

全国高等中医药院校教材

理化基础实验

(供中医药类专业用)

主 编 范广平 江 滨

副主编 张 梅 李 伟

沙 玫

主 审 沈征武

上海科学技术出版社

全国高等中医药院校教材

理化基础实验

(供中医药类专业用)

主 编 范广平(上海中医药大学)

江 滨(广州中医药大学)

副主 编 张 梅(成都中医药大学)

李 伟(山东中医药大学)

沙 玫(福建中医学院)

主 审 沈征武(上海中医药大学)

编 委(按姓氏笔画排列)

上海中医药大学: 王新宏 冯年平 安 睿 李琴韵 邹 云

沈 岚 邵建华 范广平 周 慧 胡蓓莉

广州中医药大学: 王俊华 卢文彪 江 滨 林 辉

成都中医药大学: 李荣勇 张 梅 夏厚林

山东中医药大学: 李 伟

福建中医学院: 余宇燕 沙 玫

长春中医学院: 何淑华 梁久来

黑龙江中医药大学: 阎 静

参编人员(按姓氏笔画排列)

上海中医药大学: 史芝英 刘祥兰 曾小凉 虞桂珍

上海科学技术出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

理化基础实验/范广平, 江滨编著. —上海: 上海科学技术出版社, 2002. 9
全国高等中医药院校教材
ISBN 7-5323-6601-4

I. 理... II. ①范... ②江... III. 物理化学—化学实验—中医学院—教材 IV. 064-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2002) 第 037488 号

上海科学技术出版社出版发行

(上海瑞金二路 450 号 邮政编码 200020)

上海书刊印刷有限公司印刷 新华书店上海发行所经销

2002 年 9 月第 1 版 2002 年 9 月第 1 次印刷

开本 787×1092 1/16 印张 21.5 字数 503 000

印数 1—7 000 定价: 35.00 元

本书如有缺页、错装或坏损等严重质量问题,
请向本社出版科联系调换

内 容 提 要

本书为全国高等中医药院校教材(中药专业实验课)之基础实验教材。本书将原有的无机化学、有机化学、分析化学、物理化学及物理学等课程的实验内容加以融合、精选后重新编排,目的是通过课程重组,加强不同学科间的交叉与融合,形成独立的中药实验教学体系,使中药专业学生要求掌握的最基本理化基础实验内容更加系统和连贯,学生受到的基本技能训练更加规范化,从而为提高学生的实际动手能力和分析问题、解决问题的能力打下扎实的基础。

本书分 12 章,共 103 个实验。包括理化实验基础知识,基本操作技能的介绍以及基本操作,性质试验,制备实验,物理化学测定实验,化学分析,电化学及电泳,吸收光谱分析,色谱分析及其他仪器分析等各类实验内容,其中有 9 个综合性、设计性实验。书后有附录。

本书可供高等中医药院校及大中专、职业学校中药专业师生作为教材选用,也可作为化学、药学专业师生的参考用书。

全国高等中医药院校教材

(中药专业实验课)

编审委员会名单

主任委员 童 瑶

副主任委员 董小萍 江 滨 李永吉 李 伟

委 员 (按姓氏笔画排列)

王喜军	付超美	冯 怡	刘大有	江 滨
孙秀梅	贡济宇	李永吉	李 伟	吴赵云
吴清和	沙 玫	张大方	张 梅	陈 丹
范广平	金若敏	孟宪丽	胡昌江	姜大成
洪筱坤	郭 力	陶建生	曾元儿	董小萍
程 怡	童 瑶	潘超美		

