

高等学校实验教学改革教材

大学通用生命科学实验教程 ——生物技术专业

Daxue Tongyong Shengming Kexue Shiyān Jiāochéng

Shengwu Jishu Zhuānyē

高丽萍 魏涛 ©主编



北京大学出版社
PEKING UNIVERSITY PRESS

· 013046826

Q81-33
21

高等学校实验教学改革教材

大学通用生命科学实验教程

——生物技术专业

高丽萍 魏涛 主编



北航

C1652530



北京大学出版社
PEKING UNIVERSITY PRESS

Q81-33
21

内 容 简 介

本书将生物技术相关专业的基础实验以及专业实验进行了有机整合,包括无机及分析化学实验、有机化学实验、微生物学实验、细胞生物学实验、仪器分析试验、生物化学实验、分子生物学实验、发酵工程实验、食品酶学实验以及生物活性物质的分离、纯化及含量检测综合大实验等 10 篇共 82 个实验。本书适用于高等院校生物技术、生物工程等专业的学生使用,同时可作为生物、医药和农林等相关领域的学生、科研人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

大学通用生命科学实验教程:生物技术专业/高丽萍,魏涛主编. —北京:北京大学出版社,2013.5

ISBN 978-7-301-22500-4

I. ①大… II. ①高… ②魏… III. ①生物工程—实验—高等学校—教学参考资料
IV. ①Q81-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 092317 号

书 名: 大学通用生命科学实验教程——生物技术专业

著作责任者: 高丽萍 魏 涛 主编

责任编辑: 黄 炜

标准书号: ISBN 978-7-301-22500-4/Q·0137

出版发行: 北京大学出版社

地 址: 北京市海淀区成府路 205 号 100871

网 址: <http://www.pup.cn> 新浪官方微博: @北京大学出版社

电子信箱: zpup@pup.cn

电 话: 邮购部 62752015 发行部 62750672 编辑部 62752038

出版部 62754962

印 刷 者: 北京飞达印刷有限责任公司

经 销 者: 新华书店

787 毫米×1092 毫米 16 开本 20 印张 496 千字

2013 年 5 月第 1 版 2013 年 5 月第 1 次印刷

定 价: 45.00 元

未经许可,不得以任何方式复制或抄袭本书之部分或全部内容

版权所有,侵权必究

举报电话: 010-62752024 电子信箱: fd@pup.pku.edu.cn

前 言

生物技术同生命科学的其他领域一样,是实践性非常强的学科,其实践体系对培养学生的创新精神、分析问题和解决问题的能力具有举足轻重的作用。在生物技术专业的教学计划中,实践教学环节包括无机及分析化学实验、有机化学实验、微生物学实验、细胞生物学实验、仪器分析试验、生物化学实验、分子生物学实验、发酵工程实验、生物活性物质分离、纯化及检测实验、食品酶学实验等实践课程。在以往的教学过程中,各个实践课程相对独立,衔接性较差。学生反馈,各门实验课程之间重复性内容较多,而又有一些本应掌握的实验内容被遗漏。因此,生物技术专业的实践教学体系改革势在必行。为此,我们根据多年经验,经过反复讨论,将学生所要开设的实验课程进行科学整合,精简重复性实验,合理安排实验课程及具体实验内容的前后顺序;将精简的学时,引入遗漏的内容以及综合性、设计性实验;并将科研团队的成果融入到实验教学当中,广泛汲取兄弟院校的相关实践教学经验,在收集各方面教师、科研人员和学生宝贵意见的基础上,编写了本书。本书涵盖了生物技术专业从基础到专业课程学生应掌握的实验内容。

本书内容共分为无机及分析化学实验、有机化学实验、微生物学实验、细胞生物学实验、仪器分析试验、生物化学实验、分子生物学实验、发酵工程实验、食品酶学实验以及生物活性物质分离、纯化及检测综合大实验等 10 篇共 82 个实验。其中既保留了部分加强学生基本实验方法和技能训练的传统实验,也引进了一些新近发展起来的实验技术,同时,还增加了设计实验和综合实验部分。例如,在生物化学实验和生物活性物质分离、纯化及检测实验这两门实验课程中,老师通过多年的科研工作总结,把课程整体设计为一个相对完整的综合性大实验,而这些综合性大实验又可分解为若干相对独立、前后有机结合的小实验,全部实验完成后,将使学生熟悉全套流程。这样,学生通过一个完整的实验锻炼过程后,其科研思维和独立开展研究工作的能力将得到很大提高,为他们今后独立开展工作奠定基础。

本书适于作为高等院校生物技术、生物工程等专业的实践教学教材,同时生物、医药和农林等相关领域的学生、科研人员也可根据各自需求选择使用。

本书无机及分析化学实验三、四、七、八、九、十由秦菲编写,实验一、二、五、六由栾娜编写。有机化学实验由张景义编写。微生物学实验二、九、十二、十三由魏涛编写,实验一、三、四、五、六、七由王政编写,实验八、十、十一由高兆兰编写。细胞生物学实验由孙雅煊编写。仪器分析实验二、四、五、六由栾娜编写,实验一、三、七、八由秦菲编写。生物化学实验一至六由张艳贞编写,实验九、十由郑建全编写,实验七、八由张静编写。分子生物学实验由高丽萍、周绮云、戴雪伶和高兆兰编写。发酵工程实验由魏涛编写。生物活性物质分离、纯化及检测实验由尚小雅编写。食品酶学实验由高丽萍、刘彦霞编写。全书由高丽萍、魏涛统稿。

