GR	AR	CP	LR
标签的颜色	绿色	红色	蓝色	黄色
应用范围	精密分析及科学研究	一般分析及科学研究	工业分析及化学实验	一般的化学制备

试剂规格的选用必须以实验要求为准,并要有相应的纯水及量器与之配合,才能发挥试剂纯度的作用。取用试剂前,须先看清标签(名称、规格、组成、量度等);取用时应将瓶盖(塞)倒放于桌上或清洁的表面上;取用后立即盖(塞)紧。移动了的试剂瓶,使用后应立即归位。取用固体试剂需用清洁干燥的药匙;液体试剂可用量筒或滴管。用量筒量取时,用左手持量筒并以大拇指指示所需体积刻度处,右手持试剂瓶(瓶签向手心),瓶口紧靠量筒口注入液体。用滴管将液体滴入试管时,试管应垂直,滴管口不可伸进试管中,也不可将滴管横置或倒立,若不慎取出了过多的试剂时,多余的试剂应放入指定容器,不能倒回原瓶,以免造成污染。取用有毒试剂应在教师指导下进行,取用腐蚀性试剂应防止溅到皮肤或衣服上。

(四) 溶解和结晶



图 1-10 固体的溶解

1. 溶解 溶解通常在烧杯中进行。溶解时将一定量的溶质(固体颗粒太大时须先研细)放入烧杯,通过玻璃棒将一定量溶剂沿杯壁注入杯中,用玻棒搅拌使溶解完全(图 1-10)。对溶解时会产生气体的物质,应先用少许水将其润湿成糊状,用表面皿盖好烧杯,再用滴管沿杯嘴缓慢加入溶剂,最后用少量溶剂淋洗表面皿并注入烧杯。某些物质可通过加热来促进其溶解,但溶剂易燃者(如乙醇、汽油等)需在水浴上加热。

2. 结晶 结晶是提纯固体物质的重要方法之一。通常是通过蒸发浓缩使部分溶剂逸出,溶液过饱和而析出晶体;有时也可通过降温使溶液冷却过饱和而析出结晶。

蒸发浓缩时,溶液先过滤除去杂质后倒入蒸发皿中,倒入量不超过蒸发皿容量的 2/3,然后放在石棉网上直接加热。开始时用大火,沸腾后改用小火或水浴加热。蒸发过程中应不断搅拌,防止溶液暴溅出来,通常当蒸发皿内液体少到盖不住析出的晶体时停止加热,时而搅拌,冷却使晶体完全析出,滤出晶体。若结晶一次所得物质纯度不合要求时,可重新用尽可能少的溶剂溶解晶体,按上述相同方法进行重结晶。如果溶剂是易燃的,蒸发时必须在水浴上小心进行。

(五) 沉淀的分离和洗涤

1. 倾泻法 当沉淀的比重或结晶颗粒较大时可用倾泻法分离和洗涤沉淀。方法是静置溶液,使沉淀充分沉降到容器底部,然后小心地通过玻棒将上层清液倾倒入另一容器中,再在沉淀中加入少量洗涤剂,搅拌洗涤沉淀,待充分沉降后倾出上层清液,重复数次即可洗净沉淀(图 1-11)。

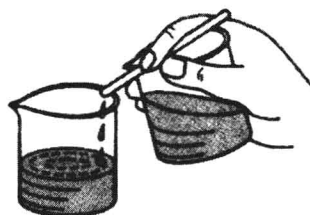


图 1-11 倾泻法洗涤沉淀

2. 过滤法 过滤法是最常用的分离溶液和沉淀的方法。

(1) 常压过滤:取一张圆形滤纸,对折再对折,在三层的一边的外面两层撕去一小角,然后展开成圆锥体放入漏斗中,使漏斗与滤纸密合(若不密合可适当调整滤纸的折叠角度),用手指按住滤纸三层的一边,用少量溶剂(水溶液用蒸馏水)润湿滤纸,并用洁净的手指轻压使之紧贴于漏斗壁上,滤纸应低于漏斗边缘 3~5mm(图 1-12)。

