

全国高等院校医学实验教学规划教材

医药基础化学实验

○主编 张小林



科学出版社

全国高等院校医学实验教学规划教材

医药基础化学实验

主 编 张小林

副主编 戴兴德 向晓明

编 委 (按姓氏笔画排序)

向晓明 张小林 张爱菊

董 娜 薛林科 戴兴德

科 学 出 版 社

北 京

内 容 简 介

本教材分两篇,第一篇为化学实验的基础知识,包括化学实验常用的单元操作,实验用品基本知识,以及相关仪器的使用。第二篇为实验选编,选编 70 个实验。

本书内容模块化编写,将实验内容分为基本操作、基本技能、分析测定、无机制备、性质验证、简单光分析和综合实验七个模块。集医药类基础化学、无机化学、分析化学、物理化学于一体,压缩性质和验证性实验,增加定量和综合性实验。采用由浅入深,由点到面,循序渐进的方式,突出能力培养,强化职业素养训练,使其具有可操作性。

本书适用于高等医药院校的本科临床医学、中西医临床医学、药学、医学检验、卫生检验、护理、预防等专业的学生使用,也可供从事基础化学实验教学的教师参考。

图书在版编目(CIP)数据

医药基础化学实验 / 张小林主编. —北京:科学出版社, 2016.8

全国高等院校医学实验教学规划教材

ISBN 978-7-03-048885-5

I. ①医… II. ①张… 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(2016)第 136591 号

责任编辑:朱 华 / 责任校对:张怡君

责任印制:赵 博 / 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>

三河市骏杰印刷有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2016 年 8 月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2016 年 8 月第一次印刷 印张:12 1/2

字数:295 000

定价:32.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

序

《医药基础化学实验》集医药类基础化学、无机化学、分析化学、物理化学于一体，是基础实验课程的组成部分，供高等医药院校的本科临床医学、中西医临床医学、药学、医学检验、卫生检验、护理、预防等专业的学生使用，也可供从事基础化学实验教学的教师参考。

本教材的编写主要分为两大篇，第一篇为化学实验的基础知识，它包括了化学实验常用的单元操作，有关实验用品基本知识，以及相关仪器的使用等。第二篇为实验选编，共选编了 70 个实验。在编写过程中，我们坚持以必需够用为度，突出能力培养，强化职业素养训练，使其具有可操作性。编写突出以下特点：

1. 内容编写模块化。将实验内容分为基本操作、基本技能、分析测定、无机制备、性质验证、简单光分析和综合实验七个模块，便于医学院校不同专业、不同课程选择。

2. 压缩性质和验证实验，增加定量和综合性实验。采用由浅入深，由点到面，循序渐进的方式，贯穿于全书的实验内容中。

3. 实验内容力求贴近实际，贴近专业，突出医药共性，同时又避免与后续课程重复。

本教材由甘肃医学院基础化学教研室组织编写。其中主要编写人员有甘肃医学院张小林、戴兴德、张爱菊、董娜、薛林科，西北民族大学化工学院向晓明。戴兴德（副主编）负责完成第一篇和第二篇一到三章，向晓明（副主编）负责完成第二篇四到七章，全书由张小林（主编）通审统稿。

本教材得以顺利付梓，承蒙甘肃医学院教务处的全力支持，公共课教学部同仁的共同努力，以及兄弟院校的大力协助。在此一并鸣谢。

由于编者水平的限制，不妥之处难免，敬请读者赐教指正为盼。

编 者

2016 年 4 月

目 录

第一篇 医药化学实验基础

第一章 化学实验基础知识	1
第一节 实验常识	1
第二节 实验记录 and 数据处理	4
第三节 医药化学实验常用器皿	7
第四节 化学试剂	10
第五节 化学实验室用水	13
第二章 液体的取用及测量技术	15
第一节 量筒	15
第二节 容量瓶	16
第三节 滴定管	18
第四节 移液管和吸量管	21
第三章 常用分析仪器简介	23
第一节 天平的种类和精度	23
第二节 酸度计	27
第三节 可见分光光度计	29
第四章 分离技术	33
第一节 滤纸	33
第二节 过滤	34
第三节 离心	37
第四节 重结晶	38
第五节 萃取	40
第五章 灯的使用、塞子钻孔、玻璃管加工	43
第一节 灯的使用	43
第二节 塞子的钻孔	45
第三节 简单玻璃工	47

第二篇 实验内容

第一章 基本操作	50
实验 1 塞子的钻孔和简单玻璃工	50
实验 2 常用容量仪器的使用	51
实验 3 容量仪器的校正	52
实验 4 溶液配制	53
实验 5 滴定分析基本操作	54
第二章 标准溶液配制和标定	57
实验 1 氢氧化钠标准溶液的配制和标定	57