本书所有编者多年来一直从事于相关专业的教学与科研第一线,主持与参加了多项与之相关的教学、科学研究项目,并取得了丰富的成果。但由于水平有限以及编写时间仓促,书中难免存在缺点和疏漏之处,敬请专家和读者提出宝贵意见。

目 录

第一篇 无机及分析化学实验	(1)
实验一 粗盐的提纯	(1)
实验二 分析天平的使用和称量	(5)
实验三 溶液的配制	(8)
实验四 酸碱平衡与缓冲溶液的配制	(14)
实验五 容量器皿的校准	(18)
实验六 滴定分析基本操作练习	(23)
实验七 盐酸标准溶液的配制与标定	(27)
实验八 EDTA 标准溶液的配制与标定	(29)
实验九 葡萄糖含量的测定	(31)
实验十 AgNO_3 标准溶液的配制与标定	(32)
第二篇 有机化学实验	(35)
实验一 乙醇的常压蒸馏	(35)
实验二 减压蒸馏技术	(39)
实验三 苯胺的水蒸气蒸馏	(45)
实验四 乙酰苯胺的重结晶	(48)
实验五 从茶叶中提取咖啡因	(51)
实验六 有机化合物的薄层层析分离	(54)
实验七 烷、烯、炔、芳香烃的性质	(59)
实验八 烃的含卤含氧衍生物的性质	(60)
第三篇 微生物学实验	(64)
实验一 无菌操作和微生物接种技术	(64)
实验二 普通光学显微镜的使用	(68)
实验三 细菌的形态结构观察(简单染色,革兰氏染色,芽孢染色)	(73)
实验四 放线菌的形态结构观察	(77)
实验五 酵母菌的形态结构观察	(79)
实验六 霉菌的形态结构观察	(81)
实验七 微生物直接计数法	(84)
实验八 培养基的配制及高压蒸汽灭菌	(86)
实验九 细菌生理生化反应	(91)
实验十 土壤中细菌、放线菌、酵母菌及霉菌的分离与纯化	(97)
实验十一 环境因素对微生物生长发育的影响	(102)
实验十二 食品中细菌菌落总数和大肠菌群的检测	(105)

实验十三 食品中的霉菌和酵母菌的检测	(117)
第四篇 细胞生物学实验	(122)
实验一 细胞膜的渗透性	(122)
实验二 小鼠骨髓细胞染色体制备与观察	(123)
实验三 核酸(DNA 和 RNA)的显示法	(125)
实验四 植物细胞器——叶绿体的分离	(127)
实验五 巨噬细胞吞噬现象的观察	(128)
实验六 细胞骨架光学显微镜的观察	(130)
第五篇 仪器分析实验	(132)
实验一 紫外分光光度法测定水样中苯酚的含量	(132)
实验二 荧光法测定硫酸奎宁的含量	(134)
实验三 弱碱的自动电位滴定	(137)
实验四 火焰原子吸收法测定自来水中钙的含量	(141)
实验五 无火焰原子吸收光谱法测定铅的含量	(144)
实验六 啤酒中乙醇含量的测定	(146)
实验七 高效液相色谱测定饮料中的咖啡因	(150)
实验八 液相色谱法测定红曲中的洛伐他汀	(153)
第六篇 生物化学实验	(157)
实验一 大豆种子不同蛋白质组分的提取	(157)
实验二 大豆种子不同蛋白质组分的定量测定	(161)
实验三 大豆种子不同蛋白质组分相对分子质量测定 ——SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法	(163)
实验四 大豆种子不同蛋白质组分等电点测定 ——聚丙烯酰胺等电聚焦电泳法	(169)
实验五 大豆种子不同蛋白质组分的分离纯化——离子交换层析	(173)
实验六 大豆种子不同蛋白质组分的分离纯化——凝胶层析	(177)
实验七 植物总 DNA 提取与琼脂糖凝胶电泳	(181)
实验八 酵母 RNA 提取及定磷法测定 RNA 含量	(185)
实验九 动物体内转氨基实验	(189)
实验十 脂肪酸的 β 氧化实验	(191)
第七篇 分子生物学实验	(194)
实验一 大肠杆菌感受态细胞的制备	(194)
实验二 重组 DNA 的导入和筛选	(198)
实验三 质粒 DNA 的快速分离提取	(204)
实验四 琼脂糖凝胶电泳法分离 DNA 片段	(209)
实验五 质粒 DNA 的酶切与回收鉴定	(213)
实验六 组织 DNA 的分离、提取和纯化	(219)
实验七 动物组织总 RNA 制备及鉴定	(221)
实验八 反转录-聚合酶链式反应(RT-PCR)技术	(225)