前 言

根据国家教育部有关高校实验教学改革的要求,要提高中药专业学习者的实践动手能力,必须通过推进实验课程的重组、加强不同学科之间的交叉和融合等方式,改变原有教学内容划分过细、各门课程过分强调自身特点的状况,注意整个专业课程的系统性、完整性以及与边缘学科的结合,推进教学内容、教学方法、教学手段改革的进程,形成与科学技术发展趋势、新时期人才培养模式相适应的现代教学内容和课程体系。为了更好地开展高等中医药院校实验教学改革,推动实验教学改革的进程,适应教材改革的需要,由上海中医药大学、成都中医药大学、广州中医药大学、黑龙江中医药大学、山东中医药大学、福建中医学院、长春中医学院、安徽中医学院、广西中医学院等全国 9 所中医药院校联合编写了中药专业实验课程系列教材,包括《理化基础实验》、《中药品种品质与化学成分实验》、《中药炮制与制剂实验》、《中药质量分析实验》、《药理与中药药理实验》、《综合性实验》。本系列教材供全国高等中医药院校中药专业本科、专科教学使用。

本系列教材均由从事多年实验教学的各院校骨干教师参加编写,在查阅大量最新实验文献的基础上,并结合作者自己的教学、科研工作体会,不断汲取教学中的反馈意见,经过 3 年通力合作,完成本教材的全部编写工作。

本系列教材在内容上力求突出中医药特色,充分吸取先进的实验技术和手段,去粗取精,根据中药学专业各学科内在的规律和联系,进行相关内容的重组、交叉、融汇、整合,将中药专业的实验教学内容归纳为五大板块,形成了一个具有紧密内在联系,更有利于培养和提高学生素质水平的新实验体系。同时,本系列教材还注重加强基础实验知识,循序渐进,开拓和加强实验动手能力的培养,旨在提高学生综合分析问题和解决问题的能力,适应社会的需求。

本系列教材在编写过程中,作者虽努力按照科学性、实践性和先进性的要求严格编写,但由于时间仓促,编者水平有限,书中难免有不当和错误之处,恳请各位读者在使用过程中提出宝贵意见和建议,以便再版修订时不断完善本系列教材。

全国高等中医药院校教材(中药专业实验课)

编审委员会

2001.9 上海

编写说明

本教材是依据全国9所高等中医药院校历年的实验教学实践,并参考最新国内外有关实验教材,广泛征求各参编院校有关专家的意见,编审委员会反复讨论、修改,最后经各校专家的严格论证后编写而成。本教材中新增了一些较高层次的实验内容,并突出与中药研究结合的特点,丰富了实验内容,可广泛适用于全国高等中医药院校中药学专业本科、专科学生的教学课程。

本教材的编写体现了以下特点。

一、加强基本操作技能的训练。对于常用仪器、主要操作技能均用文字和插图两方面作了说明。一些最基本的操作技能如称量、加热、过滤、洗涤、分离等则尽可能安排在多次实验中反复运用,以利于强化这些基本技能的训练。

二、培养学生独立思考和独立工作能力。实验内容由浅入深,由简到繁,并有较多综合性设计性实验,逐步培养学生独立观察现象、分析现象并归纳出结论的能力,以及对实验总体设计的能力。

三、实验充分结合了中医药的特色。在化学分析实验,电化学及电泳分析实验,吸收光谱实验,色谱分析实验,综合性设计实验中均以中药为实验对象,紧密结合当前中医药研究中所应用的常用技术,有助于提高学生今后的工作适应能力。

