

中央广播电视大学医科统设课程

主编 吕证宝
郭晓霞

实验指导汇编

北京医科大学 联合出版社
中国协和医科大学

图书馆

序 言

实验课是各门医学基础课的重要组成部分,是任何形式都不可替代的必要的教学环节。中央电大医科统设课程的实验,在教学计划中有明确的要求,但由于缺乏统一的实验指导,地方电大普遍反映实施实验课教学比较困难。统设课程教学大纲出版后,根据各门课程教学大纲规定的实验内容,我们编写了这本实验指导,汇集了医用基础化学、组织学与胚胎学、人体生理学、医用生物化学、医学免疫学与微生物学、病理学、病理生理学、药理学、医学寄生虫学等9门医学基础课程的基本实验,旨在提高实验课的教学质量,也是统设课配套教材之一。医学遗传学和预防医学的实验编入主教材之中,人体解剖学、诊断学基础和护理学基础等课程均依据主教材内容观察标本或进行临床实习,没有另行编写实验指导。

考虑到各地的教学条件和师资的差异,每门课程提供了10个左右的实验,供各地根据实际情况选用。实验指导的编写力求实验目的明确,格式规范,实验方法和步骤具体详细,实验条件力求避免需要复杂的精密仪器,有些实验(例如免疫学实验)还可利用市场有售的商品试剂盒,以增加实施实验课教学的可行性。同时,指导规定了实验结果的分析 and 实验报告的书写。对于形态学课程,不仅列出各章应观察的标本、切片名称,还详细、规范地描述了每一个标本和切片应包含的内容,指导观察标本、切片的步骤和方法。每门课程的实验指导均有前言,根据本课程的特点,讲述了该实验课的目的、要求,以及常用仪器介绍。

本实验指导汇编,试图起到两方面的作用。一是指导学生完成各学科的基本实验,以加深对理论课的理解和记忆;学会并掌握基本实验技能,提高观察、分析和解决问题的能力,培养严谨、求实的工作作风和科学态度。二是为基层实验室的建设提供基本方案,在组织实施实验课教学过程中,不断增添新的仪器和标本,逐步完善实验室建设。

本书在组织编写及出版的一系列工作中,得到北京医科大学、中国协和医科大学联合出版社的全力支持,特此致谢!

本书由多年在教学第一线工作的各学科教授编写,但编写电大医科的实验指导教材还是第一次尝试,加之时间仓促,难免有不妥之处,欢迎大家在使用中提出宝贵意见,以利于我们今后修改和补充。

编 者

1998年6月

目 录

医用基础化学实验指导	(1)
组织学与胚胎学实习指导	(27)
人体生理学实验指导	(53)
医用生物化学实验指导	(73)
医学免疫学与微生物学实验指导	(95)
病理学实习指导	(109)
病理生理学实验指导	(131)
药理学实验指导	(163)
医学寄生虫学实验指导	(193)

医用基础化学实验指导

主 编 张法浩

编 者 葛泽梅 郝林岩 张法浩

实验一 缓冲溶液的配制和性质	(9)	实验六 熔点的测定	(14)
实验二 离解常数的测定	(10)	实验七 薄层色谱	(16)
实验三 分析天平称量练习	(11)	实验八 溶解度试验	(18)
实验四 NaOH 标准溶液的配制和标定	(12)	实验九 有机化合物官能团的定性反应	(20)
实验五 水质总硬度的测定	(13)	实验十 旋光度的测定	(24)

前 言

一、化学实验的目的

化学是一门实验科学。化学实验是人们认识物质化学性质、揭示化学变化规律和检验化学理论的基本手段。

尽管一个教学实验只为展示一个方法、一个道理或一个现象而设计的，但是做一个实验的目的不仅仅是为了再现这个实验现象或结果，而是通过实验来思考设计这个实验的原则，学习做实验的方法，掌握对实验现象和结果的分析判断。