实验九 Western 印迹鉴定目标蛋白	(230)
实验十 GST-融合蛋白在大肠杆菌中的表达和纯化	(235)
第八篇 发酵工程实验	(241)
实验一 紫外线对枯草芽孢杆菌产蛋白酶菌株的诱变育种	(241)
实验二 氧对好氧微生物发酵的影响	(246)
实验三 乳酸菌的分离纯化及酸奶的酿制	(249)
实验四 正交试验法优化大肠杆菌发酵培养基	(253)
实验五 小型发酵罐的使用及大肠杆菌生长曲线的测定	(257)
第九篇 食品酶学实验	(270)
实验一 大蒜细胞 SOD 的提取与分离	(270)
实验二 多酚氧化酶活性的测定	(273)
实验三 过氧化物酶的热稳定性	(277)
实验四 双酶法制作麦芽糖(饴糖)	(280)
实验五 蛋白酶活性测定	(283)
实验六 过氧化氢酶活性的测定	(286)
实验七 还原法检测果胶酶活性	(289)
实验八 纤维素酶活性的检测	(292)
第十篇 生物活性物质的分离、纯化及含量检测(综合大实验)	(297)
实验一 从红曲中提取洛伐他汀类降脂活性成分	(297)
实验二 红曲乙醇提取物中含洛伐他汀组分的初步分离纯化	(299)
实验三 洛伐他汀组分的色谱分离纯化	(301)
实验四 分离纯化后样品中洛伐他汀含量的测定	(304)
参考文献	(307)

第一篇 无机及分析化学实验

实验一 粗盐的提纯

【实验目的】

- (1) 掌握提纯氯化钠的原理和方法。
- (2) 学习溶解、沉淀、减压过滤、蒸发浓缩、结晶和烘干等基本操作。
- (3) 了解 SO_4^{2-} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等离子的定性鉴定。

【实验安排】

- (1) 本实验安排 4 学时。在教师指导下,学生独立完成。
- (2) 实验重点: 溶解、沉淀、减压过滤、蒸发浓缩、结晶和烘干等基本实验操作。
- (3) 实验难点: 减压过滤、NaCl 提纯的原理。

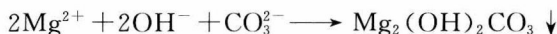
【实验背景与原理】

粗盐中含 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 K^+ 、 SO_4^{2-} 等可溶性杂质和泥沙等不溶性杂质,选择适当的试剂可使 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 等离子生成沉淀而除去。一般的除杂顺序是:

首先,在食盐中加入 BaCl_2 溶液,除去 SO_4^{2-} 。



其次,在滤液中加入 Na_2CO_3 ,除去 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和过量的 Ba^{2+} 。



再次,在滤液中加入 HCl ,去除 CO_3^{2-} 。



最后,去除剩余的 K^+ 。剩余的 K^+ 仍在溶液中,由于 KCl 的溶解度比 NaCl 大,且在粗盐中含量较少,经蒸发、浓缩、冷却, NaCl 析出, K^+ 仍在母液中,经过滤, NaCl 即可与 K^+ 分离。

【实验材料、仪器与试剂】

1. 仪器

烧杯,量筒,台称,普通漏斗,布氏漏斗,抽滤瓶,抽滤垫,蒸发皿,石棉网,泥三角,电炉,循环水泵。

2. 试剂

1 mol/L HCl , 2 mol/L H_2SO_4 , 2 mol/L HAc , 6 mol/L NaOH , 6 mol/L BaCl_2 , Na_2CO_3

饱和溶液, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 饱和溶液, 镁试剂 I, pH 试纸和粗食盐等。

【实验方法与步骤】

(一) 实验基本操作方法

1. 固体溶解

当固体物质溶解于溶剂时, 如固体颗粒太大, 应在研钵中研细。溶解固体时, 根据溶解度和固体量加入溶剂, 用加热、搅拌等方法加快溶解速度。对于一些溶解度随温度升高而增大的物质, 加热有利于溶解。搅拌可加速溶质的扩散, 从而加快溶解速度。搅拌时注意玻璃棒应在容器中均匀转圈, 不要触及容器底部及器壁, 速度不宜太快。在试管中溶解固体时, 可用振荡试管的方法加速溶解, 注意不能上下振荡, 也不能用手指堵住管口来回振荡。

2. 沉淀的制备

向溶液中滴加沉淀剂时, 由于沉淀剂局部浓度过大而生成沉淀, 但充分搅拌后局部沉淀溶解, 说明溶液还未达到沉淀所需浓度, 应继续加入沉淀剂, 边搅拌边加, 直至沉淀不消失为止。然后离心沉降, 在上清液中再加入沉淀剂, 如清液不变混浊, 则表示沉淀完全。

3. 固液分离

溶液与沉淀的分离方法有三种: 倾析法、过滤法、离心分离法。

(1) 倾析法。当沉淀的相对密度较大或结晶的颗粒较大, 静置后能很快沉降于容器的底部时, 可用倾析法进行分离和洗涤。把沉淀上部的溶液倾入另一容器中而使沉淀与溶液分离。然后加入少量洗涤液, 将沉淀和洗涤液充分搅拌均匀, 待沉淀沉降到容器的底部后, 再倾去洗涤液。如此反复操作三次以上, 沉淀即洗净。