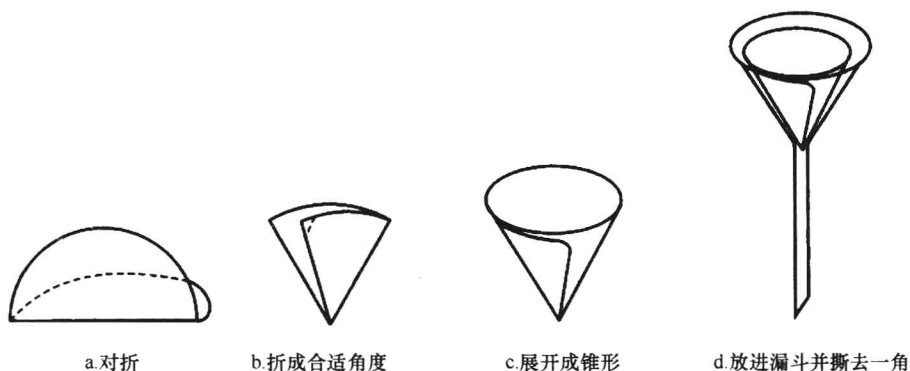


图 1-12 滤纸折叠方法

将漏斗安放在漏斗架或铁环上,漏斗颈下口靠于接受器内壁,用倾泻法将上层清液通过玻璃棒对准滤纸三层一边小心倾倒入漏斗中(玻璃棒不要碰着滤纸),漏斗中的液面至少应低于滤纸边缘 5mm(图 1-13)。清液流完后,用洗涤液冲下杯壁和玻璃棒上的沉淀,轻轻搅拌后,把悬浊液尽可能完全地转移到滤纸上,再用少量洗涤液将黏附于烧杯壁上的沉淀冲洗到滤纸上。



图 1-13 过滤

(2) 减压过滤(抽滤):减压过滤是利用真空泵将安全瓶及吸滤瓶中的空气抽走,使吸滤瓶内压力减少,从而加速过滤速度,并使沉淀与滤液尽量分离。其装置由布氏漏斗、吸滤瓶、安全瓶和真空泵等部分构成(图 1-14)。

操作时,先将特制的粗厚滤纸(或双层普通滤纸)剪成比布氏漏斗内径略小,但又能盖住漏斗筛孔的圆形,铺在筛板上,用少许溶剂润湿滤纸,开启真空泵稍微抽滤,使滤纸紧吸在漏斗上,用倾泻法将溶液沿玻璃棒倾入漏斗,待滤液滤下后,将沉淀物转移平铺在漏斗上抽滤干。

抽滤完毕,应先将抽滤瓶和安全瓶拆开,再关闭真空泵,然后加入洗涤液湿润沉淀,接好抽滤瓶与安全瓶之间的橡皮管,再将真空泵打开,使洗涤液透过沉淀进行洗涤。

注意:胶状沉淀能透过滤纸,颗粒很细的沉淀会因减压抽滤而在滤纸上形成一层密实的沉淀堵塞滤纸孔,故都不宜用减压过滤。

(3) 热过滤:为避免溶液中某种溶质在降温过程中大量析出,可以采用热过滤。操作时把玻璃漏斗放在带夹层和旁管的铜漏斗上,夹层内装热水并于旁管上加热以维持溶液的温度(图 1-15)。过滤少量溶液时,也可把玻璃漏斗先放在水浴上用蒸气加热,然后使用。

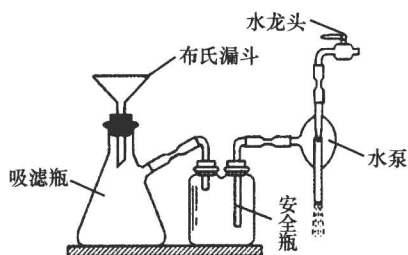


图 1-14 减压过滤

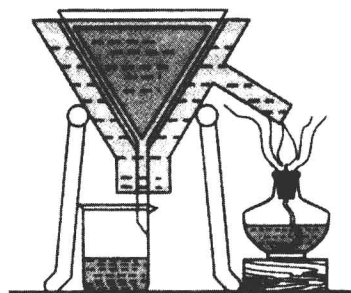


图 1-15 热过滤

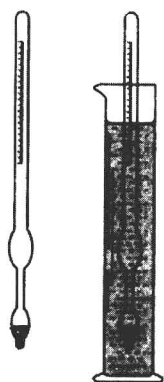


图 1-16 密度计及使用

(六) 密度计的使用

密度计是用来测定液体密度的仪器。它是一支中空的玻璃浮柱,上部有标线,下部为一重锤,内装铅粒(图 1-16)。根据液体密度的不同而选用相应的密度计。通常将密度计分为两种:一种用于测量密度大于 1 的液体,称为重表;另一种用于测量密度小于 1 的液体,称为轻表。

使用时,将被测液体注入清洁干燥的高型玻璃筒或大量筒内,并放在平整的实验台上。根据事先估计的被测液体密度的大致范围选择合适的密度计。手持洁净干燥的密度计上端,缓慢地插入液体至深处(不可突然坠入,以免打破密度计),小心地放开手使密度计自动上浮,注意不要使密度计与量筒底或壁接触。等它完全稳定后,读出液体表面所示密度计刻度,即为液体的密度。用完密度计后,需洗净擦干放回盒内。

