

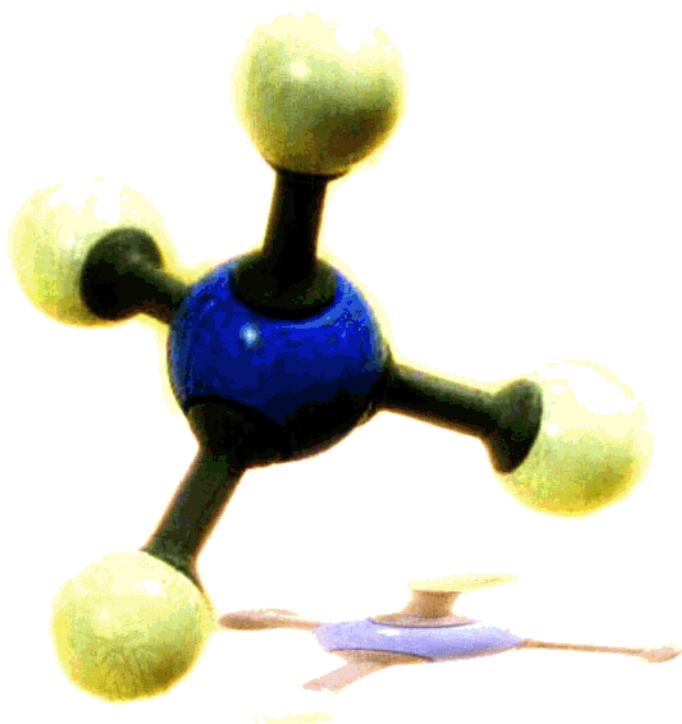


面向21世纪课程教材

中医药基础化学实验

(供中药、药学、制药工程、医药营销专业用书)

主编 黄桂林



中国协和医科大学出版社

前 言

化学是一门以实验为基础的科学,实验在化学教学中具有重要的地位。随着化学学科迅速发展,不断改革和提高化学实验课的教学质量,以培养学生既有扎实的基础理论知识,又具有良好实验技能,使学生在药学、中药领域中更全面、更迅速、更深入地掌握药学、中药知识的一个重要环节,特别是我院开展教学改革以来,对发展各学科组建设、对教学质量都提出更高的要求,开设了基础化学实验课。基础化学实验课由原无机化学、有机化学、分析化学、物理化学四门课程的实验课所组成。为配合这一改革,我们编写这一实验教材,旨在为教学改革贡献一点微薄之力。

全书分基本知识、基本操作、实验内容和附录四个部分。实验内容又根据由浅入深、循序发展、充分应用现代实验技术手段的原则分为三个阶段:①基础实验:要求学生掌握化学实验的基本操作。如试管反应、玻璃仪器洗涤、玻璃工、天平使用、移液管使用、滴定管使用、溶液配制、溶液浓度的标定等;②中级实验:要求学生掌握有机合成单元反应的操作,对现代仪器的使用操作能力的培养,以及物理常数的测定技能;③综合实验:主要有设计性实验,提高学生独立思考能力和设计实验能力;有机多步合成和有机化合物(药物)的系列实验,培养学生综合实验技能和系统实验的能力;应用物化实验手段与有机合成相结合的实验,增加学生反复使用近代仪器的能力和分析问题、解决问题能力。

本教材采取加强基础,减少重复,循序渐进,扩展现代实验技术手段,开拓和加强综合实验的能力,所以对现代实验仪器的应用安排较多,使学生有反复训练的机会。“综合实验”内容旨在提高学生的独立操作、综合分析和解决问题的能力。

本教材编写过程中自始至终得到学院领导和药学系领导的大力支持和关怀,得到教材设备处和教务处领导的鼎力相助和具体指导,得到化学学科组老师们的积极参与,特别是姚松林教授、洪德臣教授对本书进行认真审阅并提出宝贵意见,在此一并表示感谢。

本书参阅了兄弟院校教材,从中吸取先进经验和内容,对此,特致谢意。

限于编者水平,书中可能存在疏漏或错误,敬请广大读者批评指正。

编 者

目 录

第一部分 基本知识	(1)
一、安全知识	(1)
(一) 化学实验室安全守则	(1)
(二) 学生实验守则	(2)
(三) 实验室意外事故处理	(2)
(四) 实验室常见废物的处理	(5)
二、化学实验的学习方法	(6)
三、化学实验中的测量误差与有效数字	(7)
(一) 误差的分类、起因及消除方法	(7)
(二) 准确度与精密度	(8)
(三) 误差的表示方法	(8)
(四) 有效数字	(10)
四、化学实验中的数据表达和处理	(12)
(一) 列表法	(13)
(二) 作图法	(13)
(三) 作图法的几种用途	(14)
五、化学手册、文献、药典等使用简介	(15)
(一) 工具书、参考书	(15)
(二) 文献	(16)
(三) 药典	(16)
第二部分 基本操作	(17)
一、常用普通玻璃仪器的认识	(17)
二、玻璃仪器的洗涤、干燥	(19)
(一) 仪器的洗涤	(19)
(二) 仪器内沉淀垢迹的洗涤方法	(20)
(三) 仪器的干燥	(20)
三、化学试剂的存放、取用	(21)
(一) 固体的存放	(21)
(二) 固体试剂取用法	(21)
(三) 液体试剂取用法	(21)
(四) 溶液的配制	(23)
四、称量	(23)
(一) 托盘天平	(23)
(二) 扭力天平	(24)
(三) 普通化学天平	(25)