通过实验可以加深对所学理论的认识，培养严格的科学态度、提高动手能力和解决问题的能力。

二、化学实验的要求

实验前必须预习实验指导，了解本实验的目的、要求、原理及步骤。

实验时要严肃认真，细心观察，随时记录实验现象和测定的数据。实验过程中要注意安全，严格遵守安全守则和操作规程。要节约水、电、试剂，爱护仪器设备。

实验完毕后，要将实验用品、仪器整理就绪。将实验台面及环境清理干净。及时处理实验数据，分析实验现象，按时写出实验报告。

三、容量分析部分实验技术简介

在容量分析中，常用到滴定管、移液管（或吸量管）及容量瓶（见图1），下面分别简介它们的使用方法。

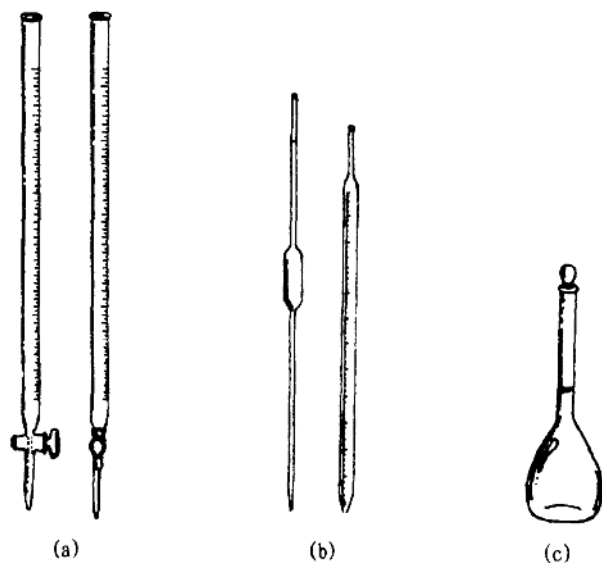


图1 容量分析常用仪器

(a) 滴定管；(b) 移液管和吸量管；(c) 容量瓶

(一) 滴定管的使用

滴定管分为酸式和碱式两种。酸式滴定管的下部有一玻璃活塞，可用来装酸性或氧化性溶液。因碱性溶液腐蚀玻璃活塞，故酸式管不可用来装碱性溶液。碱式滴定管下端用橡皮管连接一尖嘴，橡皮管内装有一个玻璃珠，用以堵住溶液。碱式管不可用来装酸、 KMnO_4 、 AgNO_3 等能与橡皮管发生作用的溶液。

使用滴定管的基本操作方法为：

1. 洗涤 滴定管可先用自来水冲洗，肥皂水泡洗，但不可刷洗，以免划伤内壁。若有油污时，可先用铬酸洗液^{*}浸洗，再用自来水冲洗，最后用少量蒸馏水荡洗 3 次。

容量分析仪器洗净的标准是：把仪器倒转过来，如果水即顺着器壁流下，器壁上只留下一层很薄、很均匀的水膜，而不挂水珠，则表示仪器已经洗干净，否则应重新洗涤。

2. 试漏 洗净的滴定管应检查是否漏水，酸式滴定管活塞是否灵活。检查时，将滴定管内装入蒸馏水至一定刻线，垂直夹在滴定管架上约 2 分钟，仔细观察液面是否下降，滴定管下端有无水滴下及活塞缝隙中是否有水渗出。然后将活塞转动 180° 后再等待 2 分钟，再观察。如有漏水现象，应采取以下方法：

(1) 将活塞取下，用干净的滤纸吸干活塞和塞套内壁，用手指蘸少量凡士林在活塞两头涂上薄薄一层，在活塞孔附近不要涂凡士林，以免堵住塞孔。然后将活塞放回套内，向同一方向旋转活塞几次，使凡士林分布均匀呈透明状态。

(2) 若碱式滴定管漏水，可将橡皮管内玻璃珠向上移动一点，如果仍漏水，则应调换玻璃珠，选择一个大小合适、比较圆滑的配上再试。另外，如果橡皮管老化，则需换一段新橡皮管。

3. 装入滴定液 向滴定管内装入滴定液前，要先用滴定液（每次 10ml 左右）润洗滴定管 2~3 次，以防滴定液被滴定管内壁的残留水所稀释。滴定管内装满滴定液后，出口管内还没有充满溶液或有气泡，应在正式滴定前及时除去。如果酸式滴定管，则用右手拿住滴定管，使其倾斜约 30° ，左手打开活塞使溶液冲出，就能充满全部出口管。如使用碱式滴定管，则把橡皮管向上弯曲，出口斜向上方，用两指挤压玻璃珠稍上边的橡皮管，使溶液从出

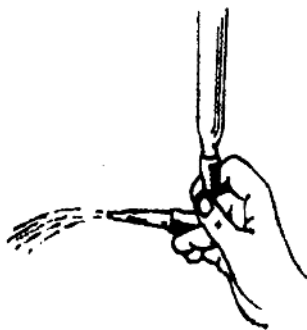


图 2 碱式滴定管排气泡方法

口管喷出，气泡就随之逸出（参见图 2）。继续一边挤压橡皮管，一边放直橡皮管，气泡就可

* 将研细的 $25\text{gK}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶于 50ml 水中，慢慢加入浓硫酸至总体积为 500ml，即配得铬酸洗液。洗液可重复使用，但洗液变绿后不能再用。

以完全除去。

4. 滴定操作 将装满滴定液的滴定管夹在滴定管夹上，保持垂直。使用酸式滴定管时，左手拇指在管后，食指和中指在管前，手指略微弯曲，轻轻向内扣住活塞。手心空握，以免活塞松动或被顶出使溶液渗出。滴定时转动活塞，控制溶液流出速度。使用碱式滴定管时，左手捏住橡皮管中玻璃珠所在部位的稍上处，捏挤橡皮管使其与玻璃珠之间形成一条缝隙，溶液即可流出。应注意不能捏挤玻璃珠下方橡皮管，否则空气进入而形成气泡。两手操作姿势如图3所示。