四、便于实验前的准备工作。实验中列出了常用实验试剂的配制方法、学生实验仪器清单等,附录中列出的常用参数,更适于实验技术员的准备工作。

本教材的全部实验内容都经过编写教师的试做,具有较好的科学性和可操作性。

编 者

2002年3月

学生实验守则

1. 遵守纪律,不迟到,不早退,保持实验室严肃、安静。
2. 实验操作前应预习有关实验内容,明确并掌握实验目的、原理、方法、步骤。
3. 每次实验必须携带实验指导书及记录本,其他无关物品不得带入实验室,实验室内严禁饮食、吸烟。
4. 实验过程中应培养严谨求实的学风和实事求是的科学态度,认真按规程操作,仔细观察并如实记录;要求独立完成实验报告,不得抄袭或拼凑数据。
5. 遵守实验室的各项制度,爱护仪器、设备及其他一切设施,使用精密仪器时须经指导教师同意,用毕要登记、签名。
6. 保持实验桌上的整洁。取用试剂、药品时应仔细观察标签,防止试剂、药品交叉污染,要杜绝错盖瓶盖或不随手加盖的现象发生;取出的试剂、药品不可再倒回原瓶,公用桌上的试剂不可拿到个人桌上使用;要节约使用实验材料和药品,节约水、电、煤气。
7. 遵守实验室安全卫生制度,严防火灾、烧伤或中毒等事故的发生。使用有毒及强腐蚀性试剂应按规定小心操作,妥为保管,不得乱放,不懂时不要擅自动手处理。
8. 学生在实验中因不慎或违反操作规程损坏的仪器和设备,均应酌情进行赔偿。
9. 实验结束后应将所有仪器用具整理洗涤干净,妥善保存。值日生应负责整理公用器材,打扫实验室卫生,检查水、电、煤气,关好门窗,经指导教师同意后方可离开实验室。

目 录

第一章 理化实验基础知识	1
(一) 理化实验基本要求	1
(二) 实验记录与实验报告	2
(三) 实验室意外事故的预防和处理	2
(四) 废弃物的处理	3
(五) 常用有机溶剂及其纯化、回收	4
(六) 实验误差	7
(七) 有效数字及其运算	9
(八) 实验数据的列表表示法及作图法	11
(九) 线性拟合方法简介	14
(十) 常用辞典、手册及网上信息查询简介	14
第二章 基本操作技能	18
(一) 常规设备的使用	18
(二) 玻璃仪器	24
(三) 称量	34
(四) 固体试剂的取用、粉碎和溶解	39
(五) 加热与冷却	40
(六) 蒸发与结晶	42
(七) 固液分离	43
(八) 干燥	46
第三章 基本操作实验	48
实验 3-1 分析天平称量练习	48
实验 3-2 仪器清点与玻璃加工	50
实验 3-3 基本长度测量	51
实验 3-4 电表的改装和万用电表的使用	56
实验 3-5 惠斯通电桥的原理和使用	64
实验 3-6 示波器的使用	67
实验 3-7 滴定分析器皿的洗涤、使用 and 校准	70

实验 3-8 熔点和沸点的测定	73
实验 3-9 分馏与减压蒸馏	78
实验 3-10 重结晶及过滤	79
实验 3-11 萃取	81
实验 3-12 水蒸气蒸馏	83
实验 3-13 液体黏度的测定	84
实验 3-14 中药的离子透析	88
第四章 性质试验	92
实验 4-1 电解质溶液	92
实验 4-2 氧化还原反应	96
实验 4-3 配合物的生成和性质	98
实验 4-4 铬、锰、铁、钴、镍性质试验	101
实验 4-5 有机化合物的元素定性分析	105
实验 4-6 烃和卤代烃的性质	107
实验 4-7 醇、酚、醚的性质	109
实验 4-8 醛和酮的性质	111
实验 4-9 羧酸、羧酸衍生物和取代羧酸的性质	113
实验 4-10 胺类化合物的性质	117
实验 4-11 碳水化合物的性质	119
第五章 制备实验	122
实验 5-1 1-溴丁烷的制备	122
实验 5-2 乙醚的制备	123
实验 5-3 邻硝基苯酚和对硝基苯酚的制备	125
实验 5-4 用铬酸氧化法制备环己酮	127
实验 5-5 苯乙酮的制备	128
实验 5-6 巴比妥酸的制备(微型实验)	130
实验 5-7 乙酸乙酯的制备	131
实验 5-8 乙酸异戊酯的制备(微型实验)	132
实验 5-9 乙酰苯胺的制备	134
实验 5-10 甲基橙的制备	135
实验 5-11 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	137
实验 5-12 甲酸铜的制备	138
实验 5-13 黄连素的提取(微型实验)	139
实验 5-14 溶胶的制备与净化	140
实验 5-15 乳状液的制备与鉴别	143