(2) 过滤法。常用的过滤方法有常压过滤(图 1-1-1)、减压过滤两种。

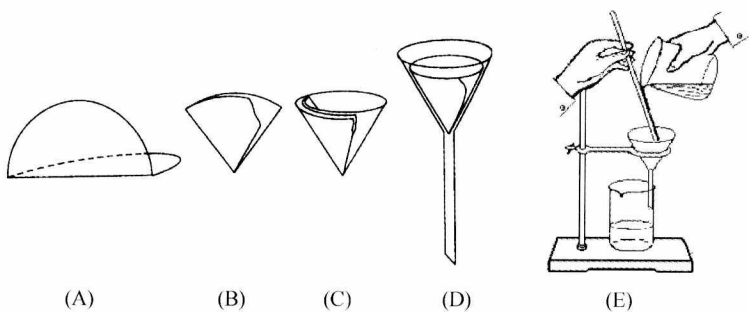


图 1-1-1 滤纸的折叠与安放及常压过滤操作

(A) 对折 (B) 折成合适的角度并撕去一角 (C) 展开成锥形
(D) 放入漏斗 (E) 常压过滤操作

① 常压过滤。如图 1-1-1 所示, 把滤纸对折再对折(暂不折死)成扇形, 展开后呈锥形, 放入漏斗中, 恰能与漏斗相密合。如果不能密合, 可适当改变滤纸折叠的角度使之与漏斗相密合(这时可将滤纸折死)。然后在三层滤纸的外两层撕去一个小角(撕下的纸角可用于擦拭玻璃棒、烧杯或漏斗中的残留沉淀), 用食指按住滤纸中三层的一边, 用少量蒸馏水润湿滤纸, 再用玻璃棒轻压滤纸四周, 赶去滤纸与漏斗壁间的气泡, 使滤纸紧贴在漏斗壁上。滤纸边缘应略低于漏斗边缘。过滤时一定要注意以下几点: 首先, 漏斗要放在漏斗架上, 并调整漏斗架的高度, 以使漏斗管的末端紧靠接收器内壁。其次, 先倾倒溶液, 后转移沉淀, 转移时

应使用玻璃棒导流。第三,倾倒溶液时,应使玻璃棒接触三层滤纸处,漏斗中的液面应略低于滤纸边缘。第四,如果沉淀需要洗涤,应待溶液转移完毕,将上方清液倒入漏斗。最后,如此重复洗涤两三遍,把沉淀转移到滤纸上。

② 减压过滤(简称“抽滤”)。减压过滤可缩短过滤时间,并且所得沉淀比较干燥。减压抽滤的装置见图 1-1-2,主要由布氏漏斗、抽滤瓶、循环水泵和安全瓶四部分组成。它的原理是利用水泵中急速的水流不断将空气带走,使抽滤瓶内的压力减小,在布氏漏斗内的液面与抽滤瓶之间造成压力差,从而提高过滤的速度。需要注意的是,在连接水泵的橡皮管和抽滤瓶之间应安装一个安全瓶,用以防止在关闭水阀或水泵后,因流速的改变引起自来水倒吸入抽滤瓶将滤液玷污并冲稀。如没有安装安全瓶,在抽滤结束后,则必须先拔下抽滤瓶侧面的塑胶管,然后再关闭电源,否则容易倒吸。

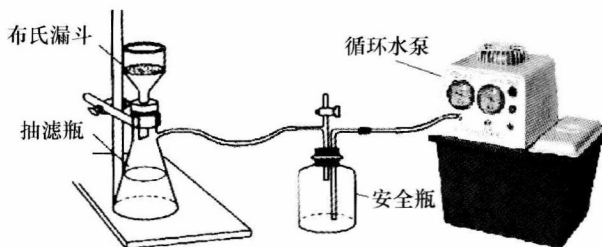


图 1-1-2 减压过滤装置

具体操作:将事先剪好的比布氏漏斗底部内径略小,且能把全部瓷孔盖住的圆形滤纸盖在布氏漏斗的瓷孔上,将布氏漏斗通过橡胶塞或橡胶垫与抽滤瓶相连,再将抽滤瓶通过橡胶管与安全瓶相连。用少量水湿润滤纸,关闭安全瓶,开启循环水泵,减压使滤纸与漏斗贴紧。把过滤物通过玻璃棒慢慢注入漏斗,注入量不得超过漏斗总容量的 $2/3$ 。待溶液全部滤下后,用搅拌棒轻轻将沉淀向滤纸中间部位集中,继续减压,将沉淀抽干。过滤完毕,先放空安全瓶,再关闭水泵。根据需要取舍沉淀或溶液,用玻璃棒轻轻掀起滤纸边,取下滤纸和沉淀,瓶中滤液从上口倾出,不得从侧口倒出。侧口只作连接减压装置用,不要从中倾倒溶液,以免污染溶液。

4. 蒸发(浓缩)

当溶液很稀而所制备的物质的溶解度又较大时,为了能从中析出该物质的晶体,必须通过加热,使水分不断蒸发,溶液不断浓缩。蒸发到一定程度时冷却,就可析出晶体。当物质的溶解度较大时,必须蒸发到溶液表面出现晶膜时才停止。当物质的溶解度较小,或在高温时溶解度较大而室温时溶解度较小时,不必蒸发到液面出现晶膜即可冷却。蒸发是在蒸发皿中进行,蒸发的面积较大,有利于快速浓缩。若无机物对热稳定,可以直接加热(应先预热)或用水浴间接加热。

