

全国高等院校医学实验教学规划教材

医学化学实验教程

第2版

主编 赵云山 刘全礼



科学出版社

全国高等院校医学实验教学规划教材

医学化学实验教程

第2版

主 编 赵云山 刘全礼
副主 编 崔成立 程向晖 刘绍学
主 审 杨玉梅
编 委 (以姓氏笔画为序)

王登奎	石松利	白迎春	刘全礼
刘绍学	杨 丹	杨玉梅	苏 琨
何 鑫	张 璐	张桂莲	周红兵
郑东华	赵云山	赵冬冬	钮树芳
郭 叶	郭梅凤	崔成立	程向晖
樊丽雅	薄彧坤		

科 学 出 版 社

北 京

内 容 简 介

本书包括基础化学、无机化学、分析化学和有机化学 4 门课程的实验教学内容,是依据高等医学院校临床医学等专业特点和培养目标,由教学经验丰富的专家和教授编写而成。每门课程既有最基本的经典实验,也有难度较大的综合性实验、设计性实验和创新性实验,还有常用溶液的配制、常用玻璃仪器的清洗、常规仪器设备的使用等实验室基本知识的训练,内容新颖、充实,是一本实用性较强的医用化学实验教材。

本书不仅适用于临床医学专业的化学实验课教学,也可供预防医学、卫生检验、临床检验、法医、口腔医学、麻醉、康复、影像、放射等医学专业使用。

图书在版编目(CIP)数据

医学化学实验教程 / 赵云山, 刘全礼主编. —2 版. —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 978-7-03-049610-2

I. ①医… II. ①赵… ②刘… 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 196998 号

责任编辑: 王 颖 / 责任校对: 彭 涛

责任印制: 赵 博 / 封面设计: 陈 敬

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>

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

*

2011 年 8 月第 一 版 开本: 787×1092 1/16

2016 年 8 月第 二 版 印张: 11 1/2

2016 年 8 月第五次印刷 字数: 270 000

定价: 35.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

前 言

本教材是根据高等医学院校临床医学、预防医学、卫生检验、临床检验、法医、口腔医学、麻醉、康复、影像、放射等专业的培养目标,以各专业的化学类课程的教学大纲和教学计划为依据编写而成。全书包括基础化学、无机化学、分析化学和有机化学4门课程实验。每门课程既有最基本的经典实验,也有难度较大的综合性实验、设计性实验和创新性实验,还有常用溶液的配制、常用玻璃仪器的清洗、常规仪器设备的使用等实验室基本知识的训练,有利于培养医学生的实践能力、科学作风和创新精神。各专业可根据本专业的特点和培养目标选择相关的实验项目进行教学。

由于我们的能力和水平有限,书中难免有不足之处,欢迎大家批评指正。

主 编
2016年4月

目 录

前言

第一章 绪论	1
第二章 基础化学实验	5
实验一 玻璃仪器的洗涤、干燥和使用	5
实验二 溶液的配制	13
实验三 食盐的精制	18
实验四 缓冲溶液的配制及 pH 计的使用	22
实验五 化学反应速率	26
实验六 溶胶的制备及电泳	29
实验七 酸碱滴定法	32
实验八 泻盐中硫酸镁含量的测定	35
实验九 硫酸亚铁样品中 FeSO_4 含量的测定	38
实验十 氯化物中氯含量的测定	39
实验十一 可见分光光度法测定 Fe 的含量	42
实验十二 紫外分光光度法测定血清中 SOD 活力	45
实验十三 磺基水杨酸合铁稳定常数的测定	48
实验十四 阿伏伽德罗常量的测定	50
第三章 无机化学实验	52
实验一 凝固点降低法测定尿素的相对分子质量	52
实验二 蔗糖水解反应速率常数的测定	54
实验三 乙酸乙酯皂化反应测二级反应速率常数	56
实验四 质子转移平衡和沉淀平衡	58
实验五 化学反应摩尔焓变的测定	62
实验六 硫酸亚铁铵的制备	65
实验七 配位化合物的生成和性质	68
实验八 乙酸的电离度和电离常数的测定	71
实验九 溶度积常数的测定	73
实验十 氧化还原	74
实验十一 银氨配离子配位数的测定	78
实验十二 碱金属、碱土金属	80
实验十三 葡萄糖酸锌 $\text{Zn}(\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O}_7)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 的制备	84
实验十四 五水合硫酸铜的制备	85
实验十五 三草酸合铁(III)酸钾的制备	87
实验十六 电极电势的测定	88
实验十七 缓冲溶液缓冲容量的测定	90
实验十八 铁氧体法处理含铬废水	92
第四章 分析化学实验	94
实验一 分析化学实验基本知识	94

实验二 学生设计实验	99
实验三 分析天平的构造和原理	102
实验四 分析天平的使用和称量练习	105
实验五 葡萄糖干燥失重的测定	107
实验六 滴定分析操作练习	108
实验七 盐酸标准溶液的配制和标定	111
实验八 食醋中总酸量的测定	113
实验九 非水滴定法	114
实验十 EDTA 标准溶液的配制和标定	116
实验十一 水中钙镁含量的测定	118
实验十二 高锰酸钾滴定法测定双氧水中 H_2O_2 的含量	120
实验十三 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制与标定	122
实验十四 铜盐中铜含量的测定(置换碘量法)	124
实验十五 生理盐水中氯化钠含量的测定	125
实验十六 离子交换法制纯水	127
实验十七 苯甲酸的定量分析	129
第五章 有机化学实验	130
实验一 实验基本技术和仪器的认领	130
实验二 常压蒸馏及沸点测定	139
实验三 柱色谱法分离有机化合物	142
实验四 茶叶中咖啡因的提取	145
实验五 液体化合物折光率的测定	148
实验六 水蒸气蒸馏提纯烟碱	150
实验七 熔点的测定	154
实验八 有机化合物鉴别实验	156
实验九 乙酸乙酯的合成	158
实验十 碳水化合物的性质	160
实验十一 旋光度的测定	162
实验十二 乙酰水杨酸的制备	164
实验十三 氨基酸的纸上电泳	166
实验十四 丙酮的分馏	168
实验十五 乙酰苯胺的重结晶	170
实验十六 环己烯的制备	174
实验十七 己二酸的制备	176