第六章 物理化学测定实验	145
实验 6-1 生成焓的测定	145
实验 6-2 凝固点降低法测分子量	147
实验 6-3 具有最低恒沸点二元体系的沸点组成图绘制	150
实验 6-4 三组分液-液体系相图的绘制	154
实验 6-5 分配系数的测定	156
实验 6-6 蔗糖水解反应速度常数的测定	158
实验 6-7 液体表面张力的测定	162
实验 6-8 固-液界面吸附等温方程经验常数的测定	168
实验 6-9 黏度法测定高聚物分子量	170
第七章 化学分析实验	174
实验 7-1 葡萄糖干燥失重的测定	174
实验 7-2 生药灰分的测定	175
实验 7-3 盐酸黄连素的含量测定	176
实验 7-4 氢氧化钠标准溶液的配制与标定	177
实验 7-5 草酸的含量测定	179
实验 7-6 0.1mol/L 盐酸标准溶液的配制与标定	179
实验 7-7 混合碱溶液中各组分含量的测定	181
实验 7-8 高氯酸标准溶液的配制与标定	183
实验 7-9 盐酸麻黄碱片的含量测定	184
实验 7-10 硝酸银标准溶液和硫氰酸铵标准溶液的配制与标定	185
实验 7-11 EDTA 标准溶液的配制与标定	187
实验 7-12 中药白矾中硫酸铝钾的含量测定	188
实验 7-13 水的硬度测定	189
实验 7-14 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	191
实验 7-15 胆矾中硫酸铜的含量测定	192
第八章 电化学及电泳分析实验	194
实验 8-1 醋酸的电位滴定	194
实验 8-2 永停滴定法	197
实验 8-3 饮用水中氟含量的测定	199
实验 8-4 聚丙烯酰胺凝胶电泳法鉴定角类药材中的蛋白质	203
实验 8-5 高效毛细管电泳色谱法测定麻黄中麻黄碱和伪麻黄碱	206
第九章 吸收光谱分析实验	209
实验 9-1 分光光度法测定条件及方法的研究	209
实验 9-2 大山楂丸中总黄酮的含量测定	212

实验 9-3	维生素 B ₁₂ 注射液的定性定量	213
实验 9-4	丹皮酚的紫外吸收曲线和一阶导数光谱的绘制	216
实验 9-5	双波长分光光度法测定安钠咖注射剂中咖啡因的含量	218
实验 9-6	导数光谱法测定安钠咖注射液中咖啡因的含量	220
实验 9-7	红外分光光度计性能检查及试样制备	221
实验 9-8	醛和酮的红外光谱测定及解析	223
实验 9-9	原子吸收分光光度法测定注射剂中铅的含量	225
第十章	色谱分析实验	228
实验 10-1	氧化铝活度测定	228
实验 10-2	大黄中蒽醌类化合物的柱色谱分离	229
实验 10-3	丹参注射液的薄层色谱鉴别	230
实验 10-4	双波长薄层扫描法测定黄连药材中小檗碱的含量	231
实验 10-5	气相色谱填充柱的填装及柱效测定	236
实验 10-6	乙醇、丙酮和水混合溶液中各组分的定性和定量测定	241
实验 10-7	气相色谱法测定酊剂中乙醇的含量	249
实验 10-8	程序升温毛细管柱气相色谱法分析中药小茴香挥发油 中的反式茴香醚	252
实验 10-9	GC-MS 定性分析混合有机化合物	254
实验 10-10	维生素 E 胶丸中 α -V _E 的分离条件选择和定量测定	260
实验 10-11	大黄蒽醌苷元 HPLC 分析的条件选择	266
实验 10-12	槐米中芦丁的定量测定	268
实验 10-13	HPLC-MS 法测定人血清中特布他林	270
第十一章	其他仪器分析实验	274
实验 11-1	电子自旋共振(顺磁共振)	274
实验 11-2	核磁共振波谱法测定未知化合物的结构	279
实验 11-3	质谱法测定未知化合物	282
第十二章	综合性、设计性实验	284
实验 12-1	药用氯化钠的制备及含量测定(综合性实验)	284
实验 12-2	配合物中心原子 d 轨道分裂能的测定(综合性实验)	288
实验 12-3	中成药冰硼散中冰片、朱砂、硼砂和玄明粉的含量测定(综合性实验)	289
实验 12-4	茶叶中提取咖啡因(综合性实验)	290
实验 12-5	苯佐卡因的制备(综合性实验)	292
实验 12-6	NaH ₂ PO ₄ 和 Na ₂ HPO ₄ 混合物中各组分含量测定(设计性实验)	294
实验 12-7	中药黄连中生物碱的薄层色谱鉴别(设计性实验)	294
实验 12-8	阿司匹林的制备及含量测定(设计性实验)	296
实验 12-9	双黄连颗粒的 TLC 鉴别与 HPLC 含量测定(综合设计性实验)	297