5. 结晶与重结晶

大多数物质的溶液蒸发到一定浓度下冷却,就会析出溶质的晶体。析出晶体的颗粒大小与结晶条件有关。如果溶液的浓度较高,溶质在水中的溶解度随温度下降而显著减小时,冷却得越快,析出的晶体越细小,否则就得到较大颗粒的结晶。搅拌溶液和静止溶液,可以得到不同的效果,前者有利于细小晶体的生成,而后者有利于大晶体的生成。

如溶液容易发生过饱和现象,可以用搅拌、摩擦器壁或投入几粒晶体(晶核)等办法,使

其形成结晶中心,过量的溶质便会全部析出。

如果第一次结晶所得物质的纯度不符合要求,可进行重结晶。其方法是在加热情况下使纯化的物质溶于一定量的水中,形成饱和溶液,趁热过滤,除去不溶性杂质,然后使滤液冷却,被纯化物质即结晶析出,而杂质则留在母液中,过滤便得到较纯净的物质。若一次重结晶达不到要求,可再次结晶。重结晶是提纯固体物质常用的方法之一,它适用于溶解度随温度有显著变化的化合物,对于其溶解度受温度影响很小的化合物则不适用。

(二) 实验步骤

1. 溶解粗盐

称取 15 g 粗盐于 250 mL 烧杯中,加入 60 mL H_2O 加热搅拌使其溶解。

2. 除 SO_4^{2-}

加热溶液至近沸,边搅拌边滴加 1 mol/L BaCl_2 溶液 3~4 mL,继续加热 5 min。

3. 检验 SO_4^{2-} 是否除尽

将烧杯从电炉上取下,使溶液静置,待沉淀沉降至上部溶液澄清,沿杯壁在上清液中加入 1~2 滴 1 mol/L BaCl_2 溶液,若有沉淀,需继续加 BaCl_2 至 SO_4^{2-} 沉淀完全。若无沉淀产生,表示 SO_4^{2-} 已除尽。抽滤,留滤液,弃沉淀。

4. 除 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和过量 Ba^{2+}

将上一步所得滤液加热至近沸,边搅拌边滴加饱和 Na_2CO_3 溶液 6~8 mL,直至不再产生沉淀。再多加 0.5 mL 饱和 Na_2CO_3 溶液,取下,静置。

5. 检验 Ba^{2+} 是否除净

在上清液中,沿杯壁滴加饱和 Na_2CO_3 溶液,若无沉淀,表示 Ba^{2+} 已除净;否则,再补加 Na_2CO_3 溶液至沉淀完全。抽滤,留滤液,弃沉淀。

6. 除 CO_3^{2-}

在滤液中滴加 6 mol/L HCl ,加热搅拌,用 pH 试纸检验,至 pH 为 2~3。

7. 浓缩与结晶

将滤液倒入蒸发皿中加热蒸发,浓缩到约为原体积为 1/4 时(有大量结晶出现,勿蒸干),停止加热,冷却、抽滤。用少量水洗涤结晶,抽干。

8. 烘干

将抽滤得到的 NaCl 晶体,在干净干燥的蒸发皿中小火烘干,冷却后称重,计算产率。

9. 产品纯度的检验

称取粗盐和精盐各 0.5 g,分别用 5 mL 蒸馏水溶解备用。

(1) SO_4^{2-} 的检验。各取上述两种盐溶液 1 mL,分别加 2 滴 BaCl_2 和 3~4 滴 6 mol/L HCl ,观察有无白色 BaSO_4 沉淀。

(2) Ca^{2+} 的检验。各取上述两种盐溶液 1 mL,分别加几滴 2 mol/L HAc 酸化,再分别滴加 3~4 滴饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液,观察有无 CaC_2O_4 白色沉淀。

(3) Mg^{2+} 的检验。各取上述两种盐溶液 1 mL,分别加 4~5 滴 6 mol/L NaOH 摇匀,各加 3~4 滴镁试剂,若有蓝色絮状沉淀,表示含 Mg^{2+} 。

【实验提示与注意事项】

(1) 掌握好晶形沉淀的条件,以获得大晶形沉淀,避免形成细小沉淀。细小的沉淀会穿

过滤纸的纤维孔(称穿滤)。

(2) 抽滤操作要规范,过滤前应先开水泵,待滤纸贴紧后应立即开始过滤,以免发生穿滤。过滤后滤液应透明。若滤液浑浊,应重新过滤。

【思考题】

- (1) 在除去 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 时,为什么先加入 BaCl_2 溶液,再加入 Na_2CO_3 溶液?
- (2) 在除 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 等离子时,能否用其他可溶性碳酸盐代替 Na_2CO_3 ? 为什么?
- (3) 为什么用 BaCl_2 而不用 CaCl_2 除去 SO_4^{2-} ?
- (4) 加 HCl 除 CO_3^{2-} 时,为什么要把溶液的 pH 调到 2~3? 调节至中性是否可行?