第一章 绪 论

一、化学实验课的目的

化学是一门以实验为基础的学科,化学实验是每个医药卫生工作者必须学习和掌握的一种非常重要的实验方法和基本技能。通过化学实验课,使学生受到正规、系统的化学实验训练,从而达到以下目的:

(1) 验证和巩固化学的基本理论和基本知识。

(2) 掌握化学实验的基本原理、基本方法和基本技能。

(3) 提高观察问题、分析问题和解决问题的能力。

(4) 培养良好的实验室工作习惯和严谨求实的科学作风。

二、化学实验室基本常识

(一) 药品和试剂的使用规则

1. 一般药品、试剂的使用规则

(1) 存放: 固体药品或试剂要放在广口瓶内; 液体药品或试剂应放在细口瓶或带有滴管的点滴瓶内; 见光容易分解的药品或试剂则应装在棕色或用黑色包裹的试剂瓶中。每一试剂瓶都必须贴有标签, 写清楚药品或试剂的名称、浓度、纯度、来源、日期。

(2) 取用

1) 要看清瓶签上的标识。瓶塞或瓶盖取下后应夹在手指中或倒放在桌上, 取完药品或试剂后要立即把瓶塞或瓶盖盖好并放回原位。

2) 不能用手直接接触药品或试剂。固体药品或试剂要用洁净的药勺取用, 用过的药勺要洗净擦干后放回原处; 液体药品或试剂要用专用的吸管或滴管取用, 不能伸入到其他液体中, 也不能与接收容器的器壁接触。

3) 倒取溶液时应将贴有瓶签的一面朝上或握向手心, 以免药剂浸蚀损毁标签。

4) 取用不要过量。不论是固体还是液体, 取出的药品或试剂绝不允许再放回原瓶里, 以免造成污染。如取用不慎过量, 可给别人或弃去。

2. 易燃、易爆、易腐蚀药品和试剂的使用规则

(1) 绝对不允许任意混合各种化学药品, 以免发生意外事故。

(2) 钾、钠遇水容易起火, 应保存在煤油或液状石蜡中; 白磷等暴露在空气中易燃烧, 应保存在水中。使用时要用镊子取用, 并不得在空气中露置过久。

(3) 乙醚、乙醇、丙酮、苯、汽油等有机溶剂极易引燃; 尤其是醚类和汽油类物质的蒸气与空气相混时极为危险, 可能会由一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸。使用时必须远离明火, 用毕立即盖紧瓶塞。

(4) 混有空气不纯的氢气、一氧化碳等遇火易爆炸, 操作时必须严禁接近明火; 在点燃氢气、一氧化碳等易燃气体之前, 必须先检查并确保纯度。

(5) 银氨溶液不能留存, 因久置后会变成氮化银容易爆炸; 某些强氧化剂, 如氯化钾、硝酸钾、高锰酸钾等或其混合物不能研磨, 否则将引起爆炸; 有机过氧化物、芳香族化合物和硝酸酯等, 受热或敲击均会爆炸。重金属乙炔化物、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等都不能重压或撞击, 以免引起爆炸。

(6) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性, 切勿使其溅在皮肤或衣服上, 眼睛更应注意防护; 稀释它们时(特别是浓硫酸)应将它们慢慢倒入水中, 而不能相反进行, 以避免迸溅。

3. 有毒、有害药品和试剂的使用规则

(1) 能产生有刺激性或有毒气体(如 H_2S 、 HF 、 Cl_2 、 CO 、 NO_2 、 Br_2 等)的实验最好在通风橱内进行。切忌俯向容器去嗅放出的气味;

闻气味时,应该是面部远离容器,用手把离开容器的气流慢慢地扇向自己的鼻孔。

(2)有毒药品,如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物,特别是氰化物,取用时戴厚口罩,以免进入口内;要避免接触伤口。剩余的废液也不能随便倒入下水道。

(3)金属汞易挥发(瓶中要加一层水保护),可通过呼吸道进入人体内导致慢性中毒。故取用汞时,应在盛水的搪瓷盘上方操作;做金属汞的实验时应特别小心,不要把汞洒落在桌上或地上。一旦洒落,必须尽可能收集起来,并用硫磺粉盖在洒落的地方,使汞转化成不挥发的硫化汞。

(4)很多有机溶剂不仅对皮肤黏膜有刺激性,还可通过呼吸道或皮肤黏膜吸收入血导致中毒;烷化剂、芳香胺类化合物、稠环芳香烃类化合物等还有致癌作用。因此在取用时要做好防护,以免吸入或与皮肤黏膜接触。

(5)实验中所用的剧毒物质要严格按照毒麻药品管理规定领取、存放。

(二)实验室内意外事故的预防与处理及急救

1. 意外事故的预防

(1)使用电器设备之前要认真检查电源开关;不要用湿的手、物接触电源。水、电、煤气(液化气)等使用完后要立即关闭。点燃的火柴用后立即熄灭,不得随便丢弃。

(2)严禁在实验室内饮食、吸烟,也不要把食具带进实验室;不得穿拖鞋进入实验室;实验时要穿好白大褂;实验完毕,必须洗净双手。

(3)操作和处理易挥发、易燃烧的溶剂时,应远离火源;勿将易燃液体放在敞口容器中(如烧杯)直火加热,加热必须在水浴中进行;切勿使容器密闭,否则会造成爆炸。当处理大量的可燃性液体时,应在通风橱中或在指定地方进行,且应无火源。