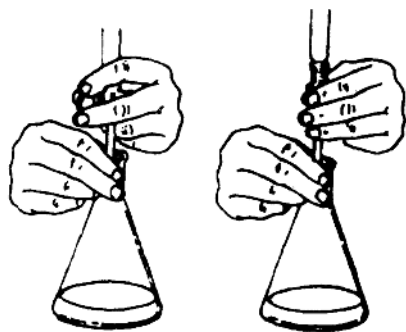


图3 两手操作姿势

滴定前，先将悬挂在滴定管尖端处的液滴用干净滤纸抹去，记下滴定管液面的初读数。一般每次滴定前，应使滴定管液面处于“0”刻度，这样可减少因管内径不均匀而产生的体积误差。

滴定时，应使滴定管尖端伸入锥形瓶口下1~2cm处。滴定速度不能太快，以每秒3~4滴为宜，切不可成柱流下。边滴边向同一方向摇动锥形瓶（不应前后振动，否则会溅出溶液）。滴定至临近终点时，每次只加1滴或半滴（使溶液悬在出口处而不滴下，然后用洗瓶吹入少量水冲带入锥形瓶内），并用少量蒸馏水冲洗锥形瓶内壁，使附着的溶液全部流下，然后摇动锥形瓶，观察终点是否已达到（为便于观察，可在锥形瓶下放一块白瓷板）。如终点未到，继续滴加，直至准确到达终点为止。

5. 读数 滴定管读数时，视线应与溶液弯月面下缘实线相切，即视线与弯月面下缘实

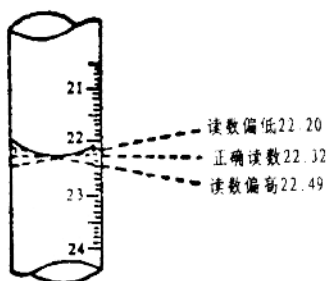


图4 滴定管的读数

线在同一水平面上，如图4所示。视线高于或低于弯月面的最低点，都将引起误差。还须注意：有色溶液的弯月面不够清晰时，可改读液面的最高点；滴定前的初读数与滴定后的终读数须用同一标准（如视线的高低、观察液面的位置等）；注入溶液或放出溶液后，需等待1

~2 分钟使附着在内壁上的溶液流下后才能读数。

(二) 移液管和吸量管的使用

移液管是中间有一膨大部分(称为球部)的玻璃管,球的上部和下部均为较细的管颈,出口缩至很小,以防过快流出溶液而引起误差。管颈上部刻有一环形标线,标出在一定温度(一般为 20°C)移出的液体体积。常用的移液管有 5、10、15、20、25、50ml 等规格。

吸量管是具有分刻度的玻璃管,出口处直径较小,中间管身直径相同,可以转移不同体积的液体。常用的吸量管有 1、2、5、10ml 等规格。

移液管和吸量管的使用方法类似,一般操作方法为:

1. 洗涤 移液管和吸量管均可先用自来水洗涤,再用蒸馏水洗净。较脏时,可用铬酸洗液浸洗,然后用自来水冲洗,再用蒸馏水荡洗至内壁不挂水珠为止。最后用少量被量取溶液润洗 2~3 次。

2. 吸取溶液 用右手的拇指和中指捏住移液管或吸量管的上端,将管的下口插入欲取的溶液中。插入不要太深或太浅,太深会在管外沾附溶液过多,太浅会产生吸空而将溶液吸到洗耳球内弄脏溶液。左手拿洗耳球,接在管的上口把溶液慢慢吸入,如图 5 (a) 所示。吸取溶液至刻度以上,立即用右手的食指按住管口。

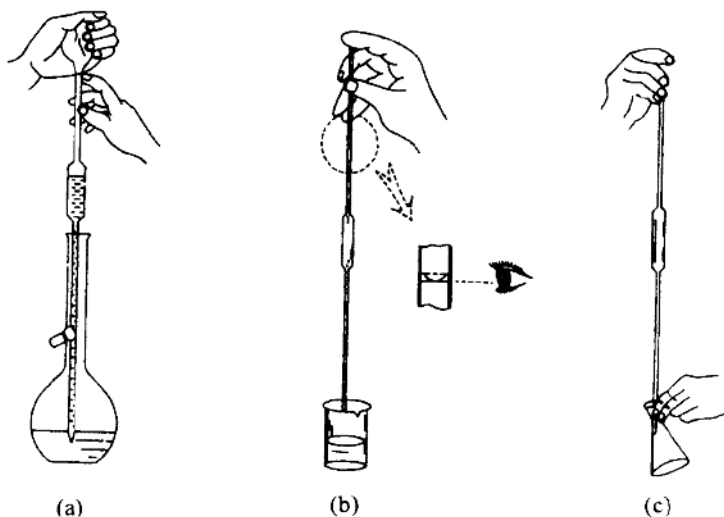


图 5 移液管的使用方法

3. 调节液面 将移液管或吸量管向上提升离开液面,管的下端仍在容器内。管身保持直立,略有放松食指(有时可微微转动移液管或吸量管),使管内溶液慢慢从下口流出,直至溶液的弯月面最低处与标线相切为止,立即用食指压紧管口(图 5 (b))。取出移液管或吸量管,用干净滤纸片擦去管端外面沾附的溶液(注意不能接触管口,以防将管内溶液吸出),插入承接溶液的器皿中。