(四) 电光天平·····	(26)
五、度量仪器的使用·····	(26)
(一) 液体体积的量度·····	(26)
(二) 温度计的使用·····	(29)
六、加热操作·····	(30)
(一) 灯的使用·····	(30)
(二) 加热操作·····	(32)
七、溶解、蒸发、结晶和固液分离·····	(34)
(一) 固体的溶解·····	(34)
(二) 蒸发·····	(34)
(三) 浓缩与结晶·····	(34)
(四) 固液分离·····	(35)
八、过滤操作·····	(36)
(一) 常压过滤·····	(36)
(二) 减压过滤·····	(37)
(三) 热过滤·····	(38)
九、气体的发生、净化、干燥与收集·····	(38)
(一) 气体的发生·····	(38)
(二) 气体的净化和干燥·····	(40)
(三) 气体的收集·····	(41)
(四) 气体钢瓶的使用·····	(41)
十、用试纸检试溶液及气体的性质·····	(42)
(一) 用试纸检试溶液的性质·····	(42)
(二) 用试纸检试气体·····	(42)
十一、试管的使用·····	(43)
(一) 往试管中滴加溶液进行反应的方法·····	(43)
(二) 加热试管中的液体·····	(43)
(三) 往试管中加入固体·····	(43)
(四) 烤干试管·····	(43)
(五) 加热试管中的固体·····	(43)
十二、玻璃加工操作·····	(43)
(一) 玻璃管(棒)的截断、熔光和缘口·····	(43)
(二) 玻璃管的弯曲·····	(45)
(三) 玻璃管(棒)的拉伸·····	(45)
十三、塞子打孔操作·····	(47)
(一) 塞子的种类·····	(47)
(二) 塞子的钻孔·····	(47)
(三) 玻璃导管与塞子的连接·····	(48)
十四、蒸馏操作·····	(48)

(一) 基本原理·····	(48)
(二) 仪器及装置·····	(50)
(三) 蒸馏操作·····	(51)
(四) 注意事项·····	(52)
十五、分馏操作·····	(53)
(一) 基本原理·····	(53)
(二) 简单分馏仪器及装置·····	(55)
(三) 简单分馏操作·····	(58)
(四) 注意事项·····	(59)
(五) 精密分馏·····	(59)
(六) 精密分馏操作·····	(63)
十六、水蒸气蒸馏操作·····	(65)
(一) 基本原理·····	(65)
(二) 仪器及装置·····	(66)
(三) 水蒸气蒸馏操作·····	(66)
(四) 注意事项·····	(68)
十七、减压蒸馏操作·····	(68)
(一) 基本原理·····	(69)
(二) 仪器及装置·····	(70)
(三) 减压蒸馏操作·····	(74)
(四) 注意事项·····	(75)
十八、萃取·····	(75)
(一) 基本原理·····	(75)
(二) 仪器及装置·····	(76)
(三) 萃取的操作·····	(76)
(四) 注意事项·····	(79)
十九、重结晶·····	(79)
(一) 基本原理·····	(79)
(二) 仪器及装置·····	(81)
(三) 重结晶操作·····	(81)
二十、升华·····	(82)
(一) 基本原理·····	(83)
(二) 仪器及装置·····	(84)
(三) 升华操作·····	(84)
(四) 注意事项·····	(85)
二十一、热浴与冷却·····	(85)
(一) 热浴·····	(85)
(二) 冷却·····	(86)
二十二、干燥与干燥剂·····	(87)

(一) 液体的干燥·····	(87)
(二) 固体的干燥·····	(88)
(三) 干燥器的使用·····	(89)
二十三、搅拌和搅拌器·····	(89)
(一) 人工搅拌·····	(89)
(二) 电动搅拌器·····	(89)
(三) 磁力搅拌器·····	(90)
二十四、薄层色谱法中的薄层板的制备·····	(91)
(一) 吸附剂及选择·····	(91)
(二) 铺板方法·····	(92)
(三) 薄层自动铺板器·····	(93)
二十五、化学实验室的基本设置及使用·····	(94)
1. 电烘箱 ·····	(94)
2. 电热恒温箱 ·····	(96)
3. 电热恒温水浴 ·····	(96)
4. 抽气泵和真空泵 ·····	(96)
5. 离心机 ·····	(97)
6. 稳压电源与变压器 ·····	(98)
7. 气流干燥器 ·····	(99)
8. 电冰箱 ·····	(99)
9. 灭火器材 ·····	(99)
第三部分 实验内容·····	(101)
基础实验·····	(101)
实验一 玻璃管(棒)用具的制作·····	(101)
实验二 一般浓度的溶液配制及过滤操作训练·····	(103)
实验三 化学反应速度与化学平衡·····	(105)
实验四 溶液浓度的标定和滴定操作训练·····	(106)
实验五 电解质溶液·····	(109)
实验六 溶度积常数的测定·····	(112)
实验七 弱酸电离常数的测定·····	(116)
实验八 氧化——还原反应·····	(119)
实验九 药用氯化钠的制备、性质与杂质限度检查·····	(123)
实验十 配合物的生成、性质与应用·····	(126)
实验十一 硫酸亚铁铵的制备·····	(128)
实验十二 混合未知液的分离和检出·····	(129)
实验十三 硫酸铜中结晶水及其脱水温度的测定 (计算机模拟实验) ·····	(131)
实验十四 水的净化(离子交换法) ·····	(134)
实验十五 熔点的测定·····	(140)