(4)使用或反应过程中产生氯、溴、氧化氮、卤化氢等有毒气体或液体的实验,都应该在通风橱内进行,有时也可用气体吸收装置吸收产生的有毒气体。在使用通风橱

时,实验开始后不要把头部伸入橱内。

(5)开启易挥发的试剂瓶时,瓶口要向着无人处,以防因大量气液冲出造成伤害;倾注试剂或加热液体时,不要俯视容器,以防溅出;试管加热时,切记不要使试管口向着自己或别人。

(6)洗涤的试管等容器应放在规定的地方(如试管架上)干燥,严禁用手甩干,以防未洗净容器中含有的酸碱液等伤害别人身体或衣物。

(7)实验室不许储放大量易燃物。少量的易燃、易爆、强腐蚀的试剂及强氧化剂应分别放置在低温、阴凉、通风的地方,切忌受热、重压或撞击。

(8)取用药品或试剂一定要用专用器具,不得用手接触;更不能拿吸管用嘴直接吸取液体试剂,尤其是浓酸、浓碱、洗液及挥发性和有毒性的物质。

(9)实验后的有毒残渣必须作妥善而有效的处理,不准乱丢。

2. 事故的处理和急救

(1)触电:首先切断电源,如拉闸或用绝缘物将人与电源分开;如触电者出现呼吸停止,要立即进行人工呼吸,并及时送往医院救治。

(2)起火:起火后,要根据起火的原因和火场周围的情况,采取不同的方法灭火;并采取措施防止火势蔓延,如切断电源,移走易燃药品等。如果火势严重,应立即报警。

1)一般的小火,可用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物,即可灭火。火势较大时,要使用泡沫灭火器或灭火水龙头。

2)电器设备所引起的火灾,首先应先切断电源,然后使用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火(注意:四氯化碳蒸气有毒,在空气不流通的地方使用有危险!),因为这些灭火剂不导电,不会使人触电。这种情况下绝不能用水和泡沫灭火器灭火,因为水能导电,会使人触电甚至死亡。

3)活泼金属如钠、镁以及白磷等着火,宜用干沙灭火,不能用水、泡沫灭火器以及

四氯化碳灭火器等。

4) 衣服着火时,切勿惊慌乱跑,要赶紧脱下衣物,或用石棉布覆盖着火处,或立即往地上打滚,或浇以大量的水扑灭。

(3) 玻璃划伤:不要用手抚摸伤处,也不能用水洗涤伤处。应先把碎玻璃从伤处挑出,涂以紫药水或红汞、碘酒等。严重者要及时去医务室或医院进行处理包扎。

(4) 烫伤或炸伤

1) 因火灼伤皮肤,不要用水洗涤伤处。伤处皮肤未破时可涂擦饱和碳酸氢钠溶液或用碳酸氢钠粉调成糊状敷于伤处,也可涂甘油、苦味酸溶液或烧伤油膏;如果伤处皮肤已破,可涂些紫药水或 10% 高锰酸钾溶液。

2) 因酸腐蚀伤及皮肤,先用大量水冲洗,再用 5% 碳酸氢钠溶液或稀氨水、肥皂水冲洗,最后用水冲洗,然后涂以凡士林。

3) 因碱腐蚀伤及皮肤,先用大量水冲洗,再用 1% 乙酸溶液或 5% 硼酸溶液洗,最后用水冲洗,然后涂以凡士林。

4) 因溴腐蚀伤及皮肤,要先用乙醇冲洗伤口,也可用苯或甘油洗伤口,再用水冲洗。

5) 因受磷灼伤皮肤,可用 1% 硝酸银、5% 硫酸铜或浓高锰酸钾溶液洗涤伤口,必要时再进行包扎。

6) 因酚灼伤皮肤,可用温水及 5% 乙醇溶液洗涤伤口。

7) 如果药品或试剂溅入眼内,首先用大量水冲洗,酸性药品或试剂再用 3% 碳酸氢钠溶液淋洗,碱性药品或试剂再用 3% 硼酸溶液淋洗。必要时送医务室或医院进行治疗。

8) 如果因化学反应剧烈或容器耐压不够发生爆炸而将人炸伤,救治措施同上;如有出血,要进行止血处理。

(5) 中毒

1) 吸入刺激性或有毒气体:如不慎吸入氯气或氯化氢气体时,可立即吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气进行解毒;吸入硫化氢或一氧化碳气体如果感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。注意,如吸入氯、溴中毒千万不要进行人工呼吸;吸入一氧化碳中毒

千万不要使用兴奋剂。

2) 误服毒物:溅入口中尚未咽下者应立即吐出,并用大量水冲洗口腔。已经吞下,应根据毒物性质给予解毒剂,并立即送往医院救治。

A. 腐蚀性毒物:如误服强酸,可用大量清水或 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的氢氧化钠溶液漱口,洗胃后,再内服氧化镁或镁乳;如误服强碱,也应先用大量清水或弱酸漱口,洗胃后,再服用醋、酸果汁等。

B. 刺激剂及神经性毒物:先用牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡、缓和,再用一大匙硫酸镁 (30g) 溶于一杯水中催吐;也可用手指伸入喉部催吐,然后立即送往医院救治。

三、化学实验课的基本要求

(一) 教师职责

(1) 课前教师要认真做好预试验,并按要求做好实验准备,保证实验室卫生、整洁、安全,仪器设备处于工作状态,各种实验物品齐全,确保学生实验的顺利完成。

(2) 首次上课时,教师要对学生进行实验室基本常识讲解,要求学生遵守操作规程,正确使用仪器设备及其他实验器材,节约药品及一切消耗品。

(3) 教师要按照教学大纲和教学计划指导学生实验,要注重加强学生的基本技能训练,提高学生的动手能力,培养学生的科学思维和严谨的工作态度,鼓励学生的创新意识和探索精神。

(4) 上课时教师要在实验室内巡视,认真指导,严格要求,使学生养成良好的实验室工作习惯。

(5) 实验结束后,实验教师要及时组织学生清扫实验室,保养仪器,清洗玻璃器皿,办理实验器材清还手续,发现问题及时处理。

(6) 教师要时时刻刻对学生进行安全性教育。每次实验结束后都要检查实验室的门、窗、水、电、锁,发现安全隐患及时报告处理,并填写《实验教学日志》和《实验室安全日志》。