4. 放出溶液 管尖端靠在器皿的内壁,应使承接器皿倾斜,移液管或吸量管直立,放开食指,使溶液沿器皿壁流下,如图 5 (c) 所示。待溶液流完后,约停 15 秒后将移液管或吸量管移去。残留在管末端的少量溶液,不可用外力强使其流出,因校正移液管或吸量管时已考虑了末端保留溶液的体积。但需注意,有一种移液管或吸量管,上面注有“快吹”字

样,表明要将管尖的液体吹出,不允许保留。

(三) 容量瓶的使用

容量瓶是一种细颈梨形平底玻璃瓶,带有磨口玻璃塞,颈上有一环形标线,表示在所指定的温度(一般为 20°C)液体充满至标线时,液体的体积恰好等于瓶上所标明的体积。常用的容量瓶有10、50、100、250、500、1000ml等规格。

容量瓶是用来配制一定体积溶液用的,其操作方法如下:

1. 试漏 使用前,先检查容量瓶塞是否密合。瓶中加入自来水至标线,盖好塞,用手按住塞,倒立容量瓶,观察瓶口是否有水渗出。如果不漏,将瓶直立后,转动瓶塞约 180° ,再倒立试一次。塞子和瓶子是配套的,不能调换,为使塞子不搞乱,可用一根线绳将其栓在瓶颈上。

2. 洗涤 按上述洗涤滴定管和移液管的方法和要求洗净容量瓶备用(注意:容量瓶决不能用所配溶液润洗!)

3. 转移 在配制一定浓度的溶液时,通常是将称取的固体物质放在小烧杯中用水(或相应的溶剂)溶解后,再定量地转移至容量瓶中。在转移过程中,用一根玻璃棒插入容量瓶中,烧杯嘴紧靠玻璃棒,使溶液沿玻璃棒慢慢流入,玻璃棒下端要靠在瓶颈内壁,但不要太接近瓶口,以免溶液溢出,如图6所示。待溶液流完后,将烧杯沿玻璃棒稍向上提,同时直立,使附着在烧杯嘴上的一滴溶液流回烧杯中。残留在烧杯中的少许溶液,要用少量蒸馏水洗3~4次,每次都应将洗涤液按上述方法转移合并到容量瓶中。

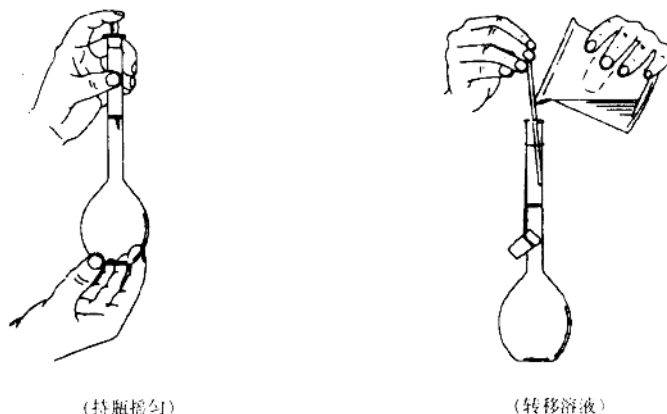


图6 容量瓶使用方法

4. 稀释 溶液转入容量瓶后,加蒸馏水,稀释至约四分之三体积时,将容量瓶平摇几次,作初步混匀。然后继续加蒸馏水,近标线时,应小心地逐滴加入,直到溶液的弯月面恰与标线相切为止。盖紧塞子。

5. 摇匀 将容量瓶倒转,使气泡上升到顶,振荡瓶子。再倒转过来,仍使气泡上升到顶。重复操作多次,使溶液混合均匀。

四、常用仪器简介

(一) 分析天平

分析天平是一种十分精密的称量仪器。目前化学实验室中最常用的是半自动加码双盘电光分析天平,其主要部件有横梁、立柱、天平箱、砝码、光学读数系统及机械加码装置等(见图7)。

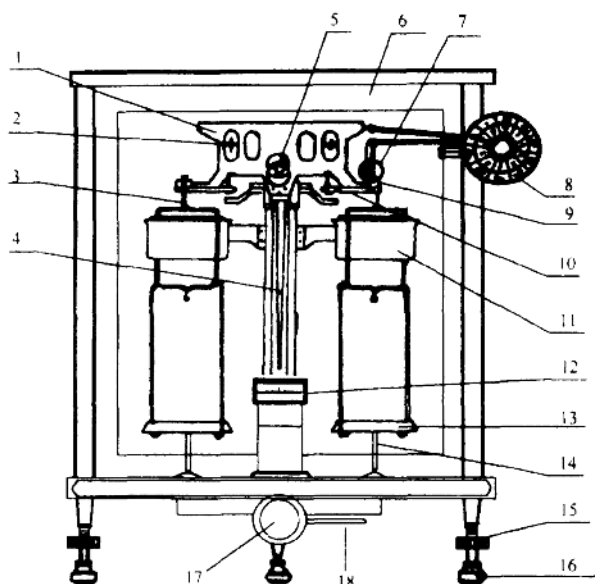


图7 半自动电光天平构造

1. 横梁 2. 平衡螺丝 3. 吊耳 4. 指针 5. 支点刀 6. 框罩
7. 环码 8. 指数盘 9. 支刀销 10. 托叶 11. 阻尼筒 12. 投影屏
13. 称盘 14. 盘托 15. 螺旋脚 16. 垫脚 17. 旋钮 18. 调零拨杆