实验 2 盐酸标准溶液的配制和标定	58
实验 3 EDTA 标准溶液的配制和标定	59
实验 4 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	61
实验 5 碘标准溶液的配制和标定	63
实验 6 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	64
实验 7 硝酸银标准溶液的配制和标定	66
第三章 滴定分析	68
实验 1 醋酸溶液的浓度测定	68
实验 2 苯甲酸的含量测定	69
实验 3 混合碱中氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	70
实验 4 水总硬度的测定	72
实验 5 葡萄糖酸钙含量测定	74
实验 6 H_2O_2 含量的测定	75
实验 7 维生素 C 含量的测定	77
实验 8 葡萄糖含量的测定	78
实验 9 硫酸铜中铜含量的测定 (碘量法)	79
实验 10 样品中氯离子的含量测定	81
实验 11 生理盐水的氯化钠含量的测定	83
第四章 光度分析法	85
实验 1 高锰酸钾的吸收曲线的绘制和含量测定	85
实验 2 邻二氮杂菲分光光度法测定铁	87
实验 3 维生素 B_{12} 注射液的定性鉴别及含量测定	90
实验 4 磷钼钼黄分光光度法测定磷酸盐	91
实验 5 可见分光光度法测定碘酸铜溶度积	92
第五章 性质实验	95
实验 1 缓冲溶液的配制和性质	95
实验 2 氧化还原反应和氧化还原平衡	98
实验 3 配合物的生成与性质	100
实验 4 主族金属 (碱金属、碱土金属、铝、锡、	

铅、铋、铊)	103	成及其稳定常数的测定	141
实验 5 P 区非金属元素 (一) (卤素、氧、硫)	105	实验 6 氢气的制备和铜相对原子质量的测定	143
实验 6 P 区非金属元素 (二) (氮族、硅、硼)	109	实验 7 四氧化三铅组成的测定	145
实验 7 ds 区金属 (铜、银、锌、镉、汞)	111	实验 8 二氧化碳相对分子质量的测定	147
实验 8 第一过渡系元素 (铁、钴、镍)	112	实验 9 $I_3^- \rightleftharpoons I^- + I_2$ 平衡常数的测定	149
实验 9 胶体的制备与性质	114	实验 10 食用醋中总酸含量的测定	151
第六章 制备实验	116	实验 11 化学耗氧量 (COD) 的测定	153
实验 1 粗食盐提纯	116	实验 12 含铬废水的测定及其处理	155
实验 2 碱式碳酸铜的制备——设计实验	118	实验 13 土壤腐殖质含量的测定	157
实验 3 硫酸亚铁铵的制备——设计实验	119	实验 14 过氧化氢分解热的测定	158
实验 4 高锰酸钾的制备	121	实验 15 凝固点降低法测分子量	161
实验 5 一种钴 (III) 配合物的制备	123	实验 16 纯液体饱和蒸气压的测定	163
实验 6 转化法制备硝酸钾——溶解、蒸发、结晶和固液分离	125	实验 17 化学平衡常数及分配系数的测定	165
实验 7 五水合硫酸铜的制备	127	实验 18 电导的测定及其应用	167
实验 8 纯水的制备和水质的检测	128	实验 19 电动势法测溶液 pH 和反应热力学函数	170
实验 9 胶体的制备与纯化	130	实验 20 一级反应速率常数测量	174
第七章 综合实验	133	实验 21 碘化钾与过氧反应的速率常数及活化能的测定	176
实验 1 醋酸电离度和电离常数的测定	133	实验 22 旋光法测定蔗糖转化反应的速率常数	179
实验 2 氢氧化钙溶度积常数测定	135	实验 23 固体在溶液中的吸附	181
实验 3 醋酸银溶度积常数测定	137	实验 24 最大泡压法测定溶液的表面张力	185
实验 4 化学反应速率与活化能	138	附录	190
实验 5 磺基水杨酸合铁 (III) 配合物的组			

第一篇 医药化学实验基础

第一章 化学实验基础知识

第一节 实验常识

一、化学实验室规则及化学实验室安全知识

化学实验中常常会接触到易燃、易爆、有毒、有腐蚀性的化学药品，有的化学反应还具有危险性，且经常使用水、电和各种加热灯具（酒精灯、酒精喷灯和煤气灯等）。因此，在进行化学实验时，必须从思想上充分重视安全问题。实验前充分了解有关安全注意事项，实验过程中严格遵守操作规程，以避免事故发生。

（一）化学实验室规则

（1）实验前必须认真预习，明确实验的目的要求，弄清有关基本原理、操作步骤、方法以及安全注意事项，做到心中有数，有计划地进行实验。

（2）学生进入实验室必须穿实验服，在指定位置入座，不准随意走动，高声喧哗，未经教师许可，不得动用仪器、药品。

（3）爱护仪器和实验材料，节约用水、用电和实验材料。使用精密仪器时，必须严格按照操作规程进行操作，如发现仪器有异常，应立即停止使用并报告实验老师，及时排除故障，凡不按操作规程造成损坏，由当事人赔偿。

（4）实验中仔细观察实验现象，认真做好实验记录。

（5）实验完毕，在教师和实验管理教师的指导下清点好实验器材，归还原位，如有损坏，必须及时登记补领，妥善处理废物并做好清洁，由实验老师检查后，经教师许可才能离开实验室。

（6）实验仪器和材料未经教师许可不能带出实验室。

（7）每次实验后，由学生轮流值日，负责打扫和整理实验室，并检查水、电开关及门窗是否关紧，以保持实验室的整洁和安全。

（8）做完实验后，应根据原始实验记录，联系理论知识，认真处理数据，分析问题，写出实验报告，按时交指导老师批阅。

（二）化学实验室安全知识

（1）浓酸浓、碱等药品具有强腐蚀性，使用时要小心，切勿溅在衣服、皮肤及眼睛上。稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢倒入水中并搅拌，而不能将水倒入浓硫酸中。