(二) 学生守则

(1) 实验前要认真做好预习, 了解实验目的, 掌握实验原理, 熟悉实验步骤, 做好实验设计。

(2) 要按教学计划规定的时间到达实验室上课或工作; 进入实验室要身穿白大褂, 不许穿拖鞋。无故不参加实验者, 实验成绩为零分。

(3) 进行实验前应核对自己所用的仪器、工具、药品、试剂及其他实验器材等, 如有问题立即报告指导教师及时处理。

(4) 进行实验时要认真正确操作, 注意观察思考, 如实记录实验数据, 探索分析实验中出现的各种现象, 锻炼自己分析问题和解决问题的能力。如实验失败或结果误差太大, 一定要找出原因, 必要时重做。

(5) 实验中要遵守操作规程, 仪器设备如发生故障应立即停止使用并报告指导教师, 不可自行拆卸修理。

(6) 实验课应保持严肃认真的课堂气氛, 严禁喧哗、吃零食、打电话、听音乐、吸烟、随地吐痰、乱抛纸屑杂物, 禁止将杂物抛入水池; 不准动用与本实验无关的仪器设备。

(7) 注意节水、节电、节约试剂。用过的有毒、有害物品及其污染物应放在指定处, 在教师的指导下统一进行无害处理。

(8) 实验完毕, 值日生应认真清点、整理实验器材, 按要求清洗后妥为安放。打扫实验室, 关闭水源、电源, 关好门窗, 经指导教师同意后方可离开实验室。

(9) 课后要根据实验记录认真整理、分析、归纳、计算, 并及时写好实验报告。实验报告一般包括以下几个部分:

1) 实验名称和实验日期。

2) 实验原理: 简要地用文字或化学反应式说明测试方法的原理。

3) 实验步骤: 简要地用文字及流程图描述实验过程。

4) 实验记录及数据处理: 用文字、表格、图形等, 将实验数据及其处理、分析结果、实验误差表示出来。

5) 结果讨论: 将实验过程中观察到的现象或发现的问题及实验教材中的思考题, 进行讨论和分析, 提高分析问题和解决问题的能力。

(三) 实验室安全注意事项

1. 安全用电

(1) 用电线路和配置应由学校专人安装检查, 不得私自随意拉接。

(2) 专线专用, 杜绝超负荷用电。

(3) 使用烘箱、电炉等高温电器要有专人看守。温箱需经长时间试用检查, 确定确实恒温后方可过夜使用。

(4) 不用电器时必须拉闸断电或拔下插头。

(5) 电源跳闸, 应由专业人员恢复供电。

(6) 经常检查电路、插头、插座, 发现破损立即报告并进行维修或更换。

2. 防火、防爆、防水

(1) 严格安全用电。

(2) 易燃、易爆物品要远离火源。必须加热处理者, 应有专人监护。

(3) 每个实验室要有消防器材, 并保证人人会用。

(4) 水槽内不许存放任何杂物, 随时关闭水门。需长时间流水冲洗者, 必须留人监护。

(5) 自来水、暖气如有泄漏, 要及时报告并修理。

(6) 离开实验室前, 必须检查门、窗、水、电。

3. 防污染

(1) 易燃、易爆、剧毒、剧腐蚀物品尽量随用随领, 挥发性药品必须在通风橱中进行操作。

(2) 实验中产生的废液、危险或有毒化学品严禁直接倒入下水池, 要按规定进行处理。

(3) 有毒物品的空容器、包装物和废弃物, 应交学校设备科统一处理, 不得随意乱扔乱倒或当废品出售。

(杨玉梅 刘全礼)