分析天平使用前应做如下检查：

1. 使用前的检查 在天平使用前，应检查：天平是否处于水平状态；称量盘上是否清洁；横梁、吊耳、称盘安放是否正确；砝码是否齐全；环码安放位置是否合适；并做相应处理。

2. 天平零点的测定和调整 接通电源，慢慢开启升降枢，等指针摆动停止后，观察投影屏中央刻线与指针标尺的零刻度线是否重合。若未重合，可拨动升降枢旋钮旁的调零拨杆，左右移动投影屏，使其完全重合；若相差太大，则应先调节平衡螺丝。此操作应在教师指导下进行，以免损坏天平。

3. 天平灵敏度测定 在使用分析天平时，应经常测定其灵敏度，以检验天平是否符合要求。测定方法是：调好天平零点后，转动指数盘加 10mg 环码，开启天平观察光屏读数，读数在 $10.0\text{mg} \pm 0.2\text{mg}$ 范围内，天平灵敏度合格。否则应调节重心螺丝，改变重心至支点的距离，使之符合灵敏度要求。

4. 直接称量法 先在托盘天平（或台秤）上称得称量物的粗略重量，然后将称量物轻放于天平左盘中央，右盘上加放砝码。用左手慢慢地将升降枢旋钮旋至半开，观察投影屏上标尺移动情况，以判断所加砝码的轻重（指针偏左、标尺偏右，示砝码偏重），直至多加 10mg 砝码显重和少加 10mg 砝码又显轻时，完全旋开升降枢旋钮，标尺在投影屏上慢慢移动，最后停止于一点。此时右盘上所加的砝码及环码和投影屏上所显示的数值之和，即为称量物的重量。

（二）酸度计

酸度计是测量溶液 pH 值最常用的仪器之一。酸度计由指示电极（玻璃电极）、参比电

极（甘汞电极）和转换放大器组成。将玻璃电极和甘汞电极插入待测溶液构成一个原电池，该原电池的电动势决定于待测溶液的 pH 值。

酸度计上一般是把电池电动势直接用 pH 值表示出来。为了方便起见，仪器加装了定位调节器，当测量已知 pH 值的标准缓冲溶液时，利用这一调节器，把指示电表读数直接调节在标准缓冲液的 pH 值上。这样就使得在测未知溶液时，指示电表指针就可以直接指出溶液的 pH 值，省去了计算手续。一般把前一步称为“校正”，后一步称为“测量”。

实验室常用的雷磁 25 型酸度计构造见图 8。

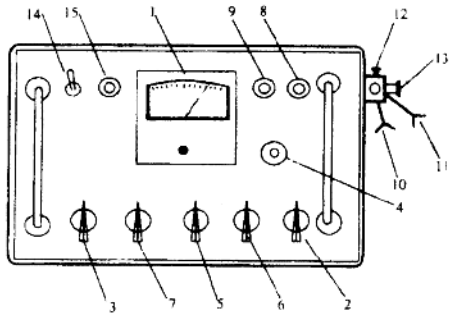


图 8 25 型酸度计构造示意图

- | | | | | |
|-----------|---------------|---------------|------------|-------------|
| 1. 指示电表 | 2. 零点调节器 | 3. 定位调节器 | 4. 读数按钮 | 5. pH-mV 开关 |
| 6. 量程选择开关 | 7. 温度补偿器 | 8. 玻璃电极插孔 | 9. 甘汞电极接线柱 | 10. 大电极夹 |
| 11. 小电极夹 | 12. 螺丝（紧固电极夹） | 13. 螺丝（紧固电极梗） | 14. 电源开关 | 15. 指示灯 |

实验一 缓冲溶液的配制和性质

【实验目的】

学习缓冲溶液的配制方法，了解缓冲溶液的性质及影响缓冲容量的因素。

【实验原理】

缓冲溶液在化学、医学及临床检验工作中经常使用，其目的是为了维持溶液（体液）的 pH 值基本恒定，由弱酸（HA）和其共轭碱（A⁻）组成的溶液就是缓冲溶液，如果弱酸的酸常数为 K_a ，配制缓冲溶液的酸浓度（ c_{HA} ）和共轭碱浓度（ c_{A^-} ）相等，则缓冲溶液的 pH 值与所取酸的体积（ V_{HA} ）和共轭碱体积（ V_{A^-} ）有下列关系：

$$pH = pK_a + \lg \frac{V_{A^-}}{V_{HA}}$$

缓冲溶液具有抗酸、抗碱及抗稀释的能力，缓冲容量就是衡量此种能力的尺度。影响缓冲容量的因素有缓冲对总浓度和缓冲比，一般缓冲对总浓度越大，缓冲能力（缓冲容量）就越大；缓冲比越接近 1，缓冲能力也越大。