附录	298
附录 1 常用玻璃仪器	298
附录 2 原子量表	300
附录 3 常用化合物式量表(根据 1981 年国际原子量)	301
附录 4 国际制基本单位	302
附录 5 不同温度下水的密度 (kg/m^3)	304
附录 6 20°C 时常用固体和液体的密度	304
附录 7 水的黏度 η (单位: $10^{-4}\text{Pa} \cdot \text{s}$)	305
附录 8 液体的黏度 η	305
附录 9 水的表面张力系数 α (与空气接触)	305
附录 10 液体的表面张力系数 α (20°C 与空气接触)	305
附录 11 某些物质相对于空气的折射率 n (入射光为 D 线 589.3 nm)	305
附录 12 某些药物的旋光率 $[\alpha]_D^{20}$	306
附录 13 弱酸、弱碱在水中的离解常数 (25°C)	306
附录 14 常用酸碱溶液的比重和浓度	309
附录 15 常用酸碱指示剂及配制	312
附录 16 常用缓冲溶液的 pH 范围及配制	313
附录 17 某些常用试剂的配制	314
附录 18 基准物质及其干燥温度	316
附录 19 难溶化合物的溶度积 ($18\sim 25^\circ\text{C}$)	317
附录 20 试剂的规格和使用要求	319
附录 21 常用干燥剂的性能与应用范围	319
附录 22 常用溶剂的物理常数和纯化方法	320
附录 23 水的饱和蒸汽压	320
附录 24 常用气相色谱柱及填料	321
附录 25 常用高效液相色谱柱及填料	323
附录 26 参考学时数	326
主要参考书目	328

第一章 理化实验基础知识

(一)理化实验基本要求

科学实验是人们认识和改造客观世界的重要手段,也是理论通向实践的桥梁。物理学和化学是实验性的科学,其研究方法、定律和理论的建立都以实验为基础,并经受实验检验。例如:爱因斯坦的光子学说,是在光电效应实验的基础上建立起来的,它的正确性又为康普顿散射实验进一步证实。理化实验与理论之间具有相互依存、相互促进的关系;同时,它又是医学和药学等科学实验的基础,在理化实验中使用的的基本方法和基本技能也已广泛地应用于医药研究的实践中。

实验教学是培养药学人才的一个重要方面,也是当前高等教育中亟需加强的一个环节。不仅应该验证已建立的理论,巩固、加深对它的理解,提高对理论知识灵活运用能力,而且更重要的是要掌握实验方法的原理和操作技能,熟悉常用仪器的基本原理、结构、性能、调整、操作、观测分析和排除故障的方法;学会观察现象,正确记录和处理数据,分析实验结果,并能分析实验方法、测量仪器、周围环境、测量次数和操作技能等对测量结果的影响,从而学会选择实验条件和使用仪器,进一步根据所学原理设计实验,确定合理的实验程序去获取正确的实验结果。

通过实验教学还可培养学习者严肃认真、细致踏实、一丝不苟、实事求是的科学态度和克服困难、坚韧不拔的工作作风(着重“三严”,即操作要认真严格,态度要踏实严谨,思维要活跃严密)。