第二章 基础化学实验

实验一 玻璃仪器的洗涤、干燥和使用

一、目标要求

(1) 认识化学实验中常用的玻璃仪器。

(2) 学习并练习常用玻璃仪器的洗涤和干燥方法。

(3) 了解配制洗液的方法。

(4) 学习并练习几种玻璃仪器的使用方法。

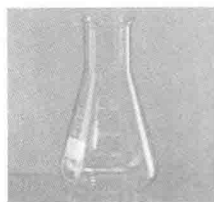
二、预习内容

(一) 常见玻璃(瓷质)器皿简介

常见玻璃(瓷质)器皿简介如图 2-1、表 2-1 所示。



烧杯



锥形瓶



表面皿



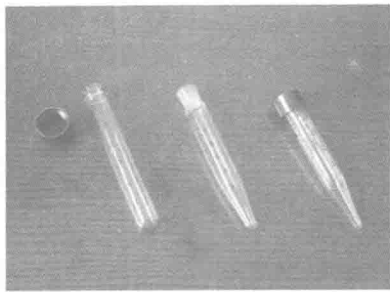
蒸发皿



试管



试管刷



离心试管



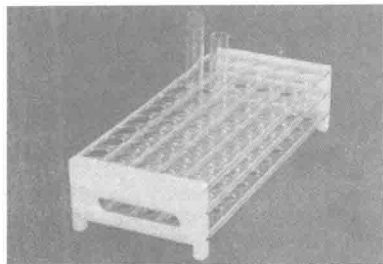
试管夹



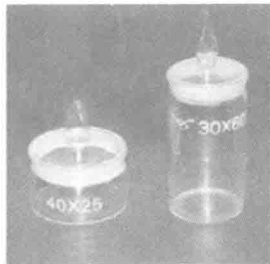
药匙



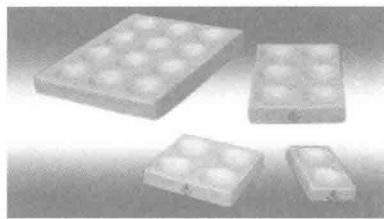
燃烧匙



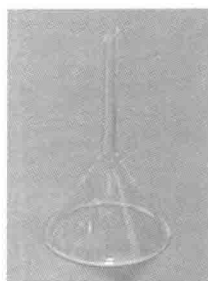
试管架



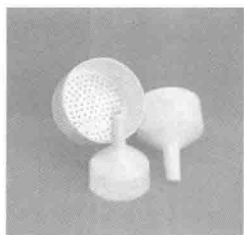
称量瓶



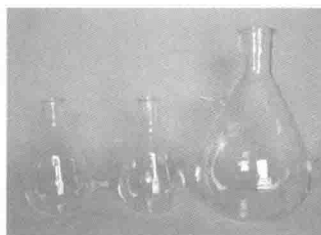
点滴板



普通漏斗



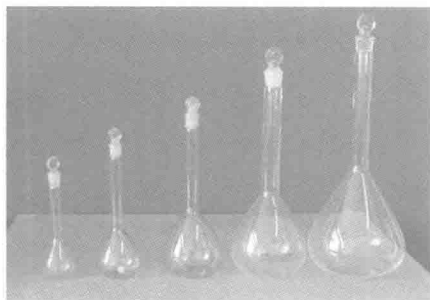
布氏漏斗



抽滤瓶



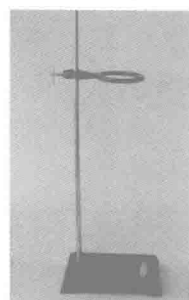
量筒



容量瓶



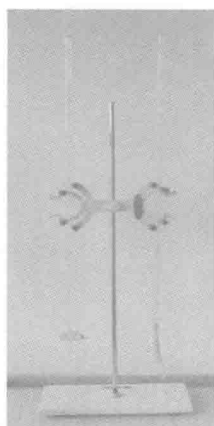
干燥器



铁架台



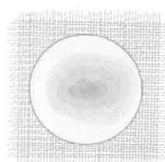
移液管



酸式滴定管和碱式滴定管



三脚架



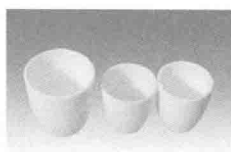
石棉网



泥三角



研钵



坩埚



坩埚钳



恒温水浴锅



托盘天平

图 2-1 常见玻璃仪器

表 2-1 常用器皿及其用途

仪器名称	规格	用途及注意事项
烧杯	以容积(单位: ml)表示, 一般有 50、100、150、200、	用于反应器皿; 加热时应置于石棉网上, 使受热均匀,
锥形瓶	400、500、1000、2000 等规格	所盛反应液体一般不能超过容积的 2/3
试管	普通试管是以管外径(mm)×长度(mm)表示, 一般	作为反应器皿; 普通试管可直接加热, 加热时应用试
离心试管	有 12×150、15×100、30×200 等规格; 离心试	管夹夹持; 离心试管不能用火直接加热; 试管被加
	管以容积(ml)表示, 一般有 5、10、15 等规格	热后不能骤冷, 以防试管被炸裂; 加热时试管内液
		体不能超过试管体积的 1/3, 以防受热时液体溅出;
		不需加热的反应液体一般不超过试管体积的 1/2
滴瓶	以容积(ml)表示, 常有 30、60、125 等	用于盛装少量液体; 不能用于加热或盛装热的液体
分液漏斗	以容积(ml)表示其大小, 常用 125、250 等规格	用作分离和滴加液体; 玻璃活塞不能互换; 不能加热
称量瓶	以直径(mm)×高度(mm)表示, 有 25×24、25×40、	不能加热, 也不能作为反应容器, 只能用作称量, 使
	30×50、40×70、50×30、60×30、70×35 等规格	用时应用干净纸片夹持
吸量管	以容积(ml)表示。有 1、2、5、10、25、50 等规格;	用于精确量取液体; 不能加热; 管口上无“吹出”字
移液管	精密度如 50ml 一般约为 0.2%	样者, 使用时尖端液体不允许吹出
滴定管	以容积(ml)表示。常用酸式、碱式滴定管的容积为	用于滴定操作; 不能加热及量取热的液体; 酸式滴定
	25、50ml; 精密度如 50ml 一般约为 0.2%	管、碱式滴定管不能互换使用, 量取溶液时应先排
		除滴定管尖端的气泡。量取体积应用有刻度区域
容量瓶	以容积(ml)表示。有 10、25、50、100、200、250、	用于配制试剂; 瓶的磨口瓶塞配套使用不能互换; 不
	500、1000 等规格; 精密度如 100ml 约为 0.2%	能加热及量取热的液体
漏斗	分为普通漏斗和长颈漏斗。以口径(mm)表示其大小	用于过滤; 不能用火加热
保温漏斗	以口径(mm)表示其大小	用于热过滤。切勿未加水就加热, 以免损坏漏斗
干燥器	以外径(mm)表示其大小	存放勿潮湿的固体、灼烧后的坩埚, 热物体放入器中,
		待冷后方可盖严盖子, 器内中下部的带孔瓷板上方
		放置被干燥物, 下方为硅胶类干燥剂, 硅胶变色后
		应加热除水再生
量筒	以容积(ml)表示。有 10、20、50、100、200 等规	用于量取液体; 不能量取热的液体, 不能加热, 不可
量杯	格; 精密度如 10ml 为 0.1ml, 100ml 为 1ml	用作反应容器
研钵	以口径(mm)或容积(ml)表示其大小; 材质有瓷质、	研磨固体物质, 视固体性质选用不同材质的研钵; 不
	玻璃、玛瑙等	能用火加热; 不能研磨易爆物质
布氏漏斗	布氏漏斗以容积(ml)或口径(mm)表示其大小。吸	用于抽气过滤, 不能用火加热, 吸滤瓶与布氏漏斗配
吸滤瓶	滤瓶以容积(ml)表示其大小	合使用, 漏斗所用橡皮塞要塞于吸滤瓶的 1/3 处,
		且要塞紧
坩埚	坩埚以容积(ml)表示其大小; 材质有瓷质、石英、	用于加热处理固体试样; 依据试样性质选用不同材质
泥三角	铂、银、镍、铁、刚玉等	的坩埚。
	泥三角有大小之分; 用铁丝弯成, 套上瓷管	如瓷坩埚, 熔点达 1400℃, 吸水性小, 易于恒量, 常
	坩埚与泥三角配合使用	用来灼烧沉淀, 但瓷坩埚耐碱性差, 不适用于碱金
		属碳酸盐、氢氧化钠等物质灼烧, 也不适用于氢氟
		酸分解。
		又如铂坩埚, 熔点达 1174℃, 导热性能好, 膨胀系数
		小, 化学性质稳定, 但像王水、盐酸与氧化剂的混
		合物、硫、磷、砷、汞、锡、铅、铋、锑、碱金属
		氧化物、氢氧化物、硝酸盐、亚硝酸盐、氧化物等
		都不能在铂坩埚中加热或熔融, 以免侵蚀此坩埚。
		坩埚加热后不能骤冷
蒸发皿	以口径(mm)或容积(ml)表示, 材质有瓷质、石英	主要用于蒸发溶液, 蒸发时可将其放在石棉网上, 也
	或金属制的	可直接用火加热, 能耐高温, 但不能骤冷