【仪器和试剂】

量筒，烧杯，试管，玻璃棒，表玻璃；

甲基红指示剂，精密 pH 试纸；

HAc 溶液（ $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ， $1.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ），

NaAc 溶液（ $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ， $1.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ），

NaH_2PO_4 溶液（ $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ）， Na_2HPO_4 溶液（ $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ），

NH_4Cl 溶液（ $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ）， $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 溶液（ $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ），

HCl 溶液（ $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ），NaOH 溶液（ $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ），

【实验内容】

一、缓冲溶液的配制

已知 HAc 的 pK_a 为 4.75， H_2PO_4^- 的 pK_a 为 7.20， $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的 pK_b 为 4.74。如果分别配制 pH 值分别为 5、7、9 的三种缓冲溶液，应分别选择哪一缓冲系？如果配制 20ml 缓冲液，各需多少毫升 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的共轭酸和共轭碱？请将结果填入下表：

编号	缓冲液 pH 值	缓冲对	取共轭酸体积 (ml)	取共轭碱体积 (ml)
I	5.0	HAc ~ Ac ⁻		
II	7.0	$\text{H}_2\text{PO}_4^- \sim \text{HPO}_4^{2-}$		
III	9.0	$\text{NH}_4^+ \sim \text{NH}_3$		

根据计算结果，用量筒量取所需体积的共轭酸和共轭碱，置于烧杯中，配制三份 pH 值分别为 5、7、9 的缓冲溶液。用精密 pH 试纸分别测定* 缓冲溶液的实际 pH 值（保留溶液，供下面实验用）。

二、缓冲溶液的性质

（一）抗酸作用

* 将 pH 试纸片（约 1cm 长）放在一洁净的表玻璃上，用一干净玻璃棒蘸少许溶液，滴在 pH 试纸上，然后将试纸呈现的颜色与标准比色板对照。

取 3 支试管, 分别加入 3ml 配制的缓冲溶液。再取 1 支试管加入 3ml 水作为对照。在 4 支试管中分别加入 2 滴 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 溶液后, 用精密 pH 试纸分别测定 pH 值。

(二) 抗碱作用

取 3 支试管, 分别加入 3ml 配制的缓冲溶液。再取 1 支试管加入 3ml 水作为对照。在 4 支试管中分别加入 2 滴 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 溶液后, 用精密 pH 试纸分别测定 pH 值。

(三) 抗稀释作用

取 3 支试管, 分别加入 1ml 配制的缓冲溶液。另取 1 支试管加入 1ml pH = 4 的 HCl 溶液在 4 支试管中分别加入 10ml 水, 混匀后用精密 pH 试纸分别测定 pH 值。

分析上述实验结果, 你能得到什么结论?

三、缓冲容量

(一) 缓冲容量与缓冲对浓度的关系

取 2 个 50ml 烧杯, 其中一个烧杯中加入 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HAc 和 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaAc 溶液各 5ml; 另一烧杯中加入 $1.0\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HAc 和 $1.0\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaAc 溶液各 5ml。再分别加入 2 滴甲基红指示剂, 混匀。将 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 溶液逐滴加入两烧杯中, 直至溶液呈现黄色。记录两烧杯中需加入的 NaOH 溶液的量 (滴数)。

(二) 缓冲容量与缓冲比关系

取 2 个 50ml 烧杯, 其中一个烧杯中加入 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HAc 和 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaAc 溶液各 10ml; 另一烧杯中分别加入 18ml $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaAc 和 2ml $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HAc 溶液。混匀后用精密 pH 试纸测定溶液的 pH 值。然后每只烧杯中再分别加入 1.0ml $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 溶液, 再用精密 pH 试纸测定 pH 值。pH 值有什么变化?

解释上述实验结果。

【思考题】

1. 为什么缓冲溶液的计算 pH 值与实测 pH 值有差异?
2. 为什么缓冲溶液也具有抗稀释能力?
3. 缓冲溶液为什么具有缓冲能力? 缓冲能力与什么因素有关?