(七) 台秤的使用

台秤用于准确度不高的称量,一般能称准到 0.1 g。它是一根中间有支点的杠杆,杠杆两端各装有一个称盘,杠杆支点处连有指针,指针后有标尺,指针倾斜表示两盘不等重。与杠杆平行有一根游码尺,尺上有一可移动的游码(图 1-17)。称重前,先把游码移至游码尺零处,观察指针是否在标尺中央,若不在中央应调节台秤托盘下面的螺旋,使指针指在标尺中央,这个位置称为台秤“零点”。

称重时,左盘放称量物,右盘放砝码。添加砝码时应从大到小(加减 10 g 或 5 g 以下的砝码通过移动游码来实现),直至台秤两端平衡,指针与零点重合或偏差在一小格为止。此时砝码与游码重量之和即为称量物的重量。

台秤不能超载。所称物品不能直接放在秤盘上,而应根据称量物的不同,放在等重的纸片、清洁干燥的表面皿、称量瓶或烧杯内;且不能称热的物品。砝码应用镊子取用,且不能与分析天平的砝码混用。

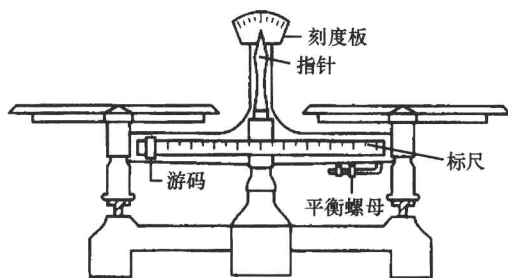


图 1-17 台秤

(八) 液体体积的度量仪器及使用

1. 量筒 量筒是用来量取一定体积液体的仪器。按容量分为 10ml、50ml、100ml、250ml、1000ml 等多种规格,实验中可根据所取液体体积来选用,读数时应使视线和量筒内液体弯月面的最低点保持水平。量筒不能直接加热,也不能在量筒内配制溶液。

2. 滴定管 滴定管是准确测量放出液体体积的仪器。一般分为两种:一种是下端带有玻璃旋塞的酸式滴定管(图 1-18a),用于盛装酸类或氧化性溶液。另一种是碱式滴定管(图 1-18b),用于盛装碱类溶液,它的下端连接有软橡皮管,管内装有玻璃珠以控制溶液的流出,橡皮管下面再接一尖嘴玻璃管。酸式滴定管不能盛装碱类物质,因为碱类物质会腐蚀磨口玻璃旋塞,使活塞被卡死;碱式滴定管不能盛装与橡皮起反应的物质,如 KMnO_4 、 AgNO_3 、 I_2 等。现在有一种聚四氟乙烯旋塞的酸碱通用滴定管。常用滴定管中最常用的容积是 50ml 和

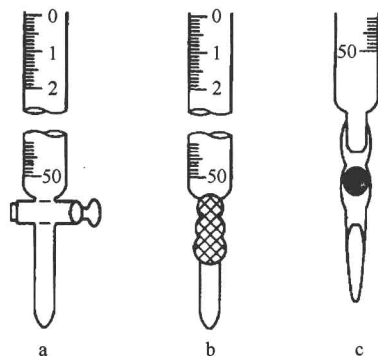


图 1-18 滴定管

25ml,其刻度精确至 0.1ml,可估计至 0.01ml,因此可读至小数点后第二位,一般读数误差为 $\pm 0.02\text{ml}$ 。

滴定管在使用前必须洗净,无明显油污的滴定管,可直接用自来水冲洗;若有油污,可用肥皂水或洗衣粉浸泡;若油污不易洗净时,则用铬酸洗液洗涤;若油污严重,可先倒入事先温热的洗液浸泡一段时间,然后打开旋塞,将洗液放回原瓶。洗涤滴定管时应注意,不可用去污粉刷洗,以免划伤内壁,影响体积的准确度。

洗涤后要检查是否漏水,玻璃塞是否转动自如,液滴的流出是否能够灵活控制。若检查时发现活塞处有水渗出或漏水,则要在活塞处涂上凡士林油。

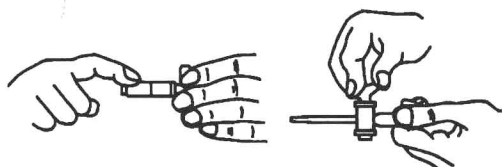


图 1-19 活塞涂凡士林

涂油的方法(图 1-19)是将活塞取下,用干净的纸或布把活塞和内套壁擦干,用手指粘少许凡士林,在活塞的大头一端涂一圈,再用火柴棒粘少量凡士林,在塞套内小头的一端涂上一圈,然后将活塞插入塞套内,向同一方向旋转活塞,使凡士林分布均匀呈透明状态,且活塞转动灵活。涂油后再检查是否漏水,若不漏则可用,否则要重新涂油。