续表

仪器名称	规格	用途及注意事项
点滴板	材质有透明玻璃和瓷质	用于定性沉淀实验等, 不能加热
启普发生器	以容积(ml)表示大小	用于实验室制备气体, 装入的固体反应物的粒度较大, 不适用颗粒细小的固体反应, 不能加热
表面皿	以直径(cm)表示, 如 5、6、7、8、9、12、15 等规格	当加热溶液时, 可将其放在烧杯上, 以防液体溅出或尘粒落入, 还有自然晾干少量晶体、与其他器皿组成气室或称量等用途。不能直接用火加热
干燥管		用来干燥空气中水分, 阻止水分进入仪器或不需水分的反应系统

(二)容量分析基本仪器及其基本操作

1. 滴定管 滴定管是滴定时用来准确测量标准溶液体积的量器, 具有精密的刻度。常量分析最常用的滴定管的容量为 25ml^[1], 在滴定管上部离管口不远的地方有一表示零的标线, 自零向下将玻璃管分成 25 等份(单位为 1ml), 每毫升间又分成 10 等份(单位为 0.1ml), 最小刻度间可估计读出 0.01ml, 因此, 读数可读到小数点后两位, 如 0.06ml, 19.89ml 等, 一般读数误差为 $\pm 0.02\text{ml}$ 。滴定时所用标准溶液的体积可由滴定前后管内二液面的差值来计算。

(1) 滴定管的分类: 滴定管一般分为两种。一种是具塞滴定管, 常称酸式滴定管; 另一种是无塞滴定管, 常称碱式滴定管。酸式滴定管的下端有玻璃活塞, 可用以装酸性及氧化性溶液, 但不适于装碱性溶液, 因为碱性溶液要腐蚀玻璃, 使活塞难以转动。碱式滴定管的下端连接一乳胶管, 管内装有玻璃珠以控制溶液的流出^[2], 乳胶管下面再接一尖嘴玻璃管, 用来装碱性及无氧化性溶液, 如高锰酸钾、碘等溶液, 都不能装入碱式滴定管。滴定管除无色外, 还有棕色的, 用来装见光易分解的溶液。

(2) 滴定管的使用方法

1) 洗涤: 滴定管在使用前必须洗净。当没有明显污物时, 可直接用自来水冲洗。如果其内壁沾有油脂性污物, 则可用肥皂液、合成洗涤液或 Na_2CO_3 溶液润洗^[3], 必要时把洗涤液先加热并浸泡一段时间。若仍洗不干

净, 可用铬酸等洗液浸泡洗涤(铬酸洗液用于洗涤后, 应倒回原盛装瓶)。铬酸洗液具有很能强的氧化能力而对玻璃的腐蚀作用又极小, 但考虑到六价铬对人体有害, 在可能的情况下不要多用。无论用肥皂液、洗液等洗涤后都需要用自来水充分洗涤, 最后用蒸馏水少量洗涤 2~3 次, 每次用 5~10ml 蒸馏水。洗净的滴定管, 内壁应当均匀地被水湿润, 即滴定管内的溶液放出后, 管壁不应黏附液珠。

2) 检查: 应事先检查滴定管是否漏水, 玻璃活塞旋转是否灵活。检查酸式滴定管时, 把活塞关闭, 用水充满至零刻度以上, 直立约 2min, 仔细观察有无水从活塞缝隙中渗出, 然后将活塞旋转 180°, 再观察 2min, 如无水滴滴下, 缝隙中也无水渗出, 表示滴定管不漏水, 即可以使用, 检查碱式滴定管, 只需装水直立 2min 即可。

A. 酸式滴定管漏水, 可按下法处理。 倒出滴定管中的水, 把滴定管平放在桌面上, 先取下活塞上的小橡皮圈, 再取下活塞, 用滤纸或吸水纸擦干活塞和活塞槽, 用食指取少许凡士林在活塞的两头^[4]涂上薄薄的一层, 不要涂到中间有孔处, 也不要涂得太厚, 把活塞插入塞槽内, 转动活塞, 外面观察活塞槽接触的地方应该是透明状态, 而且活塞转动灵活。将滴定管放在桌上, 一手顶住活塞大头, 一手套好橡皮圈, 再检查是否漏水, 如不合要求则需重新涂凡士林。

B. 若碱式滴定管漏水, 可将乳胶管中的玻璃珠转动一下或者略微向上推或向下移

动一点。这样处理后,仍漏水,则需要更换玻璃珠或乳胶管。

3) 标准溶液的装入:为了使装入滴定管内的标准溶液不被滴定管内壁的水稀释,要先用所装溶液润洗滴定管。加入标准溶液 5~10ml,然后两手平端滴定管,慢慢转动使溶液流遍全管,再把滴定管竖起,打开滴定管活塞或捏挤玻璃珠附近的乳胶管,使溶液从出口管下端流出。如此润洗 3 次。特别注意一定要使标准溶液洗遍全管,而且使溶液接触管壁 1~2min,以便与原来剩余溶液混合均匀,然后再放出。