实验十六	沸点的测定	(147)
实验十七	化合物元素定性分析	(149)
实验十八	分析天平的构造和使用方法	(152)
实验十九	葡萄糖干燥失重测定	(158)
实验二十	容量分析器皿及其使用和校正	(159)
实验二十一	0.1mol/L HCl 标准溶液的配制与标定	(167)
实验二十二	药用 NaOH 的含量测定	(169)
实验二十三	0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液的配制与标定	(170)
实验二十四	枸橼酸的含量测定	(171)
实验二十五	0.1mol/L 高氯酸标准溶液的配制与标定	(172)
实验二十六	枸橼酸钠的含量测定	(173)
实验二十七	银量法标准溶液的配制与标定	(175)
实验二十八	盐酸麻黄碱片的含量测定	(176)
实验二十九	EDTA 标准液的配制与标定	(178)
实验三十	中药白矾中硫酸铝钾的含量测定 (配合量法)	(179)
实验三十一	0.1mol/L 硫代硫酸钠标准液的配制与标定	(180)
实验三十二	硫酸铜的含量测定 (滴定碘法)	(182)
实验三十三	0.05mol/L 碘标准溶液的配制与标定	(183)
实验三十四	维生素 C 片的含量测定	(184)
实验三十五	0.02mol/L KMnO_4 标准溶液的配制与标定	(186)
实验三十六	硫酸亚铁含量测定	(187)
中级实验		(188)
实验三十七	正溴丁烷的制备	(188)
实验三十八	乙醚的制备	(190)
实验三十九	环己酮的制备	(193)
实验四十	己二酸的制备	(196)
实验四十一	乙酸乙酯的制备	(198)
实验四十二	肉桂酸的制备	(200)
实验四十三	苯胺的制备	(201)
实验四十四	乙酰苯胺的制备	(204)
实验四十五	甲基橙的制备	(206)
实验四十六	对氨基苯磺酸的制备	(208)
实验四十七	环己烷共沸除水法制备苯甲酸乙酯	(210)
实验四十八	橙皮中提取柠檬烯	(212)
实验四十九	薄荷油的提取	(214)
实验五十	从黄连中提取黄连素	(215)
实验五十一	从黑胡椒中提取胡椒碱	(217)
实验五十二	从红辣中分离红色素	(219)
实验五十三	有机化合物性质实验 (I) (卤烃、醇、酚、醚、醛、酮)	(222)

实验五十四	有机化合物性质实验(Ⅱ)(羧酸、羧酸衍生物、取代酸)	(227)
实验五十五	pH计性能检定及用pH计测定溶液的pH值	(232)
实验五十六	磷酸的电位滴定	(239)
实验五十七	永停滴定法标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液	(240)
实验五十八	弱碱离解常数的测定及其数据的计算机处理	(241)
实验五十九	线性滴定微机处理作图法测定硼酸的含量	(245)
实验六十	紫外分光光度计的性能检定	(249)
实验六十一	高锰酸钾的吸收曲线的绘制和比色测定	(251)
实验六十二	$V_{\text{m}2}$ 注射液的鉴别和含量测定	(253)
实验六十三	柱色谱—紫外分光光度测定左金丸中盐酸小檗碱的含量	(255)
实验六十四	双波长法测定安钠加注射液中咖啡因和苯甲酸钠的含量	(256)
实验六十五	导数光谱法测定安钠加注射液中咖啡因的含量	(258)
实验六十六	红外分光光度计的性能检定	(259)
实验六十七	样品的红外光谱的测定	(260)
实验六十八	硫酸奎宁激光谱和发射光谱的绘制	(264)
实验六十九	荧光分光光度法测定 V_{m} 的含量	(267)
实验七十	原子吸收光谱法测定上清丸中微量元素含量	(269)
实验七十一	原子吸收分光光度法测定水中钙(镁)的含量	(270)
实验七十二	氧化铝活度测定(柱色谱法)	(272)
实验七十三	中药大黄的薄层色谱鉴别	(273)
实验七十四	大黄中大黄素的薄层扫描定量测定	(275)
实验七十五	薄层扫描法测定九分散中的宁的含量	(277)
实验七十六	气相色谱仪性能检定	(278)
实验七十七	气相色谱法定量分析(外标法)	(284)
实验七十八	气相色谱法定量分析(归一化法)	(285)
实验七十九	内标法测定酊剂中乙醇的含量	(286)
实验八十	气相色谱法测定牛黄解毒片中冰片的含量	(288)
实验八十一	高效液相色谱仪性能检定	(289)
实验八十二	高效液相法测定加味消遥丸中丹皮酚的含量	(292)
实验八十三	高效液相法测定APC片剂的含量	(294)
实验八十四	核磁共振仪性能检定	(297)
实验八十五	溶解热的测定	(300)
实验八十六	液体饱和蒸汽压的测定	(304)
实验八十七	双液系的气液平衡相图	(309)
实验八十八	二组份固液平衡相图	(312)
实验八十九	电解质溶液电导的测定及应用	(314)
实验九十	原电池电动势的测定及应用	(318)
实验九十一	蔗糖转化反应及半衰期的测定	(323)
实验九十二	乙酸乙酯皂化反应速率常数和活化能的测定	(325)