（2）有毒药品（如重铬酸钾、铅盐、砷的化合物、汞的化合物，特别是氰化物）不能

进入口内或接触伤口，也不能将其随便倒入下水道，应按教师要求倒入指定容器内。

(3) 加热试管时，不能将管口朝向自己或别人，也不能俯视正在加热的液体，以防液体溅出伤人。

(4) 酒精灯应随用随点，不用时盖上灯罩。严禁用燃着的酒精灯点燃其它酒精灯，以免酒精流出而失火。

(5) 大多数常用的有机化学试剂（如烷类、醇类、醚类等），以及部分无机物（如白磷、硫磺、铝粉、钠、钾等）具有易燃性。

(6) 强氧化剂（如臭氧、过氧化物、氯酸、高氯酸盐、重氮化合物等）在受热、摩擦或与其他物质接触时会发生爆炸；可燃性的气体（如甲烷、乙炔、氢气、水煤气等）和可燃性液体（如汽油、各类液态有机物）的蒸汽在一定范围内与空气混合后，遇到明火会发生爆炸。

(7) 氰化物、三氧化二砷、氯化汞、硫酸二甲酯等都是剧毒药品，实验过程中产生的 CO 、 H_2S 、 SO_2 、 NO_2 等气体和一些易挥发的有机试剂的蒸气可以使人产生不同程度的中毒。

(8) 实验室内严禁吸烟、饮食；实验结束，应立即关闭水、电，洗净双手，方可离开实验室。

(9) 严禁私自将易燃、易爆，有毒、有腐蚀性的药品带出实验室。

(三) 实验室预防燃烧和爆炸应遵循的原则

(1) 各类易燃、易爆试剂在存放时要远离明火，环境应通风、阴凉；易相互发生反应的试剂应分开放置；活泼的金属钾、钠不要与水接触或暴露在空气中，应保存在煤油中；白磷应保存在水中；盛有有机试剂的试剂瓶瓶塞要塞紧。

(2) 实验过程中使用易燃、易爆的化学试剂时，应远离明火。加热蒸馏可燃性物质时，应注意将水充入冷凝器；以加热方式蒸发易挥发及易燃性的有机溶剂时，应在水浴锅或封闭的电热板上缓慢地进行，严禁用电炉或火焰直接加热。

(3) 在使用煤气、天然气时要严防泄漏，火源要与其他物品保持一定的距离，用后要关闭煤气阀门。

(4) 使用高压气体钢瓶时，要严格按操作规程进行，如乙炔钢瓶应存放在远离明火、通风良好的地方。

(5) 易爆物质在移动或使用不得剧烈震动，必要时先戴好面罩再进行操作。

(6) 实验室内严禁吸烟，严禁将不同药品胡乱掺合，严禁使用不知其成分的试剂。

实验室发生火灾时，应尽快切断电源或煤气源，用石棉布或湿抹布盖住火焰。密度小于水的有机溶剂、金属钠等易与水反应的物质和电器着火时，不能用水灭火，以免火势蔓延或触电，应选用相应的灭火器（表 1-1-1）来灭火。

表 1-1-1 常用的灭火器及其使用范围

灭火器类型	药液成分	适用范围
酸碱式	H_2SO_4 、 NaHCO_3	非油类和电器失火的一般火灾
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 、 NaHCO_3	油类起火
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	电器、小范围油类和忌水的化学品失火
干粉灭火器	NaHCO_3 等盐类、润滑剂、防潮剂	油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件和遇水易燃烧药品的初起火灾
1211 灭火器	CF_2ClBr 液化气体	特别适用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压电气设备失火

(四) 实验室中预防中毒的主要原则

(1) 剧毒性药品必须有严格的管理、使用制度,领用时要登记,用完后要全部收拾起来,并把落过毒物的桌子和地板擦净。

(2) 严禁试剂入口,用移液管吸取药品时不能用嘴;闻试剂气味时,应将试剂瓶远离鼻子,以手轻轻扇动,稍闻其气味即可。

(3) 凡有刺激性的、恶臭的、有毒的气体(如 Cl_2 、 Br_2 、 HF 、 H_2S 、 SO_2 、 NO_2 等)产生的实验,必须在通风橱内(或通风处)进行。

(4) 严禁在实验室内饮食。

(5) 含氯化物、汞盐、重金属离子的废液应经过处理后再排放。

实验室发生中毒事故时,如果是由吸入有毒性气体而引起的,应立即把中毒者移至新鲜空气处;如果中毒是由于吞入毒物引起的,就要服用催吐剂(5%的 CuSO_4 溶液)洗胃、洗肠,并服用相应的解毒剂解毒。

二、化学实验中意外事故的紧急处理

如果在实验过程中发生了事故,可以采取以下救护措施:

(1) 当眼睛溅入腐蚀性药品时应立即用大量流水冲洗,但注意水压不应太大,待药物充分洗净后再就医。当眼睛里进入碎玻璃或其他固体异物时,应闭上眼睛不要转动,立即就医。