装入标准溶液之前先将瓶中溶液摇匀,装时,先把活塞完全关好。然后左手三指拿住滴定管上部无刻度处,滴定管可以稍微倾斜以便接收溶液;右手拿住试剂瓶^[5]往滴定管中倒溶液,小瓶可以手握瓶肚(瓶签向手心)拿起来慢慢倒入,大瓶可以放在桌上,只是手拿瓶颈,使溶液慢慢顺内壁流下,直到溶液充满到零刻度以上为止。

4) 排去滴定管下端的气泡:将标准溶液加入滴定管后,应检查活塞下端或乳胶管中是否有气泡。如有气泡,对于酸式滴定管可以迅速转动活塞,使溶液急速流出,以排出空气泡。对于碱式滴定管,先将它倾斜,将乳胶管向上弯曲,并使管嘴向上,然后捏挤玻璃珠上部,让溶液从尖嘴处喷出,使气泡随之排出,乳胶管中气泡是否排出,可把乳胶管对光照着检查。

5) 滴定管的读数:装满标准溶液至零刻度处或零稍下,将滴定管垂直地夹在滴定管夹上,并将下端悬挂的液滴除去,进行读数。

读数方法:对无色或液体较浅溶液,读取弯月下沿最低处;对颜色太深溶液,不能观察下沿时,应从液面最上沿读数,视线和刻度应在同一水平面上(图 2-2)。最好面对光源,滴定管的读数是自上而下的,应该读到小数点后第二位(即要求估计到 0.01ml),在装好标准溶液中放出标准溶液后,都必须等 1~2min,使溶液完全从壁上流下后再读数。为了便于读数,可采用读数卡。读数卡

是用涂有黑色的长方形(约 3cm×1.5cm)的白纸制成,读数卡放在滴定管背后,使黑色部分在弯月面下约 1mm 处,即可看到弯月面的反射层成为黑色(图 2-3),然后读此黑色弯月面下沿的最低点。溶液颜色深而读上沿时,就可以用白纸作为读数卡。有的滴定管带有白底蓝线,对无色溶液有两个弯月面相交二蓝线的某一点,读数时视线应与此点在同一水平面上,对有色滴定管方法与普通滴定管相同。不论采用哪种方法读数,最初读数和最终读数应采用同一标准,读数后,应立即记录,记录后再读一次,以资核对。

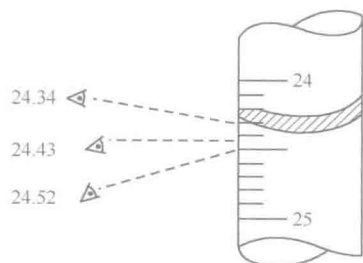


图 2-2 滴定管读数法

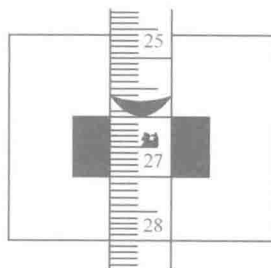


图 2-3 使用读数卡读数

6) 滴定:将装有被滴定液的锥形瓶^[6]放在滴定管下面,瓶下面放白瓷板(滴定管下端伸入瓶口约 1cm,瓶底离开白瓷板 2~3cm)。

使用酸式滴定管,以左手拇指在前,食指和中指在后一起控制活塞,而无名指、小指抵住活塞下部。在转动活塞时,手指微微弯曲,轻轻向里扣住,手心不要顶住活塞小头一端,以免顶出活塞,使溶液溅漏。右手持锥形瓶颈部使瓶底向同一方向做圆周运动。使用碱式滴定管时,左手拇指和食指捏挤玻璃珠所在部位稍上处,使乳胶管与玻璃

珠间形成一个缝隙,溶液即从此缝隙流出。

滴定时(图 2-4),左手控制流量,右手前三指拿住瓶颈,滴定和振摇溶液要同时进行,使滴下的溶液能较快地分散,以进行化学反应。但注意不要使瓶内溶液溅出。

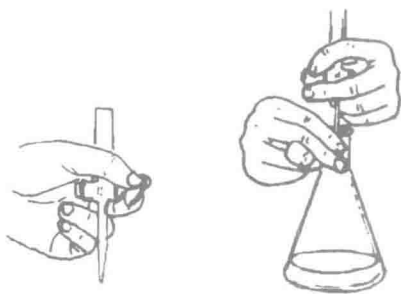


图 2-4 滴定

滴定是逐滴地把标准溶液滴入被滴定的溶液中去,不应滴入太快,每分钟 10ml 为宜(不超过 4 滴/秒),否则易超过终点。快到终点时,每次可加一滴或半滴溶液^[7],并不断摇动,应用洗瓶将溅在内壁上的溶液吹洗下来。继续滴定,直至到达终点。

滴定操作完毕,应将滴定管中溶液放掉,用自来水冲洗滴定管,倒放在滴定管夹上。

7) 注释

[1] 滴定管还有容积为 50ml、10ml、5ml 等。半微量滴定管总容积为 10ml,最小刻度 0.05ml,一般附有自动加液漏斗。微量滴定管总容积 1ml、2ml 或 5ml,最小刻度 0.005ml 或 0.01ml,附有自动加液漏斗。