实验九十三	溶液表面吸附的测定	(328)
实验九十四	比表面测定——溶液吸附法	(333)
实验九十五	溶胶的制备、净化和性质研究	(337)
实验九十六	粘度法测定高聚物的相对分子量	(341)
综合实验		(345)
实验九十七	氯化铵的制备 (设计性实验)	(345)
实验九十八	NaH_2PO_4 和 Na_2HPO_4 混合物中各组分 含量的测定 (设计性实验)	(346)
实验九十九	溶解度的测定 (设计性实验)	(348)
实验一百	苯佐卡因的制备 (有机多步合成)	(350)
实验一百〇一	甜味剂 P4000 的制备 (有机多步合成)	(355)
实验一百〇二	阿司匹林的制备、鉴定、杂质检查、含量测定	(357)
实验一百〇三	咖啡因的提取、鉴定、杂质检查、含量测定	(360)
实验一百〇四	从肉柱中分离肉桂醛和波谱分析	(363)
实验一百〇五	肉桂皮中香精油的提取和结构鉴定	(365)
实验一百〇六	光谱法研究溶液中的化学反应	(367)
实验一百〇七	典型复杂反应动力学研究	(371)
实验一百〇八	催化反应动力学过程和催化剂评价研究	(375)
实验一百〇九	环戊二烯与对苯二醌的反应及速率常数的测定	(380)
第四部分	附录	(382)
附录一	国际原子量表 (1981)	(382)
附录二	常用式量表	(384)
附录三	化学试剂的规格	(386)
附录四	常用酸碱试剂的含量与密度	(386)
附录五	常用酸碱指示剂及配制	(387)
附录六	常用缓冲溶液的 pH 范围及配制	(389)
附录七	某些常用试剂的配制	(390)
附录八	常用基准物的干燥条件和应用	(393)
附录九	弱酸弱碱的离解常数	(394)
附录十	常用有机溶液的折光率	(395)
附录十一	常用有机溶剂的沸点 密度	(395)
附录十二	附录难溶化合物的溶度积	(396)
附录十三	物理化学常数	(398)
附录十四	能量单位换算	(398)
附录十五	低共熔混合物的组成和低共熔温度	(399)
附录十六	某些物质在沸点时的气化热	(399)
附录十七	不同温度下 200ml 水中 KCl 的溶解热	(399)
附录十八	不同温度下 KCl 溶液的电导率	(400)
附录十九	298.15K 无限稀释时一些离子的摩尔电导	(400)

附录二十	298K 时电解质水溶液的摩尔电导率	(401)
附录二十一	几种阳离子的迁移数	(401)
附录二十二	不同温度下水的表面张力	(401)
附录二十三	不同温度下水的饱和蒸气压	(402)
附录二十四	不同温度下水的粘度	(403)
附录二十五	不同温度下水的密度	(403)
附录二十六	不同温度下水的折光率	(403)
附录二十七	化学实验中计算机程序	(404)

第一部分 基本知识

一、安全知识

(一) 化学实验室安全守则

化学实验室中许多试剂易燃、易爆，具有腐蚀性和毒性，存在着不安全因素，所以进行化学实验时，必须重视安全问题，绝不可麻痹大意。每次实验前应掌握本实验的安全注意事项。在实验过程中要严格遵守安全守则，避免事故的发生。

化学实验室安全守则如下：

1. 必须熟悉实验室环境，了解与安全有关的一切设施（如电闸、水管阀门、煤气管阀门、急救箱和消防用品）等的位置和使用方法。

2. 实验室内严禁吸烟、饮食、打闹。

3. 水、电、气使用完毕立即关闭。

4. 洗液、浓酸、浓碱具有强腐蚀性，应避免溅落在皮肤、衣服、书本上，更应防止溅入眼睛。

5. 注意安全操作，具体要求如下：

(1) 能产生有刺激性或有毒气体的实验，都应在通风橱内进行。

(2) 具有易挥发和易燃物质的实验，都应在远离火源的地方进行，最好在通风橱内进行。

(3) 钾、钠、白磷如暴露在空气中易燃烧，所以钾、钠应保存在煤油中，白磷则可保存在水中。取用时，需用镊子。一些有机溶液（如乙醚、乙醇、丙酮、苯等）极易引燃，使用时必须远离明火，用毕即盖紧瓶塞。

(4) 不纯的氢气遇火易爆炸，操作时必须严禁接近烟火。在点燃前，必须先检验并确保纯度。银氨溶液不能保存，因久置后也易爆炸。某些强氧化剂（如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等）或其混合物不能研磨，否则将引起爆炸。