(2) 浓酸、浓碱洒在衣服或皮肤上时,应立即用大量水冲洗,再分别用 2%碳酸氢钠溶液或 2%醋酸擦洗,用水冲洗后,外敷氧化锌软膏(或硼酸软膏)。

(3) 不慎吸入煤气、溴蒸汽、氯气、氯化氢、硫化氢等气体时,应立即到室外做深呼吸,呼吸新鲜空气。

(4) 当烫伤时,在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤膏,切勿用水冲洗。

(5) 毒物误入口内,可取 5~10mL 稀硫酸铜溶液,加入一杯温水中,内服后用食指伸入咽喉,促使呕吐,然后立即送医院治疗。

(6) 人体触电时,应立即切断电源,或用非导体将电线从触电者身上移开。如有休克现象,应将触电者移到有新鲜空气处立即进行人工呼吸,并请医生到现场抢救。

(7) 实验过程中万一发生着火,应立即切断电源,移走易燃、易爆等物质,防止火势蔓延。灭火时要根据起火原因采用相应的方法。一般的小火可用湿布、石棉布覆盖燃烧物灭火。火势大时可使用泡沫灭火器。但电器设备引起的火灾,只能用四氯化碳灭火器灭火。人员衣服着火时,切勿乱跑,应赶快脱下衣服,用湿毛巾覆盖着火处,或者就地卧倒滚打,均可起到灭火的作用。火势较大,应立即报火警。

三、化学实验中废弃物的处理

在化学实验中经常会产生某些有毒的气体、液体和固体,如不经处理就直接排放可能污染周围的空气和水源,造成环境污染。因此废液、废气和废渣一定要经过处理后才能排放。

(1) 产生少量有毒气体的实验应在通风橱内进行,通过排风设备将少量毒气排到室外,以免污染室内空气。产生毒气量大的实验必须备有吸收或处理装置,如 NO_2 、 SO_2 、 Cl_2 、

H_2S 、 HF 等可用导管通入碱液中使其大部分被吸收后再排出。

(2) 实验产生的废渣、废药品应存放于指定地点, 由专业环保机构做回收、焚烧等处理。

(3) 实验中产生的废液不能随便倒入下水道, 必须倒入指定的废液装置。一般的酸碱废液可中和后排放。含重金属离子或汞盐的废液可加碱调 pH 至 8~10 后再加入硫化钠处理, 使其有害成分转变成难溶于水的氢氧化物或硫化物而沉淀分离, 上清液达环保排放标准后方可排放。

(4) 有机实验废液对实验室环境 and 安全有极大的威胁, 应注意:

1) 尽量回收溶剂, 回收的溶剂在对实验结果没有影响的情况下可反复使用。

2) 甲醇、乙醇、乙酸之类的溶剂能被细菌作用而分解, 这类溶剂的稀溶液经大量水稀释后即可排放。

3) 其他各类不易回收利用或不易被细菌分解的有机溶剂, 由实验室回收后处理。

第二节 实验记录 and 数据处理

一、实验记录

每个学生进实验室之前都应准备专用的化学实验记录本, 标上页码, 不得随意的撕去任何一页。严禁用单页纸作实验记录, 决不允许将实验记录写在书上或随意的一小片纸上。实验预习报告可写在实验记录本。

化学实验过程中观察到现象 and 测得实验数据, 要用通顺的语句认真、如实的记录专用实验记录本上。文字记录应字迹清楚, 简明扼要; 数据记录应事实求实, 准确无误。不应夹杂任何主观因素, 更不能随意拼凑或伪造数据。

实验过程中记录的每个数据, 都代表一个测量结果, 因此要注意具体情况下有效数字的应用以及重复观察中完全相同数据的记录。关于有效数字及其运算规则将在下一个问题中讨论。

实验过程中涉及的特殊试剂的配制及其使用, 特殊仪器的型号, 标准溶液的浓度等也要及时的记录下来。如果发现确实记录有误或计算错误时, 应用一横线划去原来记录, 在其上或附近把正确的结果记录下来, 不允许在记录本上随意乱写。

在实验中对任一物理量测定的准确度是有一定限度的, 不同的测定方法及测定仪器所测得结果的准确度也是有差别。例如某物质在台秤上称的质量为 3.43g, 因为台秤能准确称量到 0.1g, 所以 3.4g 准确读得, 最后一位是估计的, 有效数字为 3 位。而在分析天平上称量, 则为 3.4118g, 前 4 位是准确读得的, 最后一位是估计的, 有效数字为 5 位。因此分析天平比台秤的测得的结果要准确。一般根据不同仪器获得的有效数据中, 最后一位数字是不甚准确的, 称其为可疑数据, 其它各数据都是确定的。

数字 1, 2, 3, ..., 9 都可作有效数字, 而数字“0”出现在数字中间或数字后面时, 表示一定的数量, 是有效数字; 当出现在数字前面时, 只表示小数点的位置, 不表示有效数字。以对数形式出现的数据其有效数字位数与其真数有效数字位数相同。在实验过程中要依据实验仪器的准确程度正确的记录实验数据。

二、实验结果的表达

实验结果的表达常用质量分数、物质的量浓度、物质的量分数、质量摩尔浓度等反映。为了衡量分析结果的精密度，一般要计算平均值、相对偏差、相对平均偏差、标准偏差和相对标准偏差等，这些是分析实验中最常用的几种数据处理的表示方法。对于有限数据的统计处理还应考虑到置信区间、置信概率、可疑值的舍弃和显著性检验这些问题。

三、有效数字及其运算法则

1. 有效数字 有效数字就是实际上能测到的数字，它包括所有确定的数字和一位不确定的数字，它不仅表示出数量的大小，同时也反映了测量的精确程度，所以有效数字的位数必须与测量精度相一致，不能随便增加或减少。例如，在分析天平上称取试样 0.1000g，不仅表示试样的质量是 0.1000g，还表明称量的误差在 ± 0.0002 以内。如果只记录为 0.10g，则其称量误差为 0.02g，表明该试样是在感量 1/100g 的天平上称量的。