涂油后再检查是否漏水,若不漏则可用,否则要重新涂油。

对碱式滴定管,若胶管老化变硬,或橡皮管内玻璃珠太小引起漏水,则应更换新的,至合乎要求为止。

经检查不漏水的滴定管,用蒸馏水淌洗 2~3 次,再用所装的滴定剂润洗,以免稀释标准液,淌洗液应从管口及滴定管下端放出以淌洗这两部分。淌洗后可装入标准溶液至“0”刻度以上,然后转动活塞使溶液迅速冲下,排出下端气泡;对碱式滴定管,可将胶管向上弯曲,用力捏挤玻璃珠的右上侧,使溶液从尖嘴喷出,以排除气泡(图 1-20)。排出空气后,再调液面至“0”附近,并准确读数,此数为初读数。

滴定最好在锥形瓶中进行,必要时也可在烧杯中进行。滴定操作一般用左手控制开关。使用酸式滴定管的操作如图(图 1-21a)所示,左手的拇指在管前,食指和中指在管后,手指略弯曲,轻轻向内扣住活塞,手心空握,防止顶出活塞造成渗液,滴定时转动活塞,控制

溶液流出速率,逐滴放出,以每秒3~4滴为宜。碱式滴定管的操作如图(1-21b)所示。左手的拇指在前,食指在后,捏挤玻璃珠所在部位稍上处的胶管,使胶管与玻璃珠之间形成一条缝隙,溶液即可滴出,但注意,不能捏挤玻璃珠下方的胶管,否则会吸入空气而形成气泡。



图 1-20 滴定管逐气泡法

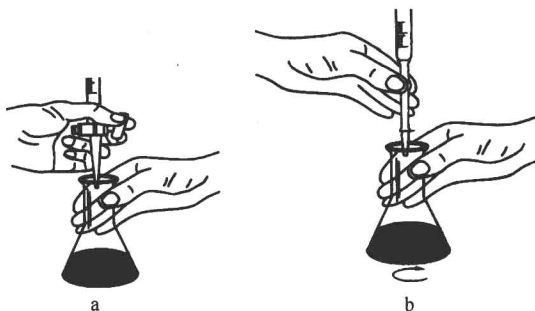


图 1-21 滴定操作

滴定操作中,要求逐滴加入,充分摇匀,留心观察,确保终点判断准确。滴定完毕,稍等1~2min再读数。若成直线流下,会造成:①液滴来不及扩散均匀,造成局部过浓,还可引起副反应;②液滴迅速流下,管壁的滴定剂来不及和液面一起下降而造成液膜断裂,产生读数误差。

读数时用两个指头拿着滴定管上部,使其垂直。对于无色或浅色溶液,应读弯月面下缘最低点(图1-22a)。对有色溶液,读取液面最上缘(图1-22b)。视线与刻线应在同一水平上,最好面对光源。读数时最好用涂有黑色的长方形(约3cm×1cm)白纸制成的读数卡,放在滴定管的背后,使黑色的部分在弯月面下约1mm处,即可看到弯月面的反射层呈黑色,弯月面界线十分清晰(图1-22c)。

有的滴定管带有白底蓝线,则按蓝线的最尖部分与分度线上缘相重合的一点进行读数。滴定后的读数为终读数,它与初读数之差,即为滴定消耗的标准溶液的体积。

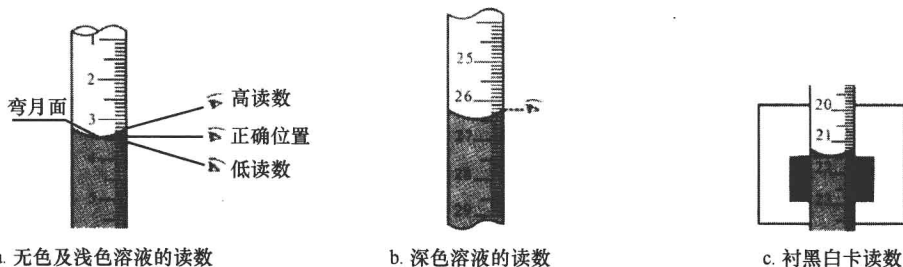


图 1-22 滴定管读数

滴定管用完后,倒去管内剩余溶液,用水洗净后装入纯水,用小烧杯盖住管口或洗净后倒置在滴定管架上。

3. 容量瓶 容量瓶是测定容纳液体体积的一种器皿,用于准确配制一定浓度的溶液,即把精确称量的物质准确配成一定体积;或准确体积的浓溶液稀释成准确体积的稀溶液(定容)。容量瓶是细长颈梨形平底瓶,带有磨口玻塞或塑料塞。瓶颈上刻有环形标线,瓶上标出的容积是指温度在瓶上标示的数值时,瓶中液体弯月面下缘最低点与瓶上标线相切时,瓶内液体的体积。常用容量瓶有25ml、50ml、100ml、250ml等多种规格,颜色有棕色和无色两种,前者用于配制见光易分解的溶液。