(5) 将玻璃管（棒）或温度计插入塞中时，应先检查塞孔大小是否合适，玻璃是否平光，并用布裹住或涂些甘油等润滑剂后旋转而入。握玻璃管（棒）的手应靠近塞子，防止因玻璃管折断而割伤皮肤。

(6) 加热试管时，不要将试管口对着自己或别人，也不要俯视正在加热的液体，以免液体溅出受到伤害。

(7) 嗅闻气体时，应用手轻拂气体，把少量气体扇向自己再闻。

(8) 有毒试剂（如氰化物、汞盐、铅盐、钡盐、重铬酸钾等）不得进入口内或接触伤口，也不能随便倒入下水道，应回收统一处理。

(9) 稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢注入水中，并不断搅动。切勿将水倒入浓硫酸中，以免迸溅，造成灼伤。

(10) 禁止任意混合各种试剂药品, 以免发生意外事故。

(11) 估计可能发生危险的实验, 在操作时应使用防护眼镜、面罩、手套等防护设备。

6. 实验室所有药品、仪器不得带出室外。

7. 实验完毕, 应将实验桌整理干净, 洗净双手, 关闭水、电、煤气等阀门后才能离开实验室。

(二) 学生实验守则

1. 实验前必须认真预习, 写出预习报告。进入实验室后首先熟悉实验室环境和各种设施的位置, 清点仪器和药品。

2. 实验过程中应仔细观察实验现象, 完整、准确、诚实地记录原始数据。

3. 使用玻璃仪器要小心谨慎, 如有损坏, 应立即报告教师填表补领; 使用精密仪器时, 必须严格按照操作规程, 遵守注意事项, 如发现异常情况或出现故障, 不得擅自拆卸, 应立即停止使用, 报告老师, 找出原因, 排除故障。

4. 使用试剂时应注意以下几点:

(1) 试剂应按书中规定的规格、浓度和用量取用, 避免浪费。

(2) 公用试剂使用时一般不要从架上取下, 若已取下, 用后应立即放回原处。

(3) 试剂瓶的滴管和瓶塞是配套使用的, 用后立即放回原处, 避免混错, 沾污试剂。

5. 化学实验涉及有毒品以及易燃、易爆药品时, 必须注意安全操作, 遵从教师的指导。

6. 实验结束后, 应仔细清洗仪器, 打扫卫生。

(三) 实验室意外事故处理

1. 火灾的预防和着火处理

(1) 实验中使用的有机溶剂大多是易燃的。因此, 着火是化学实验中常见的事故。防火的基本原则是使火源与溶剂尽可能离得远些。盛有易燃有机溶剂的容器不得靠近火源, 数量较多的易燃有机溶剂应放在危险药品橱内。

回流或蒸馏液体时应放沸石, 以防溶液因过热暴沸而冲出。若在加热后发现未放沸石, 则应停止加热, 待稍冷后再放。否则在过热溶液中加入沸石会导致液体迅速沸腾, 冲出瓶外而引起火灾。不要用火焰直接加热烧瓶, 而应根据液体沸点高低使用石棉网、油浴或水浴。冷凝水要保持畅通, 若冷凝管忘记通水, 大量蒸气来不及冷凝而逸出也易造成火灾。

(2) 易燃有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)在室温时即具有较大的蒸气压。空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时, 遇有明火即发生燃烧爆炸。而且, 有机溶剂蒸气都较空气的比重大, 会沿着桌面或地面飘移至较远处, 或沉积在低洼处。因此, 切勿将易燃溶剂倒入废物缸中, 更不能用开口容器盛放易燃溶剂。倾倒易燃溶剂应远离火源, 最好在通风橱中进行。蒸馏易燃溶剂(特别是低沸点易燃溶剂), 整套装置勿漏气, 接受器支管应与橡皮管相连, 使余气通往水槽或室外。常用易燃溶剂蒸气爆炸极限见表1-1。

(3) 使用易燃、易爆气体, 如氢气、乙炔等时要保持室内空气畅通, 严禁明火, 并应防止一切火星的发生, 如由于敲击、鞋钉摩擦、马达炭刷或电器开关等所产生的火花。易燃气体爆炸极限见表1-2。

表 1-1 常用易燃溶剂蒸气爆炸极限

名 称	沸 点 (°C)	闪燃点 (°C)	爆炸范围 (体积%)
甲 醇	64.96	11	6.72 ~ 36.50
乙 醇	78.5	12	3.28 ~ 18.95
乙 醚	34.51	- 45	1.85 ~ 36.5
丙 酮	56.2	- 17.5	2.55 ~ 12.80
苯	80.1	- 11	1.41 ~ 7.10

表 1-2 易燃气体爆炸极限

气 体	空气中的含量 (体积%)
空气 (H_2)	4 ~ 74
一氧化碳 (CO)	12.50 ~ 74.20
氨 (NH_3)	15 ~ 27
甲烷 (CH_4)	4.5 ~ 13.1
乙炔 ($CH \equiv CH$)	2.5 ~ 80