实验二 离解常数的测定

【实验目的】

了解弱电解质离解常数的测定方法, 学习移液管、容量瓶及酸度计的使用。

【实验原理】

弱电解质的离解常数是一个重要的参数, 它可以通过实验测定。例如, 醋酸 (HAc) 在水溶液中存在如下平衡关系:



或



$$K_a = \frac{[\text{Ac}^-][\text{H}^+]}{[\text{HAc}]}$$

K_a 即是醋酸的离解常数。

从上述关系式可知, 只要测定出溶液中 HAc、 Ac^- 和 H^+ 的平衡浓度, 就可以计算出 K_a 。但是在精度要求不太严格的情况下, 可以进行一些简化处理。

$$\therefore [\text{H}^+] \approx [\text{Ac}^-], [\text{HAc}] = c_{\text{HAc}} - [\text{H}^+]$$

$$\therefore K_a = \frac{[\text{H}^+]^2}{c_{\text{HAc}} - [\text{H}^+]}$$

可见,在已知 HAc 的起始浓度 c_{HAc} 的情况下,测出溶液的 pH 值,便可计算出 HAc 的 K_a 值。

【仪器和试剂】

酸度计,容量瓶 (50ml),吸量管 (10ml),移液管 (25ml),烧杯 (50ml),洗耳球;醋酸标准溶液 (约 $0.2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)。

【实验内容】

一、醋酸溶液的配制

取 3 个 50ml 容量瓶,分别加入 5.00ml, 10.00ml, 25.00ml 已知准确浓度的 HAc 溶液 (用什么仪器量取?)。加蒸馏水至容量瓶刻度线,盖紧塞子,摇匀,即制得三种浓度不同的 HAc 溶液。

二、溶液 pH 值测定

取 3 个干燥洁净的 50ml 烧杯,分别注入约 25ml 上述 3 种 HAc 溶液。按照酸度计使用方法,分别测定 3 种 HAc 溶液的 pH 值。

将测得的数据和计算结果填入下表:

编号	c_{HAc}	pH	$[\text{H}^+]$	$[\text{HAc}]$	温度	
					K_a	
					测定值	平均值
I						
II						
III						

【思考题】

1. 当溶液温度明显变化时, K_a 值有什么变化?
2. 不同浓度的 HAc 的离解常数 (K_a) 是否应该相同?
3. 在本实验中,哪些因素可能影响测定结果的准确性?

实验三 分析天平称量练习

【实验目的】

了解分析天平的构造,学习分析天平的正确使用方法。

【实验原理】

分析天平是根据杠杆原理设计的。分别将称量物品和砝码置于天平左盘和右盘,当天平梁处于平衡状态时,砝码的质量就相等于称量物的质量。

【仪器与试剂】

分析天平、称量瓶、烧杯、表面皿;铜片或锌粒、NaCl (s)。

【实验内容】

(一) 检查天平

检查天平各部件是否处于正常状态,砝码是否齐全,圈码是否齐全并是否处于正常位置。若发现异常,除应登记在登记簿上外,还须及时报告指导教师以便处理。

(二) 零点调整

插上电源,轻轻开启天平,观察光幕上微分标尺标牌是否指零。若未指零,可用零点微调杆调整至零位(允许相差 ± 2 小格)。

(三) 直接称量法练习

用洁净纸条直接拿取一洁净、干燥并有编号的表面皿(皿重教师已称量),在分析天平上准确称出表面皿的质量(与教师核对)。正确后,添加1块铜片或1粒锌粒于表面皿上,再次称量,求出铜片或锌粒的质量。

(四) 减量称量法练习

取一洁净、干燥的称量瓶,装入NaCl固体至称量瓶的1/3。用一洁净纸条夹住称量瓶放在分析天平左盘上,取下纸条,准确称量出其质量(m_1)。以左手用纸条夹紧取出称量瓶,右手用一小纸片包住瓶盖顶,取下瓶盖,用瓶盖轻敲瓶口,使样品徐徐落入烧杯中,至0.3~0.4g时将称量瓶竖起,轻敲瓶口,使口边试样落入瓶内,盖上瓶盖,再次称量(m_2)。两次称量之差($m_1 - m_2$)即为敲出样品质量(见图9)。



图9 样品倾倒方法

每人至少称取2份合格的样品。

(五) 整理

先将天平整理好,在仪器使用记录本上记录使用情况、签名。

【思考题】

1. 在用天平称量时,为什么要用一洁净纸条夹取称量瓶?
2. 天平若不处于水平位置是否可以称量?

实验四 NaOH 标准溶液的配制和标定

【实验目的】

学习碱标准溶液的配制方法,学习滴定操作方法。

【实验原理】

常用氢氧化钠溶液作为碱标准溶液。由于氢氧化钠易吸收水份和二氧化碳,故需采用标

定法配制 NaOH 标准溶液。

邻苯二甲酸氢钾是常用来标定 NaOH 溶液的基准物。可选用酚酞为指示剂。

【仪器和试剂】

台秤、分析天平、量筒、烧杯、锥形瓶（250ml）、移液管（25ml）、碱式滴定管（50ml）、洗瓶。

邻苯二甲酸氢钾（105 ~ 110°C 烘干至恒重）、氢氧化钠、酚酞指示剂（1% 乙醇溶液）。

【实验内容】

（一）NaOH 溶液的配制

1. 饱和 NaOH 溶液的配制* 在托盘天平上称取 106g 固体 NaOH 于一洁净烧杯内，慢慢加入 100ml 蒸馏水，搅拌使其尽量溶解。倒入塑料瓶中，放置数日使溶液澄清。