实验二 分析天平的使用和称量

【实验目的】

- (1) 了解天平的构造原理,学会分析天平的使用方法。
- (2) 学会用直接称量法和减量法称量试样。
- (3) 学会正确使用称量瓶。

【实验安排】

- (1) 本实验安排 4 学时。在教师指导下,学生独立完成。
- (2) 实验重点: 分析天平、减量法称量的方法及操作。
- (3) 实验难点: 分析天平、称量瓶的操作。

【实验背景与原理】

分析天平是根据杠杆原理设计而成的。

设杠杆 ABC(图 1-2-1),B 为支点。在 A 及 C 上分别载重, Q 为被称物的质量, P 为砝码的质量。当达到平衡时,即 ABC 杠杆呈水平状态,则根据杠杆原理 $Q \times l_1 = P \times l_2$,若 B 为 ABC 的中点,则 $l_1 = l_2$,所以 $Q = P$,这就是等臂天平的原理,如国产 TB 型半自动电光天平、TG328A 型全自动天平均为等臂天平。

若 B 点不是中点, Q 为固定的重量锤质量, P 为总砝码质量,但 $Q \times l_1 = P \times l_2$,即天平盘、所有砝码均挂在同一悬挂系统上,梁的另一端装有固定的重锤和阻尼器与之平衡,当称物体质量时,减去 P ,仍使 $Q \times l_1 = (\text{样品质量} + P - \text{砝码}) \times l_2$,即用被称物替代减去的砝码,使天平横梁保持原有平衡,所减去的砝码质量等于被称物的质量,这就是不等臂天平的原理(替代法称量原理)。如国产 DT-100A 型单盘减码式全自动电光天平。

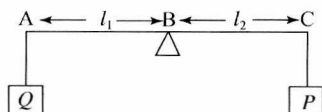


图 1-2-1 天平原理图

天平的灵敏度是指在天平的托盘上增加 1.0 mg 时,所引起的指针偏斜的程度。指针偏斜程度愈大,则该天平的灵敏度愈高。天平的灵敏度一般以标牌的格数来衡量,即灵敏度=格/mg,但实际上经常用“感量”来表示:感量=1/灵敏度=mg/格。

【实验材料、仪器与试剂】

DT-100A 型单盘电光天平,称量瓶,烧杯,已知质量的金属片,称量试样等。

【实验方法与步骤】

(一) 实验基本操作

1. DT-100A 型单盘电光天平的使用

(1) 天平的检查。检查天平的圆水准器是否指示水平,若气泡偏离中心,缓慢调节天平底板下的两个前脚螺丝,使气泡位于中心。检查天平盘是否洁净,若有灰尘用软毛刷清扫干净。

(2) 天平零点的检查和调整。检查天平的各数字窗口及微读轮指数是否为零,若不为零,均调为零。向上拨动电源开关,将停动手钮向前(操作者方向)均匀缓慢地旋转 90°,使天平处于全开状态,待天平停止摆动后,旋转调零旋钮,使投影屏标尺上的“00”刻线位于投影屏的黑色夹线正中位置,关闭天平。

(3) 称量及读数。调整和记录天平的零点后,关闭天平。推开天平侧门,将待测物体放在天平盘中央,关闭侧门。将停动手钮向后旋转约 30°(遇阻不可再转),使天平处于“半开”状态。在天平“半开”状态下进行减码,首先转动大手钮(10~90 g),当投影屏标尺由向正偏移到向负偏移时,说明砝码示值过大,应退回一个数,然后调中手钮(1~9 g)和小手钮(0.1~0.9 g),如调大手钮一样判断示值大小。调整完毕后,关闭天平,再将停动手钮向操作者方向均匀缓慢地旋转 90°,使天平全开,待微标移动停止后,转动微读手钮,使微标上的某一刻度线处于黑色夹线正中,读取读数减码窗、微读数字窗及投影屏上的读数,重复一次关、开天平的操作,若微标的位置不变(或变动值不超过 0.1 mg),其显示数值即为所称物体的质量,将数据记录在数据记录本上。

2. 称量瓶的使用

称量瓶是具磨口塞的圆筒形玻璃瓶,主要用于减量法称量试样,也可用于烘干试样。因有磨口塞,可以防止瓶中的试样吸收空气中的水分和 CO₂ 等,因此适用于称量易吸潮的试样。

称量时,用叠好的干净纸条将装有试样的带盖的称量瓶放在天平盘上,准确称量后,左手用纸条套住称量瓶将其从天平上取下(严禁直接用手拿取称量瓶),置于接收器上方,右手用纸片夹住盖柄,打开瓶盖,将瓶身慢慢向下倾斜,用瓶盖轻敲瓶口上方,使试样慢慢落入容器中。接近需要量时,一边继续用盖轻敲瓶口,一边慢慢将瓶身竖直,使附在瓶口附近的试样落入瓶中(图 1-2-2)。盖好瓶盖,放回天平盘,取出纸条,称其质量。两次称量值之差即为取出的试样的质量。若样品量不够,可继续按上述方法操作,直至满足要求为止。称量完毕后,将称量瓶放回原干燥器中。



图 1-2-2 称量瓶的使用方法
(A) 称量瓶拿法 (B) 从称量瓶中敲出试样

(二) 实验步骤

1. 直接法称量

(1) 称量瓶的称量。检查天平,调整并记录天平的零点后,关闭天平。推开天平侧门,用叠好的纸条拿取带盖的称量瓶一只,放在天平盘中央,关闭侧门。称量,在数据记录本上记录称量瓶的质量 W_0 。