在分析天平上，称得称量瓶和样品的质量为 9.5374g，这个记录说明有 5 位有效数字，最后一位数字是估测的。因为分析天平只能称准到 0.0002g，因此称量的实际质量应为 $9.5374\text{g} \pm 0.0002\text{g}$ 。计量仪器不管做得如何精密，调试工作做得如何精细，读数的最后一位数总是估计出来的。因此有效数字就是保留末一位不准确数字，其余数字均为准确数字。

移液管、滴定管、吸量管等玻璃计量仪，都能准确测量溶液体积到 0.01mL。所以用 50mL 滴定管测量溶液体积时，如果溶液体积大于 10mL 小于 50mL，应记录 4 位有效数字，如记录为 25.55mL；如果测定体积小于 10mL，应记录 3 位有效数字，如记录为 5.55mL。当用 25mL 移液管移取溶液时，应记录为 25.00mL；当用 5mL 吸量管取溶液时，应记录为 5.00mL。当用 50mL 容量瓶配制溶液时，应记录为 50.00mL。

2. 有效数字中的零 零在有效数字中有两种意义：一种是作为数字定值；另一种是有效数字。例如：在 4.0550 中，两个“0”都是有效数字，所以它有 5 位有效数字。在 0.5503 中，小数点前面的“0”是定值用的，不是有效数字，而小数点后面的“0”是有效数字，所有它有 4 为有效数字。数字中间和末尾的“0”都是有效数字，而小数点前面所有的“0”只起定值作用。

以“0”结尾的正整数，有效数字的位数是不确定的。例如，550 这个数，就不确定有几位有效数字，可能是 2 位，也可能是 3 位。因此要记录为实际有效数字的形式：

$$5.5 \times 10^2 \quad 2 \text{ 位有效数字}$$

$$5.50 \times 10^2 \quad 3 \text{ 位有效数字}$$

下面列举不同位数的有效数字：

0.03	5×10^4	1 位
54	0.0040	2 位
0.0387	1.98×10^{-10}	3 位
0.1000	10.98%	4 位
1.0008	43181	5 位

3. 有效数字的修约 在数据处理过程中，涉及各测量值的有效数字位数可能不同，因

而有时要根据计算规则确定各测量值的有效数字位数,合并掉多余的数字,该过程叫做“数字修约”,对数字进行修约时,要遵循下列两条规则:

(1)“四舍六入五成双”规则,即当测量值中被修约的那个数字等于或小于4时,该数字舍去;等于或大于6时,进位;等于5时,5后有数就进一,5后无数分单双(5前单数要进1,5前双数要舍弃)。根据这一规则,将下列数据修约为两位有效数字时,结果应为:

$$3.148 \rightarrow 3.1 \quad 7.3976 \rightarrow 7.4 \quad 0.5151 \rightarrow 0.52 \quad 75.5 \rightarrow 76 \quad 74.5 \rightarrow 74$$

(2)修约数字时,只允许对原测量值一次修约到需要的位数,不能分次修约。如将2.546修约成两位有效数字,结果应为2.5,而不能先将2.546修约成2.55,再修约成2.6。

4. 有效数字的运算 在分析化学的计算中,有效数字的保留非常重要,下面就加减法和乘除法的运算规则加以说明。

(1)加减法:加减法运算中,保留有效数字是以小数点后位数最少的为准,即以绝对误差最大的为准。例如: $0.0181+25.27-1.05763=?$

错误计算 $0.02+25.27-1.06=24.23$

$$0.0181+25.27-1.05763=24.23047$$

正确计算 $0.0181+25.27-1.05763=24.23$

(2)乘法:乘除运算中,保留有效数字的位数以位数最少的数为准。例如:

$$0.0181 \times 25.27 \div 1.05763=?$$

错误计算 $0.0181 \times 25.27 \div 1.05763=0.432464$

正确计算 $0.0181 \times 25.27 \div 1.05763=0.432$

(3)自然数:在分析化学中,有时会遇到一些倍数和分数的关系,如:

$$\frac{\text{H}_3\text{PO}_4 \text{ 的相对分子质量}}{3} = \frac{98.00}{3} = 32.67$$

$$\text{水的相对分子质量} = 2 \times 1.008 + 16.00 = 18.02$$

在这里分母“3”和“ 2×1.008 ”中的“2”都不能看作是一位有效数字,因为它们是非测量所得到的数,是自然数,其有效数字位数可视为无限。

四、实验报告

实验报告是总结实验情况,分析实验中出现的問題,归纳总结实验结果必不可少的环节,因此实验完毕后,应即时如实地写出实验报告。下面介绍几种常见实验类型的报告格式,仅供参考。

1. 性质实验报告

实验名称_____

专业_____ 班级_____ 姓名_____ 日期_____

(1)实验目的

(2)实验原理(简要叙述)

(3)实验内容 这部分是实验报告的重点,不能照教材抄写,要求简要的说明实验内容及加入试剂的名称、浓度及多少,详细的描述实验中发生的现象,再用所学的知识解释现象,必要时总结实验所得结论。