2. 0.1mol·L⁻¹ NaOH 溶液的配制 吸取 1.5ml 饱和 NaOH 上清液于试剂瓶中，加入蒸馏水 250ml 摇匀。

（二）邻苯二甲酸氢钾标准溶液的配制

用分析天平称取邻苯二甲酸氢钾约 2g，置于 50ml 小烧杯中，加少量蒸馏水完全溶解后转移至 100ml 容量瓶中，再用少量水洗烧杯 2 ~ 3 次，每次冲洗液均转移至容量瓶中，加水至刻度线，盖紧瓶塞，摇匀备用。

（三）NaOH 溶液的标定

1. 用移液管吸取 25.00ml 邻苯二甲酸氢钾溶液于锥形瓶中，加 2 滴酚酞指示剂。

2. 将待标定的 NaOH 溶液注入碱式滴定管内，去除气泡，调节管内液面至 0.00 刻度，把滴定管固定在滴定管夹上。

3. 从滴定管中将 NaOH 标准溶液缓缓滴入锥形瓶中，边滴边摇动，直至溶液恰好变为微红色、且半分钟内不褪色为止。记录滴定管读数。

如此平行测定三份，要求三份之间所消耗 NaOH 溶液的体积的最大差值不超过 ± 0.04ml。取其平均值，计算 NaOH 溶液的准确浓度。

【思考题】

1. 溶解基准物的水中若含有较多的 CO₂，对标定结果有什么影响？
2. 滴定分析一般分几个步骤？实验操作中应注意些什么？

实验五 水质总硬度的测定

【实验目的】

了解 EDTA 滴定法原理，巩固滴定操作。

【实验原理】

普通水（自来水、河水、井水等）中含有较多的钙盐、镁盐。所谓水的硬度就是指水中含钙盐和镁盐的量。

水的硬度有两种表示方法：

1. 将测得的 Ca²⁺、Mg²⁺ 折算成 CaCO₃ 的质量，以每升水含有 CaCO₃ 的毫克数表示硬度（mg·L⁻¹）。

* 可由实验室统一配制，并根据用量增减饱和 NaOH 溶液的体积。

2. 将测得的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 折算成 CaO 的质量, 而以每升水中含有 10mg CaO 为 1 个硬度单位, 即为 1 度。

水的总硬度可用 EDTA 滴定法测定。在 $\text{pH} = 10$ 条件下, 以铬黑 T 作为指示剂, 用 EDTA 标准溶液滴定水样。

【仪器和试剂】

酸式滴定管 (50ml)、移液管 (50ml)、锥形瓶 (250ml)、量筒 (10ml)、洗瓶、洗耳球。

EDTA 标准溶液 (约 $0.01\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$, 由实验室统一配制并标定)、 $\text{NH}_3 \sim \text{NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液 ($1.0\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$, $\text{pH} = 10$)、铬黑 T 指示剂。

【实验内容】

用移液管准确吸取水样 100.00ml , 置于锥形瓶中, 加入 $10\text{ml NH}_3 \sim \text{NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液, 再加入 3 滴铬黑 T 指示剂, 摇匀。用 EDTA 标准溶液滴至溶液由酒红色恰好变为纯蓝色。记录所消耗 EDTA 溶液的体积。

重复上述测定两次。按下列方法计算水的总硬度:

1. 以 CaCO_3 ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$) 表示

$$\text{水的总硬度 } (\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}) = \frac{c_{\text{EDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} \cdot M_{\text{CaCO}_3}}{V_{\text{水样}}} \times 10^3$$

2. 以 CaO ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$) 表示

$$\text{水的总硬度 } (\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}) = \frac{c_{\text{EDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} \cdot M_{\text{CaO}}}{V_{\text{水样}}} \times 10^3$$

3. 以硬度度数表示

$$\text{水的总硬度 (度)} = \frac{c_{\text{EDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} \cdot M_{\text{CaO}}}{10 \times V_{\text{水样}}} \times 10^3$$

【思考题】

1. 铬黑 T 指示剂如何指示终点?
2. EDTA 滴定中为什么要加缓冲溶液?
3. 水的硬度与日常生活有什么关系?

【注释】

(1) 铬黑 T 指示剂配制方法: 0.5g 铬黑 T 加 10ml 三乙醇胺和 90ml 乙醇, 充分搅拌使其溶解完全。配制的溶液不宜久放。

(2) EDTA-2Na 在水中溶解较慢, 配制时放置过夜即可全溶。

(3) 当水硬度较大时, 在 $\text{pH} = 10$ 的溶液中会有 MgCO_3 、 CaCO_3 沉淀析出, 滴定至终点时, 常出现返回现象, 使终点难以确定, 结果重复性差。在这种情况下, 可修改操作如下:

量取水样 50.00ml 于锥形瓶中, 投入一小块刚果红试纸, 用 HCl 酸化至试纸变蓝色, 振荡几分钟, 再加入缓冲溶液和指示剂, 然后用 EDTA 标准溶液滴定。

实验六 熔点的测定

【实验目的】

掌握有机化合物熔点的测定方法。

【实验原理】