在整个实验教学过程中,学习者必须主动、自觉、创造性地获得知识和技能,决不是仅仅通过实验获取几个实验数据,关键是要通过实验去探索、研究问题。因此,在观察实验现象时,要事先明确做什么,应该怎样去做,而且还要懂得为什么要这样去做。在实验过程中,要正确、简明、有条不紊地记录数据,要做到在做第 100 次测试时仍像第一次测试那样认真,并对测试结果完全负责。在写报告时,要确切地分析评定自己的工作。

做好理化基础实验是学好中药学的必由之路,所以,学习者不但要具有扎实的书本知识,更重要的是能将这些知识转化为自己的能力。

要做好实验,必须做到以下几点。

(1) 实验前充分预习。必须认真阅读实验教材及有关参考资料,明确实验目的和要求,掌握基本原理和操作要点,了解所用仪器的操作规程和维护,确定需要进行哪些数据测量,记录哪些数据,预先安排好实验进程,做到心中有数。

(2) 写好预习报告。报告内容应包括实验题目、实验目的、基本原理、实验步骤、注意事项等,并详细设计记录数据的表格。

(3) 实验过程中必须严格按操作规程进行,若确有改动的必要,须事先征得指导教师的同意。实验时要认真练习操作,实验仪器应排放整齐合理,并随时保持仪器和桌面的整齐、

清洁。如果器具摆放杂乱,烧瓶、试管不洁净,急用时就会手足无措,也不可能得到准确的实验数据。

(4) 实验中应仔细观察现象,尊重事实,及时做好和保存好完整而确切的原始记录。要善于分析和思考问题,遇异常现象应查出原因。

(5) 实验结束应认真处理数据,总结经验教训,写出实验报告。

(二) 实验记录与实验报告

实验记录是书写报告和论文的原始资料,也是许多年以后可被查阅的永久记录。因此,养成良好的记录习惯和正确的记录方法是培养研究能力的重要一环。每个学生必须备有原始记录本,原始记录本应保持整洁、完整,不得缺页。实验记录的内容应包括标题、日期、操作者姓名、实验条件(如室温、湿度、仪器名称、型号及编号、标准液浓度、分析测试的条件等)及一切原始数据(如重量、体积、原料的性质、反应的经过和现象、分析测试的数据和图谱等);不能随意涂改数据,如果需要改正,可在不正确的数据上划一条线,然后在旁边写上正确的数据。

实验报告是总结和评价实验工作的依据。书写实验报告是分析、归纳、总结实验数据、讨论实验结果并把实验获得的感性认识上升为理性认识的过程,也是训练文字表达能力的一个环节。因此,实验报告应按一定格式书写。要求字迹清晰,文字通顺,条理分明,叙述力求简明扼要,并必须有结论和讨论。实验记录及数据处理尽量使用表格形式,使人一目了然,所作图的图形要准确清楚,并保持报告本的整齐清洁。数据处理必须由每个人独立进行,报告要真实反映实验结果,决不可凑数据,更不可伪造数据。

(三) 实验室意外事故的预防和处理

理化实验所用的原料、试剂种类繁多,经常要使用易燃易爆的或有毒有腐蚀性的化学药品,如使用不当就有可能发生着火、中毒、烧伤、爆炸等事故。有时在实验中使用许多玻璃仪器和电器设备,如处理不当也会发生事故。一旦事故发生,小则危及个人,大则损害国家财产和他人人身安全。如因渎职而造成国家财产损失或人身事故,则将受到国家法律的制裁。因此要求实验者必须在思想上高度重视,并具有必要的安全知识,同时要严格执行操作规程,还要有适当的预防措施,以避免事故的发生。

(1) 在实验室使用的化学药品,必须考虑放置和取用的安全。易燃溶剂(如乙醚、甲醇、乙醇、石油醚、苯、二硫化碳等)应在阴凉通风和远离明火的地方放置和使用;钠、钾、白磷等与空气接触会自燃,钠、钾应保存在煤油中,白磷可保存在水中,取用时要用镊子。易燃溶剂切勿用直火加热,实验时应尽量防止或减少易燃气体的外逸,处理大量易燃性物质时,应在通风橱中或指定的地方进行,且室内严禁有明火。用油浴加热时,切勿使冷凝水溅入热油浴中,以免使油外溅到热源上而起火。