2. 制备及常数测定实验报告

实验名称_____

专业_____ 班级_____ 姓名_____ 日期_____

- (1) 实验目的
- (2) 实验原理 (简要叙述)
- (3) 实验数据记录
- (4) 产率计算或测定的常数计算
- (5) 讨论 (写出实验心得体会及意见、建议)

3. 定量分析实验报告

实验名称_____

专业_____ 班级_____ 姓名_____ 日期_____

- (1) 实验目的
- (2) 实验原理
- (3) 实验数据记录及处理
- (4) 讨论 (分析误差产生的原因, 实验中应注意的问题及某些改进措施)

第三节 医药化学实验常用器皿

一、常用的玻璃仪器应用

1. 容器类

烧杯: 常用的有 50mL、100mL、250mL、500mL 和 1000mL 等规格。主要用于常温或加热条件下作大量物质反应容器、配制溶液等, 加热时应注意垫上石棉网。

试管 (含离心试管): 有 5mL、10mL、15mL、20mL 和 25mL 等规格。主要用作常温或加热条件下少量试剂的反应容器和收集少量气体, 可放在水浴上加热, 加热时一般用试管夹夹好。离心试管主要用于离心分离。

试剂瓶: 有 100mL、250mL、500mL 和 1000mL 等规格。分磨口塞和不磨口塞、广口瓶和细口试剂瓶, 主要用于储存固体或液体试剂。

滴瓶: 常见的有 15mL、30mL、60mL、100mL 和 125mL 等规格。用于盛放少量使用的液体试剂或溶液, 便于取用。见光易分解或不稳定的试剂要放于棕色滴瓶中。

集气瓶: 常用的有 125mL 和 250mL, 平口且是磨砂的, 配有毛玻璃片, 用于收集气体或用于气体燃烧实验。

锥形瓶: 常用的有 125mL 和 250mL, 主要用于滴定分析。

烧瓶: 分平底烧瓶、圆底烧瓶、蒸馏烧瓶三类, 主要用于气体的制备、有机物的蒸馏、分馏等实验。

称量瓶: 在用分析天平称量时用于盛放药品。

2. 量器类

量筒 (量杯): 常见的规格有 10mL、20mL、50mL、100mL、500mL 和 1000mL 等, 用于粗略量取一定体积的液体。

容量瓶：常见的规格有 25mL、50mL、100mL、250mL、500mL 和 1000mL 等，主要用于配制标准浓度的溶液。

移液管（含吸量管）：一般有 1mL、5mL、10mL、25mL 和 50mL 等规格，用于精确量取一定体积的溶液。

滴定管：分酸式、碱式滴定管两种，有 5mL、25mL 和 50mL 等规格，用于溶液的量取和滴定分析。

3. 其他用途类

漏斗：分普通漏斗和长颈漏斗，主要用于沉淀和溶液的分离。

分液漏斗：分球形和圆锥形两类，常见的规格有 100mL 和 250mL 等，主要用于液体的萃取分离操作。

滴管：分一般滴管和毛细滴管两种，主要用于少量液体的取用，毛细滴管用于定性分析实验中的沉淀和溶液的分离。

干燥器：主要用于贮存吸湿的固体化学药品、加热药品的冷却等，内有可盛放坩埚的瓷板，使用时应注意及时更换失效的硅胶和氯化钙等干燥剂。

表面皿：在加热溶液时置于容器上方，以防止溶液过分蒸发，也可用于气室反应。

二、玻璃仪器的洗剂和干燥

1. 仪器的洗涤 化学实验室经常使用各种玻璃仪器，为了使实验准确无误，首先应该保证所使用的玻璃仪器干净，符合实验要求。洗净的玻璃仪器，水在器壁上自然流动，器壁表面被水膜均匀润湿，且不挂水珠。如果器壁上局部挂水珠或有水流拐弯的现象，则表明未洗干净。玻璃仪器使用后应尽早洗净，以免久置难以洗净。

洗涤玻璃仪器的方法很多，应根据实验要求、污物的性质和玷污的程度来选用。一般说来，附着在仪器上的污物既有可溶性物质，也有尘土和其他不溶性物质，还有油污和有机物质。针对这些情况，可以分别采用下列洗涤方法。

（1）用水滴洗：试管、量筒或烧杯通常可以采用这种方法洗涤，具体方式如下：在试管（量筒或烧杯）内倒入 1/3 体积的自来水，振荡片刻后倒掉，再倒入相同量的自来水，再振荡片刻，倒掉，然后用少量蒸馏水滴洗一两次（必要时可增加冲洗次数），此试管（量筒或烧杯）即可用来做实验。

（2）用水刷洗：用毛刷刷洗，既可使可溶物溶去，也可使附着在仪器上的尘土和不溶物质脱落，但往往洗不掉油污和有机物质。

（3）用去污粉、肥皂或合成洗涤剂洗：肥皂和合成洗涤剂的去垢原理已众所周知，不必再重述。去污粉是由碳酸钠、白土、细沙等混合而成。使用时，首先把要洗的仪器用水润湿（水不能多），撒入少许去污粉，再用毛刷刷洗。碳酸钠是一种碱性物质，具有强的去油污能力，而细沙的摩擦作用以及白土的吸附作用则增强了仪器清洗的效果。待仪器的内外壁都经过仔细的擦洗后，用自来水冲去仪器内外的去污粉，要冲洗到没有微细的白色颗粒粉末为止。最后用蒸馏水冲洗仪器三次，把自来水里的钙、镁、铁、氯等离子洗去，每次的蒸馏水用量要少一些，采取“少量多次”的原则，注意节约。