(4) 煤气开关应经常检查, 并保持完好。煤气灯及其橡皮管在使用时亦应仔细检查。发现漏气应立即熄灭火源, 打开窗户, 用肥皂水检查漏气地方。若不能自行解决者, 应应急告有关单位马上抢修。

(5) 常压操作时, 应使全套装置有一定的地方通向大气, 切勿造成密闭体系。减压蒸馏时, 要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接受器, 不可用锥形瓶, 否则可能会炸裂。加压操作时 (如高压釜、封管等) 应经常注意釜内压力有无超过安全负荷, 选用封管的玻管厚度是否适当、管壁是否均匀, 并要有一定的防护措施。

(6) 有些有机化合物遇氧化剂时会发生猛烈爆炸或燃烧, 操作时应特别小心。存放药品时, 应将氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化剂和有机药品分开存放。

(7) 开启贮有挥发性液体的瓶塞和安瓿时, 必须先充分冷却然后开启 (开启安瓿时需要用布包裹), 开启时瓶口必须指向无人处, 以免由于液体喷溅而遭致伤害。如遇瓶塞不易开启, 必须注意瓶内贮物的性质, 切不可贸然用水加热或乱敲瓶塞等。

(8) 有些实验可能生成有危险性的化合物, 操作时需特别小心。有些类型的化合物具有爆炸性, 如叠氮化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等, 使用时须严格遵守操作规程。有些有机化合物如醚或共轭烯烃, 久置后会生成易爆炸的过氧化物, 须特殊处理后才能应用。

(9) 如一旦发生了火灾,应保持沉着镇静,不必惊慌失措,并立即采取各种相应措施,以减少事故损失。首先,应立即熄灭附近所有火源(关闭煤气),切断电源,并移开附近的易燃物质。少量溶剂(几毫升)着火,可任其烧完。锥形瓶内溶剂着火可用石棉网或湿布盖熄。小火可用湿布或黄砂盖熄。火较大时应根据具体情况采用下列灭火器材:

四氯化碳灭火器:用以扑灭电器内或电器附近之火,但不能在狭小和通风不良的实验室中应用,因为四氯化碳在高温时生成剧毒的光气;此外,四氯化碳和金属钠接触也要发生爆炸。使用时只须连续抽动唧筒,四氯化碳即会由喷嘴喷出。

二氧化碳灭火器:是有机实验室中最常用的一种灭火器,它的钢筒内装有压缩的液态二氧化碳,使用时打开开关,二氧化碳气体即会喷出,用以扑灭有机物及电器设备的着火。使用时应注意,一手提灭火器,一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上。因喷出的二氧化碳压力骤然降低,温度也骤降,手若握在喇叭筒上易被冻伤。

泡沫灭火器:内部分别装有含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液,使用时将筒身颠倒,两种溶液立即反应生成硫酸氢钠、氢氧化铝及大量二氧化碳。灭火器筒内压力突然增大,大量二氧化碳泡沫喷出。非大火通常不用泡沫灭火器,因后处理较麻烦。

无论用何种灭火器,皆应从火的四周开始向中心扑灭。

油浴和有机溶剂着火时绝对不能用水浇,因为这样反而会使火焰蔓延开来。

若衣服着火,切勿奔跑,用厚的外衣包裹使熄。较严重者应躺在地上(以免火焰烧向头部)用防火毯紧紧包住,直至火熄,或打开附近的自来水开关用水冲淋熄灭。烧伤严重者应急送医疗单位。

2. 割伤 取出伤口中的玻璃或固体物,用蒸馏水洗后涂上红药水,用绷带扎住。大伤口则应先按紧主血管以防止大量出血,急送医疗单位。

3. 烫伤 轻伤涂以玉树油或鞣酸油膏,重伤涂以烫伤油膏后送医疗单位。

4. 试剂灼伤

酸:立即用大量水洗,再以3%~5%碳酸氢钠溶液洗,最后用水洗。严重时要消毒,拭干后涂烫伤油膏。

碱:立即用大量水洗,再以2%醋酸液洗。最后用水洗。严重时同上处理。

溴:立即用大量水洗,再用酒精擦至无溴液存在为止,然后涂上甘油或烫伤油膏。

钠:可见的小块用镊子移去,其余与碱灼伤处理相同。

5. 试剂溅入眼内 任何情况下都要先洗涤,急救后送医疗单位。

酸:用大量水洗,再用1%碳酸氢钠溶液洗。

碱:用大量水洗,再用1%硼酸溶液洗。

溴:用大量水洗,再用1%碳酸氢钠溶液洗。

玻璃:用镊子移去碎玻璃,或在盆中用水洗,切勿用手揉动。

6. 中毒 溅入口中尚未咽下者应立即吐出,用大量水冲洗口腔。如已吞下,应根据毒物性质给以解毒剂,并立即送医疗单位。

腐蚀性毒物:对于强酸,先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒皆再给以牛奶灌注,不要吃呕吐剂。