(2) 常压操作时切勿在密闭系统内进行加热反应,反应过程中要经常检查仪器装置各部分,不可有堵塞现象。减压操作时不得使用机械强度不大的仪器(如薄壁玻璃仪器)。点燃氢气、一氧化碳等易燃气体时,必须先检查其纯度,否则,混有空气的不纯氢气等遇火会发生爆炸。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,否则也将引起爆炸。

(3) 储存中会放出气体的物质(如亚硝酸铵、浓盐酸、浓氨水等)开启时瓶口不要对准人。使用有毒试剂或反应过程中产生有毒物质的实验应在通风橱中进行。禁止用手直接取用任何化学药品,使用毒品时除用药匙、量器外还必须戴橡皮手套,操作后立即洗手;沾染过有毒物质的仪器和用具,用完后应立即处理,以消除毒性。

(4) 使用电器前应首先了解它对电源的要求(如 220V 或 380V)及额定功率,选择好相应的插座或导线;使用时必须先接好线路再插上电源。实验结束时,必须先切断电源再拆线路。人体不得直接接触导电部分,更不能用湿手接触。

(5) 玻璃管(棒)切割后断面应在火上烧熔后消除棱角,以防割伤皮肤。将玻璃管或温度计插入塞中时,应先用水或甘油等润滑剂湿润,防止玻管折断而被割伤。

(6) 万一发生事故,切勿惊慌失措,应沉着镇静及时采取措施,防止事故的扩大。

皮肤沾染酸或碱后,应先用水冲洗,再用氨水、石灰水或醋酸等弱碱、弱酸中和;酸性或碱性物质进入眼睛或面部器官时,应先用于布将酸擦去后再用大量水冲洗,并立即到医院治疗。

碰到烫伤事故,可用高锰酸钾或苦味酸溶液揩洗灼伤处,再涂上凡士林或烫伤油膏,必要时应到医院治疗。由热的酸、碱引起的烫伤,应先中和酸碱,再处理烫伤。

若因乙醇、苯、乙醚等引起着火,应立即用湿布或沙土等扑灭。若遇电气设备着火,必须先切断电源,再用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火。

若吸入氯气、氯化氢等刺激性气体时,可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气以解毒。吸入硫化氢等气体感到头晕不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。发生中毒现象时应根据毒性物质给以解毒剂,并立即送医疗单位。

遇有触电事故,首先应切断电源,必要时对伤者进行人工呼吸。

表 1-1 实验室常用灭火器材及其适用范围

灭火机类型	药液成分	适用范围
酸碱式	硫酸	非油类和电器失火的一般初起火灾
泡沫灭火机	硫酸铝和碳酸氢钠	适用于油类起火
二氧化碳灭火机	液态二氧化碳	适用于扑灭电器设备、小范围油类及忌水的化学物品的失火
四氯化碳灭火机	液态四氯化碳	适用于扑灭电器设备,小范围的汽油、丙酮等失火。不能用于扑灭活泼金属钾、钠的失火,因四氯化碳会强烈分解,甚至爆炸。电石、二硫化碳的失火,也不能使用它,因为会产生光气一类的毒气
干粉灭火机	主要成分是碳酸氢钠等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂	扑救油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件和遇水易烧物品的初起火灾
1211 灭火机	二氟一氯一溴甲烷液化气体	特别适用于扑灭油类、有机溶剂、精密仪器、高压电器设备的火灾

(四)废弃物的处理

有毒、有害、易燃、易爆、腐蚀性物质及药渣、废纸、火柴梗等固形物不得随意乱扔或倒入下水道,必须放入指定容器,统一妥善处理,以免污染环境、引起火灾或造成下水道的堵塞及腐蚀。

(五)常用有机溶剂及其纯化、回收

很多化学实验都要使用有机溶剂,而有机溶剂往往易燃或有一定的毒性,因此使用前必须了解其性质和使用注意事项,有时还需进行溶剂的前处理。以下介绍几种常用有机溶剂的性质及纯化、回收方法。