(2) 样品的称量。向教师领取待测样品,记下样品号,同上法称量,记下称量结果。

2. 减量法

当样品易吸水、易氧化或易与二氧化碳反应时,则采用此法。

(1) 取两个干净的烧杯,编为 1,2 号,在分析天平上称量,精确至 0.1 mg,分别记为 $W_{\text{杯}1}$ 、 $W_{\text{杯}2}$ 。

(2) 取一干净称量瓶,加入约 1 g 试样,盖上瓶盖,在分析天平上,准确称量得到试样和称量瓶的总质量 W_{A1} ,然后左手用纸条套住称量瓶,将其从天平中取出,倾出接近所需量的样品(约 0.2~0.3 g)于烧杯 1 中,准确称取倾出样品后的称量瓶及剩余样品的质量 W_{B1} ,两次称量之差($W_{A1} - W_{B1}$)即为第一份试样的质量 W_{s1} 。以同样的方法转移第二份试样于烧杯 2 中,重复操作,得到第二份试样的质量 W_{s2} 。

(3) 在分析天平上分别准确称量两个装入试样的烧杯的质量,记录其质量为 W_1 、 W_2 。 $W_1 - W_{\text{杯}1}$ 即为称取的试样质量 W'_{s1} 。如果称量无差错,称量瓶中倾出的样品质量应等于烧杯中接受样品的质量,即 W_{s1} 应等于 W'_{s1} , W_{s2} 应等于 W'_{s2} 。本实验要求两种方法得到的试样质量绝对差值 < 0.4 mg。如果不符,找出原因,重新称量。

(4) 称量完毕后,应检查自己所用天平。注意以下环节:① 天平盘内有无脏物,如有,则用毛刷刷净。② 天平的各数字窗口及微读轮指数是否为零。③ 天平停动手钮是否关好。④ 最后关好天平门、关闭天平电源开关、罩上天平罩、切断电源。

(三) 数据记录及结果处理

1. 直接法称量

称量瓶 W_0	
待测样品质量(号)	

2. 减量法

i	1	2
倾出试样前 W_{Ai}/g 倾出试样后 W_{Bi}/g W_{Si}/g		
$W_{\text{称}i}/g$ W_i/g W'_{si}/g		
绝对差值 $ W_{si} - W'_{si} /g$		

【实验提示与注意事项】

(1) 使用称量瓶时,注意不可直接用手拿取,因为手的温度高且有汗,会导致称量结果不准确。

(2) 不可将微读手钮向 <0 或 >10 的方向用力转动,否则将造成微读调节不可逆转,只能拆卸天平才能恢复。

【思考题】

(1) 什么情况下用直接法称量? 什么情况下用减量法称量?

(2) 是否分析天平的灵敏度越高,称量的准确度就越高? 为什么?

(3) 用减量法称取试样时,若称量瓶内的试样吸湿,将对称量结果造成什么误差? 如试样敲落入烧杯内再吸湿,对称量是否有影响(不考虑本实验中为了核对而称取的烧杯+试样的质量)?

实验三 溶液的配制

【实验目的】

(1) 掌握实验室常用溶液浓度的计算方法、配制方法和基本操作。

(2) 熟悉台秤、量筒的使用方法。

(3) 学习溶液的定量转移及稀释操作,学习移液管、容量瓶的使用方法。

【实验安排】

(1) 本实验安排 4 学时。在教师指导下,学生独立完成。

(2) 实验重点: 实验室常用溶液的配制方法、移液管、容量瓶的使用方法。

(3) 实验难点: 实验室常用溶液浓度的计算方法、移液管的使用方法、粗略配制与精确配制的区别。

【实验背景与原理】

根据溶液所含溶质是否确知,溶液可分为两种:浓度准确已知的溶液为标准溶液,其浓度可准确表示出来(有效数字的位数一般为4位);浓度不是确知的为一般溶液,其浓度一般用1~2位有效数字表示。在定量测定实验中,需要配制标准溶液。在一般物质化学性质实验中,则使用一般溶液即可。这两种溶液的配制方法不同。

在配制一般溶液时,用托盘天平称取所需的固体物质的量,用量筒量取所需液体的量,不必使用量测准确度高的仪器。配制标准溶液的方法有两种:①直接法:基准物质或基准试剂可以用来直接配制标准溶液。用分析天平准确地称取一定量的物质,溶于适量水后定量转入容量瓶中,稀释至标线,定容并摇匀。②间接法:需要用来配制标准溶液的许多试剂不能完全符合基准物质必备的条件,例如:NaOH极易吸收空气中的二氧化碳和水分,纯度不高;市售盐酸中HCl的准确含量难以确定,且易挥发;KMnO₄和Na₂S₂O₃等均不易提纯,且见光分解,在空气中不稳定等。这类试剂不能用直接法配制标准溶液,只能用间接法配制,即先配制成接近于所需浓度的溶液,然后用基准物质(或另一种物质的标准溶液)来标定其准确浓度。

配制溶液的操作程序一般是:

(1) 计算所需固体质量或初始溶液的体积。

①从固体试剂配制溶液,根据所需配制的浓度和量来计算称取量。如果物质含结晶水,则应将其计算在内。

● 质量浓度: $m_{\text{溶质}} = m_{\text{溶液}} \rho$

式中, $m_{\text{溶质}}$ 为固体试剂的质量, g; ρ 为质量浓度, %。

● 物质的量浓度: $m_{\text{溶质}} = cVM$

式中, c 为物质的量浓度, mol/L; V 为待配制溶液的体积, L; M 为固体试剂的摩尔质量, g/mol。

● 质量摩尔浓度: $m_{\text{溶质}} = \frac{Mb\rho_{\text{溶剂}}V_{\text{溶剂}}}{1000}$

式中, b 为质量摩尔浓度, mol/kg; $\rho_{\text{溶剂}}$ 为溶剂的密度, g/L; $V_{\text{溶剂}}$ 为溶剂的体积, L。

②稀释浓溶液时,需要掌握的原则是:稀释前后溶质的量不变。

$$V_2 = \frac{c_1 V_1}{c_2}$$

式中, c_1 为稀释前溶液物质的浓度, mol/L; V_1 为所取溶液的体积, L 或 mL; c_2 为所要配制的溶液的物质的浓度, mol/L, V_2 为配制溶液的体积, L 或 mL。

(2) 称量或吸取。用合适精密度的天平称取固体试剂,用量筒或移液管量取液体试剂。

(3) 溶解。不易水解的固体可直接用适量的水在烧杯中溶解(必要时可加热)。易水解的固体试剂,必须先以少量浓酸(碱)使之溶解,然后加去离子水稀释至所需浓度。

(4) 定量转移。将溶液从烧杯向容量瓶中转移后,应注意用少量水荡洗烧杯2~3次,并将荡洗液全部转移到容量瓶中,再定容到所示刻度。液体试剂则直接用移液管吸取较浓溶液注入容量瓶中,加去离子水定容,贴上标签备用。

【实验材料、仪器和试剂】

1. 仪器

托盘天平,分析天平,容量瓶(50 mL,100 mL),滴瓶,试剂瓶,吸量管(10 mL),量筒(50 mL,10 mL),烧杯。

2. 试剂

NaAc(固),1 mol/L HAc,Na₂CO₃(固)。

【实验方法和步骤】

(一) 实验基本操作

1. 量筒的使用

量筒是实验室经常用到的最普通的玻璃量器,其精度低于移液管、吸量管、滴定管和容量瓶,其定量方式分量出式和量入式两种。量入式量筒有磨口塞,其用途和用法与容量瓶相似,其容量精度介于量出式量筒和容量瓶之间。量筒的规格以所能量度的最大容量(mL)表示,常用的有10、25、50、100、250、500和1000 mL等。量筒越大,管径越粗,其精确度越小,由视线的偏差所造成的读数误差也越大。所以,实验中应根据所取溶液的体积,尽量选用能一次量取的最小规格的量筒。分次量取也能引起误差。如量取70 mL液体,应选用100 mL量筒。

向量筒里注入液体时,应用左手拿住量筒,使量筒略倾斜,右手拿试剂瓶,标签对准手心。使瓶口紧挨着量筒口,使液体缓缓流入,待注入的量比所需要的量稍少(约差1 mL)时,应把量筒正放在桌面上,并改用胶头滴管逐滴加入到所需要的量。注入液体后,等1~2 min,使附着在内壁上的液体流下来,再读取刻度值。否则,读出的数值将偏小。

读数时,应把量筒放在平整的桌面上,观察刻度时,视线、刻度线与量筒内液体的凹液面最低处三者保持水平,再读出所取液体的体积数。否则,读数会偏高或偏低。

量筒面上的标注刻度是指室内温度在20℃时的体积数。温度升高,量筒发生热膨胀,容积会增大。因此,量筒不能加热,也不能用于量取过热的液体,更不能在量筒中进行化学反应或配制溶液。量取液体应在室温下进行。

2. 移液管与吸量管的使用

移液管与吸量管是准确量取一定体积液体的玻璃仪器,移液管是中间膨大、两端细长,上端刻有环形标线,中间没有分刻度,膨大部分标注它的容积和标定时的温度。由于读数部分管径小,其准确性较高。常用移液管的容积有1、2、5、10、25、50 mL等多种。吸量管具有分刻度,可以准确量取所需要刻度范围内某一体积的溶液,但准确度较前者差些。

(1) 移液管或吸量管的洗涤。检查移液管或吸量管内壁是否有水珠挂壁现象,如果有挂壁现象,依次用洗液、自来水和去离子水洗涤移液管或吸量管至内壁不再挂有水珠。然后吸取少量被移取溶液润洗2~3次。

洗涤方法:右手拿移液管或吸量管,管的下口插入洗液中,左手拿洗耳球,先把球内空气压出,把球的尖端紧按在移液管或吸量管的上口处,慢慢松开左手手指,将洗液慢慢吸入管内约至移液管或吸量管容积的1/5,用食指按住上管口,将移液管或吸量管放平,松开食指使洗液在管中流动,至移液管或吸量管内壁全部被洗液润湿,并停留2 min。竖起移液管或吸量管放出洗液。如此用自来水、去离子水各润洗3次,最后一次去离子水润洗后,将移液