刺激剂及神经性毒物:先给牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓和,再用一大匙硫酸镁

(约 30g) 溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐, 然后立即送医疗单位。

吸入气体中毒者, 将中毒者移至室外, 解开衣领及钮扣。吸入少量氯气或溴者, 可用碳酸氢钠溶液漱口。

7. 触电预防和处理

(1) 使用电器时, 应防止人体与电器导电部分直接接触, 不能用湿的手或手握湿物接触电插头。为了防止触电, 装置和设备的金属外壳等都应连接地线。实验后应切断电源, 再将连接电源的插头拔下。

(2) 触电后, 首先切断电源, 施行人工呼吸或请医生救护。如果不便切断电源, 可尽快用绝缘物(干木棒、干竹竿等)使触电者与电源隔离, 然后进行救护。

8. 实验室急救用具 为处理事故需要, 实验室应有急救箱, 内置有以下一些物品:

(1) 绷带、纱布、棉花、橡皮膏、医用镊子、剪刀等。

(2) 凡士林、玉树油或鞣酸油膏、烫伤油膏及消毒剂等。

(3) 醋酸溶液 (2%)、硼酸溶液 (1%)、碳酸氢钠溶液 (1% 及饱和的)、酒精、甘油、红汞、龙胆紫等。

另外还应备有四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器和泡沫灭火器。

(四) 实验室常见废物的处理

化学实验中经常会产生各种有毒的废气、废液和废渣 (简称三废)。如果对其不加处理而任意排放, 不仅污染周围空气、水源和环境, 造成公害, 而且三废中的有用或贵重成分未能回收, 在经济上也是个损失。因此化学实验室三废的处理是很重要的问题。

1. 有毒废气的排放 产生少量有毒气体的实验可在通风橱中进行, 有毒气体通过排风设备可排至室外 (被大量空气稀释), 确保室内空气不被污染。产生大量有毒气体或剧毒气体的实验, 必须有吸收或处理有毒气体的措施。例如 Cl_2 、 H_2S 、 SO_2 、 NO_2 、 HF 、 HCN 等酸性气体用碱液吸收后排放; NH_3 用 H_2SO_4 溶液吸收后排放; CO 可点燃转化为 CO_2 气体后再排放。

2. 废渣、废液的处理、回收 实验室中少量有毒废渣应集中深埋于指定的地点。有回收价值的废渣应回收利用。下面介绍几种常见废液的处理。

(1) 废酸 (或废碱) 液的处理: 将含酸废液和含碱废液中和, 剩余的酸或碱可用 NaOH [或 $\text{Ca}(\text{OH})_2$] 或 H_2SO_4 调至 $\text{pH} = 6 \sim 8$ 后排放。如果废酸液或废碱液中含废渣应过滤后排放。

(2) 含铬废液的处理: 含铬废液大量的是含铬废洗液。一般有二种处理方法: ①在酸性含铬废液中加入 FeSO_4 , 将 $\text{Cr}(\text{VI})$ 还原为 Cr^{3+} , 然后加入 NaOH (或 Na_2CO_3) 调节溶液至 $\text{pH} = 6 \sim 8$, 加热至 80°C 左右, 通入适量空气, 使 Cr^{3+} 以 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 的形式与 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 一起沉淀而除去; ②用 KMnO_4 氧化法将含铬废洗液再生。方法是将废洗液在 $110 \sim 130^\circ\text{C}$ 下浓缩, 待冷却至室温后, 加入 KMnO_4 粉末, 注意边加边搅拌至溶液呈微紫色为止。然后加热至有 SO_3 产生, 停止加热。稍冷后用玻璃砂漏斗抽滤, 除去沉淀物。滤液冷却后析出 CrO_3 沉淀。在含 CrO_3 沉淀的溶液中加入适量浓 H_2SO_4 后又成洗液。

(3) 含氰废液的处理: 少量含氰废液可用 NaOH 调节溶液的 pH 值, 在 $\text{pH} > 10$ 的条件下, 加入适量 KMnO_4 将 CN^- 氧化。较大的含氰废液可用次氯酸盐进行处理。方法是在

pH > 10 的条件下, 加入足量的次氯酸盐溶液, 充分搅拌后放置一夜, 使氰化物完全分解为 CO_2 和 N_2 , 最后将处理液中和至 pH = 6~8 后排放。

(4) 含汞废液的处理: 含汞废液处理方法较多, 实验室处理少量含汞废液常采用化学沉淀法。此法是在含 Hg^{2+} 废液中加入 Na_2S , 使 Hg^{2+} 形成难溶的 HgS 后从废液中将其除去。为确保处理后的清液达到排放标准 (Hg^{2+} 含量 $\leq 0.02\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$), 要求加入过量的 Na_2S , 但过量的 Na_2S 又易导致 HgS 生成 $[\text{HgS}_2]^{2-}$ 而溶解, 影响处理效果。为解决这一问题, 可在含 Hg^{2+} 废液中加入适量的对水质影响不大的 FeSO_4 , 使 Fe^{2+} 与过量 Na_2S 作用, 生成 FeS 沉淀, 起到吸附 HgS 而又加速 HgS 沉淀的作用。沉淀过滤后, 少量残渣应深埋于地下。如果残渣量较多时, 可用焙烧法回收汞。