（4）用铬酸洗液洗：这种洗液是由等体积的浓硫酸和饱和重铬酸钾溶液配制而成的，具有很强的氧化性，对有机物和油污的去污能力特别强。在进行精确的定量实验时，往往

用到一些口小、管细的仪器，他们很难用上述方法洗涤，就可用铬酸洗液来洗。

往铬酸洗液内加入少量洗液，使仪器倾斜并慢慢转动，让仪器内壁全部被洗液润湿。转几圈后把洗液倒回原瓶内。然后用自来水把容器壁上残留的洗液洗去。最后用蒸馏水洗三次。

如果用铬酸洗液把仪器浸泡一段时间，或用热的洗液洗，效率更高。但是要注意安全，不要让热洗液灼伤皮肤。

能用其他方法洗干净的仪器就不要用铬酸洗液洗，因为后者成本较高。但实验要求高的仪器除外。

洗液的吸水能力很强，应该随时把装洗液的瓶子盖严，以防吸水，降低去污能力。当洗液用到出现绿色（重铬酸钾还原成硫酸铬的颜色）时，就失去了去污能力，不能继续使用。失去去污能力的铬酸洗液不能直接排放，应加入硫酸亚铁使其还原成三价铬离子后用大量水稀释后排放。

2. 特殊物质的去除 应该根据器壁上的物质性质“对症下药”，采用适当的方法或试剂进行处理。例如沾在器壁上的氧化剂（二氧化锰，高锰酸钾）或铁锈可用浓盐酸来处理除去；氯化银、溴化银污迹可用硫代硫酸钠溶液加以除去。

凡是已经洗净的仪器，绝不能用布或纸擦拭。否则，布或纸的纤维将会留在器壁上而玷污仪器。

几种不同洗液的配方与使用方法如下：

（1）铬酸洗液：20g 重铬酸钾溶于 40mL 水中，加热至 60℃左右使之完全溶解，搅拌状态下慢慢加入 360mL 浓硫酸。清除器壁上残留的油污，用少量洗液刷洗或浸泡一夜，洗液可重复使用。

（2）盐酸洗液：浓盐酸或（1+1）盐酸液。清除碱性物质及大多数无机物残液。

（3）纯酸洗液：（1+1）、（1+2）、（1+9）的盐酸或硝酸溶液。清除汞、铅等重金属杂质。

注：（1+1）盐酸液代表 1 体积浓盐酸和 1 体积水的混合液，以此类推。

（4）碱性洗液：质量分数为 10% 的氢氧化钠水溶液。加热后使用，去油污能力更好，但加热太久会腐蚀玻璃。

（5）氢氧化钠-乙醇（或异丙醇）洗液：120g 氢氧化钠溶于 150mL 水中，用质量分数为 95% 的乙醇稀释至 1L。清除油污及某些有机物。

（6）碱性高锰酸钾洗液：4g 高锰酸钾溶于少量水中，再加入 100mL 质量分数为 10% 的氢氧化钠溶液，贮存在带胶塞玻璃瓶中。清洗油污或其他有机物，洗后器壁玷污处有褐色二氧化锰析出，再用浓盐酸或草酸洗液、硫酸亚铁、亚硫酸钠等还原剂去除。

（7）草酸或酸性羟胺洗液：10g 草酸或 1g 盐酸羟胺，溶于 100mL（1+4）盐酸溶液中。清除氧化性物质如高锰酸钾洗液洗涤后析出的二氧化锰，必要时加热使用。

（8）硝酸-氢氟酸洗液：50mL 氢氟酸、100mL 硝酸与 350mL 水混合，贮于塑料瓶中盖紧。利用氢氟酸对玻璃的腐蚀作用有效的去除玻璃、石英器皿表面的金属离子。不可用于洗涤量器、玻璃砂芯滤器、吸收器及光学玻璃零件。使用时应特别注意安全，必须戴防护手套。

（9）碘-碘化钾洗液：1g 碘和 2g 碘化钾溶于水中，并稀释至 100mL。清除黑褐色硝酸银污物。

(10) 有机溶剂：汽油、二甲苯、乙醚、丙酮、二氯乙烷等。清除油污或可溶于该溶剂的有机物，使用时应注意其毒性和可燃性。

(11) 乙醇-浓硝酸洗液：于待洗涤容器内加入不多于 2mL 的无水乙醇，再加入 4mL 浓硝酸，静置片刻，立即发生剧烈反应，放出大量热和二氧化氮，反应停止后再用水冲洗。操作应在通风橱中进行，做好防护，不可事先混合，用一般方法很难洗净的少量残留有机物可用此洗液。

3. 仪器的干燥

(1) 晾干：晾干是最常用的干燥方法。将洗涤干净的仪器倒置在干净的仪器架或搪瓷盘中，放于通风干燥处，任其水分自然挥发而干燥。晾干后适用于不急于使用的仪器。

(2) 吹干：体积小又急需干燥的玻璃仪器，可以用电吹风、压缩空气等吹干。

(3) 烘干：需要干燥的玻璃仪器较多时，可选用电烘箱烘干。为促进水分迅速蒸发，烘箱内的温度可调节到 105℃（以温度计为准）。一般恒温半小时即可。操作时，将需要烘干的玻璃仪器先控干水分，再瓶口朝下放入烘箱隔板上，以利于残余水流出。烘箱底层要放一个搪瓷盘，用来承接从玻璃仪器流下的水珠，防止水珠直接滴到底板的电炉丝上，损坏烘箱。