1. 乙醇(C_2H_5OH) M.W.46.1, b.p.78.5°C, d_4^{20} 0.78。乙醇为具有酒味的无色透明液体,易燃,能与水以任意比例混合,对人体的毒性较低,许多极性强的有机化合物都能溶解在乙醇中,因此乙醇是重结晶有机化合物的良好溶剂。乙醇与水形成共沸物(b.p.78.5°C),用一般的分馏法不能完全除去其中的水,直接蒸馏所得的乙醇含量为95%。

(1) 无水乙醇的制备(含量为99.5%): 在250 ml圆底烧瓶中加入45 g生石灰、100 ml乙醇(95%),装上冷凝器(上接1个无水氯化钙干燥管),在水浴上回流2~3 h,然后改为蒸馏装置进行蒸馏,弃去少量前馏分后可收集得无水乙醇。

(2) 绝对乙醇的制备(含量为99.95%):

1) 用金属钠制备: 在250 ml圆底烧瓶中,将2 g金属钠加入100 ml纯度至少是99%的乙醇中,加数粒沸石,装上球形冷凝器(上接1个无水氯化钙干燥管),回流30 min。再改成蒸馏装置,蒸馏收集得绝对乙醇。若要制备纯度更高的绝对乙醇,则可在回流30 min后,加入4 g邻苯二甲二甲乙醇,再回流10 min,然后改成蒸馏装置蒸馏,收集产品即得。

2) 用金属镁制备: 制备装置同上,在250 ml圆底烧瓶中加入0.6 g干燥镁条(或镁屑)和10 ml乙醇(99.5%)。在水浴上微热后移去热源,立即投入几颗碘粒加速反应进行(注意不要摇动)。不久碘粒周围即发生反应(如反应太慢,可加热或补加碘粒),慢慢扩大,最后可达到相当激烈的程度。当全部镁条反应完毕后,加入100 ml乙醇(99.5%)和数粒沸石,回流1 h,以下操作同1)。

2. 乙醚($C_2H_5OC_2H_5$) M.W.74.1, b.p.34.5°C, d_4^{20} 0.71。乙醚沸点低,易挥发、易燃,使用乙醚时严禁明火。乙醚几乎能和所有的有机溶剂以任意比例混合,在水中的溶解度约为10%。乙醚久置易产生过氧化物,蒸馏久置的乙醚时切忌蒸干,以免因过氧化物引起爆炸。乙醚应存于密闭容器中并置阴凉处。

(1) 过氧化物的检验: 取少量乙醚,加等体积碘化钾水溶液(2%)和数滴稀硫酸,振摇,再加1滴淀粉试液,呈紫蓝色即表示有过氧化物存在。

(2) 过氧化物的除去: 用酸性硫酸亚铁溶液(110 ml水,6 ml浓硫酸,60 g硫酸亚铁)洗涤乙醚可除去过氧化物。然后用水洗涤,用无水氯化钙干燥,蒸馏得纯乙醚。

(3) 无水乙醚的制备: 将100 ml乙醚放在干燥锥形瓶中,加入20~25 g无水氯化钙,加塞放置24 h以上,并间断摇动,然后蒸馏收集33~37°C馏分。用压钠机将1 g金属钠直接压成钠丝加入盛乙醚的瓶中,用带有氯化钙干燥管的软木塞塞住,或在木塞中插一末端拉成毛细管的玻璃管。这样既可防止潮气侵入,又可使产生的气体逸出。放置至无气泡发生时,即可使用。若钠丝表面已变黄变粗,须再蒸1次,然后再压入钠丝。

3. 苯(C_6H_6) M.W.78.1, b.p.80°C, d_4^{20} 0.87。苯是无色透明的液体,易燃,与水不混溶。苯是非极性溶剂,常用来提取、重结晶和层析有机化合物。苯和水能形成共沸混合物(b.p.69°C,含水量9%),故常利用苯的这种性质来除去反应中生成的水。苯蒸气有毒,长期接触会引起慢性中毒,主要表现为破坏人体造血功能。