目前较好的处理方法是离子交换法, 该法处理效率高, 但成本较高, 少量含汞废液的处理不宜采用此法。

(5) 含重金属离子废液的处理: 处理含重金属离子废液最经济、有效的方法是加入 Na_2S (或 NaOH), 使重金属离子形成难溶性的硫化物 (或氢氧化物) 而分离除去。

(6) 含砷废液的处理: 实验室中采用石灰法处理含砷废液。方法是在含砷废液中加入 Fe^{3+} 盐, 并加入石灰乳使溶液至碱性, 新生成的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 与难溶性的亚砷酸钙或砷酸钙发生共沉淀和吸附作用, 从而除去砷。



此外, 还可利用硫化砷的难溶性, 在含砷废液中通入 H_2S 或加入 Na_2S 除去含砷化合物。

二、化学实验的学习方法

实验主要由学生独立完成, 因此实验效果与正确的学习态度和学习方法密切相关。关于大学化学实验的学习方法, 应抓住下述三个环节。

1. 预习 预习是实验前必须完成的准备工作, 是做好实验的前提。但是, 这个环节往往没有引起学生足够的重视, 甚至不预习就进实验室, 对实验的目的、要求和内容不清楚, 结果是浪费了时间和药品。为了确保实验质量, 实验前任课教师要检查每个学生的预习情况。

实验预习一般应达到下列要求:

(1) 阅读实验教材, 明确本次实验的目的及全部内容 (若有电视录像或 CAI 应在指定时间、指定地点去观看, 不可缺席)。

(2) 掌握本次实验主要内容, 阅读实验中有关实验操作技术及注意事项。

(3) 按教材规定设计实验方案。回答实验教材中“本实验前应准备的问题”。

(4) 写出实验预习报告。预习报告是进行实验的依据, 因此预习报告应包括简要的实验步骤与操作、需要记录的实验现象、记录测量数据的表格以及定量实验的计算公式等。

2. 实验操作 实验是培养独立工作和思维能力的重要环节, 必须认真、独立地完成。

(1) 按照教材内容, 认真操作, 细心观察, 一丝不苟, 如实将实验现象、数据记录填写在预习报告中, 这是养成良好科学学习习惯必需的训练。

(2) 对于设计性实验, 审题要确切, 方案要合理, 现象要清晰。在实验中发现设计方

案存在问题时,应找出原因,及时修改方案,直至达到满意的结果。

(3) 在实验中遇到疑难问题或者“反常现象”,应认真分析操作过程,思考其原因。为了正确说明问题,可在教师指导下,重做或补充进行某些实验。自觉养成研究问题的习惯。

(4) 实验中自觉养成良好的科学习惯,遵守实验工作规则。实验过程中应始终保持桌面布局合理、环境整齐和清洁。

3. 实验报告 实验报告是每次实验的总结,它反映学生的实验水平,必须严肃认真如实填写。一份合格报告应包括以下5部分内容:

(1) 实验目的:简述实验目的。定量测定实验还应简介实验有关基本原理和主要反应方程式。

(2) 实验内容:尽量采用表格、框图、符号等形式,清晰、明白地表示实验内容。避免照抄书本。

(3) 实验现象和数据记录:实验现象要表达正确,数据记录要完整,真实。

(4) 解释、结论或数据计算:对现象加以简要的解释,写出主要反应方程式,分标题小结或者最后得出结论。数据计算要表达清晰。完成实验教材中规定的作业。

(5) 问题讨论:针对实验中遇到的疑难问题提出自己的见解或收获。定量实验应分析实验误差原因。对实验方法、教学方法和实验内容等提出意见。

4. 实验课成绩评估 化学实验课是一门理论和实践紧密结合的课程,为了达到预期效果,实验课必须进行考核。这样不仅能调动学生学习的积极性,而且能检验学生对实验技能的掌握程度。考核自始至终贯穿实验课全过程。

考核内容:①考核学生对实验课的态度;②考核学生的化学实验技能;③考核学生观察和解释、解决问题的能力。

考核方式:①平时实验考核:根据每次实验课的到课率、实验预习、实验操作、实验结果、实验报告等,综合评分;②书面实验考试:考试内容为本课程中涉及到的实验理论和实验知识;③综合技能考核:选择一个化合物的有关几项连贯性实验操作,考察学生实验过程的设计实验能力,仪器选择和使用能力,各项操作技能,预见问题和处理能力,实验结果和数据处理的能力等,综合评定分数。

三、化学实验中的测量误差与有效数字

在测量实验中,取同一试样进行多次重复测试,其测定结果常会不完全一致,即使采用最精密的仪器,最先进的测定方法,所得的数值往往或多或少地有些差异。这说明测量误差是普遍存在的。因此,人们不仅要掌握各项测试工作的各种测定方法,还必须对测量结果进行评价,分析测量结果的准确性和产生误差的主要原因。寻找减少误差的有效措施,提高测量结果的准确性。

(一) 误差的分类、起因及消除方法

测量结果与真实数值之间的偏差称为误差。根据不同性质,误差可分为三类:

1. 系统误差 在同一条件下多次进行测量同一量时,误差的符号保持恒定(即恒定偏大、恒定偏小),其数值按某一确定的规律变化,这种误差称为系统误差。

系统误差是由于某些经常的,比较确定的原因造成的。主要是由实验方法不够完善,