[2] 玻璃珠大小要适中,过大了,滴定时溶液流出比较费劲;过小了,溶液要漏出。

[3] 为避免容器内壁受机械磨损而影响容积测量的准确性,一般不用刷子刷洗,而用润洗。

[4] 除此法外,也可以只在活塞大头涂凡士林,另用纸卷或牙签粘少量凡士林,涂在槽的小口内部,然后转动。

[5] 装标准溶液时要直接从试剂瓶倒入滴定管,不要经过其他容器(如烧杯等),以免在转移过程浓度发生改变。

[6] 最好在锥形瓶中滴定,必要时也可以在烧杯中滴定。

[7] 滴加半滴的方法是使液滴悬挂管尖而不让其自由滴下,再用锥形瓶内壁将液滴擦下,然后用洗瓶吹入少量蒸馏水,将其内壁附着的溶液洗下去。

2. 容量瓶 容量瓶是测量容纳液体体积的一种容量器皿,用于配置一定浓度的溶液。它是细长颈的梨形平底瓶,带有磨口玻璃塞或塑料塞。瓶上标有它的容积和规定该容积时的温度,颈上刻有标线,表示在指定温度(一般为 20℃)时,当液体充满到液面与标线相切时所容纳的液体体积与瓶上所示的容积相符合。容量瓶常用的有 50ml、100ml、200ml、250ml、1000ml 等几种规格,颜色有棕色和无色,棕色容量瓶用来配制见光易分解的试剂溶液。

使用前应检查:①容量瓶容积与所要求的是否一致;②容量瓶塞是否已用绳系在瓶颈上;③磨口玻璃塞的容量瓶是否漏水,为检查是否漏水,可在瓶中加入自来水到标线附近,盖好瓶塞,左手食指按住塞子,右手指尖顶住瓶底边缘,倒立 2min,观察瓶塞周围是否有水漏出。如果不漏,把瓶直立后将瓶塞转动 180°,再倒过来试验这个方向是否漏水,如不漏水,即可使用。

在用固体样品或试剂配制溶液时,应先将溶质在烧杯中溶解,放至室温,再用玻璃棒转移到容量瓶中(图 2-5)。烧杯中残留的少许溶液,可用少量溶剂(5~10ml)洗涤三次,洗涤液均沿玻璃棒转入容量瓶中,然后加溶剂稀释。当瓶内液体体积达容量瓶容积 2/3 时,应将容量瓶沿水平方向旋摇,使溶液初步混匀。再用溶剂稀释至接近标线 1cm 左右,等待 1~2min,使黏附在瓶颈内壁的溶剂流下后,用洗瓶或细而长的滴管慢慢滴加溶剂到溶液弯月面下缘最低点与标线相切为止。盖好瓶塞,左手拇指在前,中指、无名指及小指在后拿住瓶颈标线以上部分,而以食指顶住瓶塞上部,用右手指尖顶住瓶底边缘(图 2-5),将容量瓶倒转,使气泡上升到顶,再倒转过来仍使气泡上升到顶,如此反复 10~20 次,使溶液充分混匀。如果

浓溶液稀释,可用移液管吸取一定体积的溶液,放入容量瓶后,按上述方法稀释至标线。

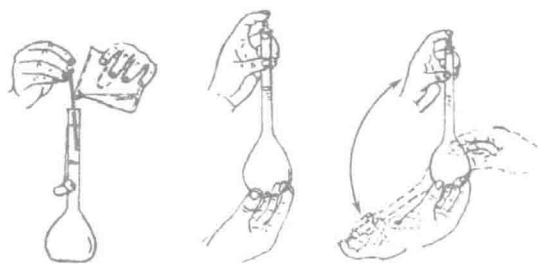


图 2-5 容量瓶的使用

不要用容量瓶储存配好的溶液。配好的溶液需要保存,应该转移到洁净、干燥的试剂瓶中。容量瓶用完后应及时洗净,在瓶塞与瓶口之间衬一纸条后保存起来。容量瓶不得在烘箱中烘烤,也不能在容量瓶中用任何加热的办法加速溶解。

3. 移液管 移液管是用于准确移取一定体积液体的容量器皿。其上部有一环形标线,下端有一拉尖的出口,膨大部分的中央刻有数字,标明它的容积和规定该容积的温度。常用移液管有 5ml、10ml、20ml、50ml 等规格(图 2-6)。

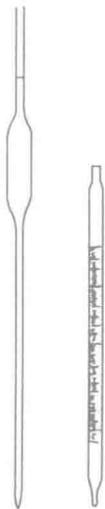


图 2-6 移液管

使用前,依次用洗液、自来水、蒸馏水洗涤移液管,然后再用被移取的液体润洗三次(被移取液体倒入小烧杯中。润洗时,每次用量以吸液体至刚进球部即可),以免残

留在移液管内部的蒸馏水稀释被移取液体。

在吸取液体时,用右手拇指和食指拿住移液管上端,将移液管插入待吸液体的液面下 1~2cm,左手捏瘪洗耳球,排去球中空气,将洗耳球口对准移液管上口,按紧勿使漏气,然后捏洗耳球的左手轻轻松开,使液体从移液管下端徐徐上升。眼睛注意看管中液面上升,移液管则随容器中液体的液面下降而下伸。当液体上升到移液管标线以上时,迅速移动洗耳球,用右手食指紧按管口,将移液管下端提高液面并接触瓶颈内壁,然后稍微放松右手食指或轻轻用拇指与中指旋转移液管,使液面缓慢、平稳地下降,直到液体弯月面与标线相切,立即紧按食指,使液体不再流出,将移液管移入接收器中,容器稍倾斜而移液管直立并使出口尖接触器壁,松开食指,让液体自由地顺壁而下(图 2-7)。待液体不再流出时,还要稍等片刻(约 15s)再把移液管取出。留在管口的少量液体不要吹入接收器内,因其为保留体积。



图 2-7 从移液管放出液体

另外还有一种带等分刻度的移液管,其中间没有膨大球部,一般称为吸量管。有 10ml、5ml、2ml、1ml 等规格,可用于吸取非整数的小体积的液体。吸量管的用法基本上与移液管操作相同,使用吸量管时,通常是使液面从吸量管最高刻度降到某一刻度,使两刻度之间的体积恰为所需体积。

移液管、吸量管用完后且短时间内不再用时,应立即用自来水和蒸馏水冲洗,放在