(4) 烤干：将仪器直接放在火源上加热，使水分快速蒸发而使仪器干燥的方法称为烤干法。此法适用于可以直接加热或耐高温的仪器，如试管、烧杯、烧瓶、坩埚等。

仪器加热前应先将外壁水分擦干。烧杯、烧瓶等可以直接放在石棉网上用小火烤干。试管、蒸发皿、坩埚等都可以直接用火烤干。

烤干试管时，先将试管外壁水分擦干，用试管夹夹住试管上端，管口稍微朝下倾斜，避免水珠倒流炸裂试管。先使试管底部接近火源，再反复移动试管使各部分受热均匀。最后，当试管内水珠消失后，直立试管赶尽水汽。

对于厚壁瓷质仪器，不能烤干，但可以烘干。

(5) 快干：快干法是指利用有机溶剂的挥发作用使仪器快速干燥的方法。所用有机试剂是能与水混溶且易挥发的溶剂，如乙醇、丙酮、乙醚等。利用这些试剂的挥发性，可以将仪器内部的残留水分迅速带走。

快干法一般使在实验过程中急需干燥仪器的情况下临时使用的。另外有些计量仪器带有刻度，不能加热干燥，因为加热会影响仪器的精度，所以这些仪器的干燥可采用快干法。

操作时，先擦干仪器外壁，再向仪器内倒入少量（3~5mL）能与水混溶且挥发性强的有机溶剂，转动仪器使溶剂在内壁流动，当内壁被有机溶剂全部湿润后，倒出溶剂并将其回收，少量残留的有机溶剂会迅速挥发而使仪器干燥。如果用电吹风的热风将残留试剂吹出，则仪器干燥的更快。

第四节 化学试剂

一、化学试剂的规格和选用

化学试剂的规格是以其中所含杂质的多少来划分，一般可分为四个等级，其规格和适用范围见表 1-1-2。

表 1-1-2 试剂规格和适用范围

等级	名称	英文名称	符号	标签标志	适用范围
一级品	优级纯 (保证试剂)	Guaranteed reagent	G.R.	绿色	纯度很高, 适用于精密分析和科学研究工作
二级品	分析纯 (分析试剂)	Analytical reagent	A.R.	红色	纯度仅次于一级品, 适用于分析和科学研究工作
三级品	化学纯	Chemical pure	C.P.	蓝色	纯度较二级品差, 适用于一般分析工作
四级品	实验试剂 医用	Laboratorial reagent	L.R.	棕色或其他颜色	纯度较低, 宜用作实验辅助试剂

除上述外, 还有基准试剂、光谱纯试剂、色谱纯试剂、放射化学纯试剂等。

基准试剂的纯度相当于(或高于)一级品。常用作滴定分析中的基准物, 也可直接用于配制标准溶液。

光谱纯试剂(符号 S.P.)的杂质含量用光谱分析法已测不出或者杂质含量低于某一限度。这种试剂主要用作光谱分析中的标准物质, 但不应把这类试剂当作化学分析的基准试剂来使用, 在分析工作中, 选择试剂的纯度除了要与所用方法相当外, 其他如实训用水、使用器皿也须与之相适应。若试剂选用 G.R.级, 就不宜使用普通的去离子水或普通蒸馏水, 而应使用重蒸蒸馏水。对所用器皿的质地也有较高的要求, 在使用过程中不应有物质溶解到溶液中, 以免影响测定的准确度。分析工作者必须对化学试剂规格有一明确的认识, 做到合理地使用试剂, 不可盲目追求高纯度而造成浪费, 又不随意降低规格而影响分析结果的准确度。

二、化学试剂的保管

在实训室中如何保管好试剂也是一项重要的工作。一般的化学试剂应保存在通风良好、干净并干燥的房子里。以防止水分、灰尘和其他物质玷污。同时, 应根据试剂的性质不同而采用不同的保管方法。

(1) 见光会逐渐分解的试剂, 如过氧化氢、硝酸银、高锰酸钾、草酸等; 与空气接触易逐步被氧化的试剂, 如氯化亚锡、硫酸亚铁等; 以及易挥发的试剂, 如氨水、乙醇等都应放在阴暗处。

(2) 容易侵蚀玻璃的试剂, 如氢氟酸、含氟盐、氢氧化钠等应保存在塑料瓶内。

(3) 吸水性强的试剂, 如无水碳酸钠、氢氧化钠等试剂瓶口应用蜡密封。

(4) 易相互作用的试剂, 如挥发性的酸与氨, 氧化剂与还原剂, 应分开存放; 易燃与易爆的试剂应分开贮存于阴凉通风、不受阳光直射的地方。

(5) 剧毒试剂如氰化钾、三氧化二砷(砒霜), 二氯化汞等应特别注意由专人妥善保管, 取用时应严格做好记录, 以免发生事故。

三、化学试剂的取用

实验室里药品很多是易燃、易爆、有腐蚀性或有毒的, 在使用时一定要严格按照有关规定和操作规程, 保证安全。不能用手接触药品, 不要把鼻孔凑到容器口去闻药品(特别是气体)的气味, 不得尝任何药品的味道。注意节约药品, 严格按照实验规定的用量取用