

全国高等院校医学实验教学规划教材

基础化学实验

主编 马汝海



科学出版社

全国高等院校医学实验教学计划教材

基础化学实验

主 编 马汝海
副主编 申小爱 刘国杰 韩君君
编 者 (按姓氏笔画排序)
马汝海 申小爱 刘国杰
李柏林 张 凯 赵立阳
韩君君

科学出版社

北 京

· 版权所有 侵权必究 ·

举报电话:010-64030229;010-64034315;13501151303(打假办)

内 容 简 介

本书分为上、下两篇。上篇为基础化学实验基础知识,主要介绍基础化学中常用的仪器及使用方法和基本实验技术;下篇为基础化学实验部分,收入基本操作、滴定分析、分光光度法、化学原理共计 22 个实验,另外考虑到留学生教学的需要,加入了 10 个英文对照实验。

本教材供高等医学院校五年制和七年制各专业及留学生使用。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验 / 马汝海主编. —北京:科学出版社,2011.7

全国高等院校医学实验教学规划教材

ISBN 978-7-03-031808-4

I. 基… II. 马… III. 化学实验-高等学校-教材 IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 132204 号

责任编辑:秦致中 / 责任校对:张 林

责任印制:刘士平 / 封面设计:范璧合

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>

新 蕾 印 刷 厂 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2011 年 7 月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2011 年 7 月第一次印刷 印张:8

印数:1—5 000 字数:186 000

定价:19.80 元

如有印装质量问题,我社负责调换

前 言

本教材是供医学院校各专业和留学生使用的基础化学实验教材。

基础化学实验是医学本科生的必修课程,也是他们所修的第一门实验课。因此,基础化学实验的主要目的在于培养学生的基本素养和综合能力,为后续的医学基础实验课程打好基础。为此,我们按照教学大纲的要求,根据本教研室多年的教学经验,并结合国内外相关基础化学实验课教材,组织编写了本实验教材。

本书分为上、下两篇。上篇为基础化学实验基础知识,主要介绍基础化学中常用的仪器及使用方法和基本实验技术;下篇为基础化学实验部分,收入基本操作、滴定分析、分光光度法、化学原理共计 22 个实验,另外考虑到留学生教学的需要,加入了 10 个英文对照实验。

本书编者为:刘国杰(第四章实验四、五、七、八 Experiment 2、8、9)、申小爱(第五章实验十二~十五、Experiment 6、7)、韩君君(第四章实验六、第六章实验十六~十九、Experiment 5)、李柏林(第二章)、赵立阳(第六章实验二十~二十二 Experiment 10)、张凯(第四章实验九~十一、Experiment 3、附录)、马汝海(第一章、第三章实验一~三、Experiment 1、4)。

由于编者水平和能力所限,本书错误和疏漏之处在所难免,请广大师生批评指正。

编 者
2011 年 5 月

目 录

前言

上篇 基础化学实验基础知识

第一章 绪论	(1)
第一节 化学实验室一般规则	(1)
第二节 化学实验室安全规则和事故处理	(2)
第二章 基础化学实验常用仪器使用及试剂的取用方法	(4)
第一节 常用玻璃仪器及使用方法	(4)
第二节 化学试剂的取用方法	(5)
第三节 煤气灯的使用方法	(6)
第四节 托盘天平的使用	(7)
第五节 玻璃量器的使用	(8)
第六节 蒸发、结晶、固液分离及固体物质的干燥	(13)
第七节 温度、时间的测定及试纸的使用	(18)
第八节 定量分析常用仪器及使用方法	(19)

下篇 基础化学实验部分

第三章 基本操作	(39)
实验一 分析天平称量练习	(39)
实验二 缓冲溶液的配制与性质	(41)
实验三 溶胶的制备与性质	(43)
第四章 滴定分析	(46)
实验四 酸碱标准溶液的配制与标定	(46)
实验五 食醋总酸度的测定	(50)
实验六 混合碱中碳酸钠和碳酸氢钠含量的测量	(52)
实验七 KMnO_4 溶液的配制与标定	(53)
实验八 过氧化氢浓度的测定	(55)
实验九 碘量法测定葡萄糖溶液的浓度	(57)
实验十 EDTA 溶液的配制与标定	(58)
实验十一 自来水中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 浓度的测定	(61)
第五章 分光光度法	(63)
实验十二 阿司匹林药片中阿司匹林含量的测定	(63)
实验十三 邻二氮菲分光光度法测定铁含量	(65)

实验十四 分光光度法测定磺基水杨酸合铁的组成和稳定常数	(68)
实验十五 紫外分光光度法对维生素 B ₁₂ 的鉴别和含量测定	(70)
第六章 化学原理	(72)
实验十六 化学反应速率与活化能的测定	(72)
实验十七 氧化还原与电极电势	(75)
实验十八 配位化合物的生成和性质	(78)
实验十九 生理盐水中 NaCl 质量浓度的测定	(81)
实验二十 酸碱解离平衡和沉淀-溶解平衡	(83)
实验二十一 氯化铵标准摩尔生成焓的测定	(86)
实验二十二 凝固点降低法测定葡萄糖的摩尔质量	(89)
Experiments in Basic Chemistry	(91)
Experiment 1 Weighing Practice of Analytical Balance	(91)
Experiment 2 Preparation and Standardization of Acid and Base Solutions	(94)
Experiment 3 Determination of Hardness of Water Supply with Complexometric Titration	(97)
Experiment 4 Preparation and Properties of Buffer Solution and Measure the pH of the Solution	(100)
Experiment 5 Determination of the Rate of Chemical Reaction and Activation Energy	(102)
Experiment 6 Determination of the Fe ³⁺ Concentration in Water with Spectro- photometry	(106)
Experiment 7 Spectrophotometric Analysis of Aspirin	(110)
Experiment 8 Determine the concentration of H ₂ O ₂ in commercial hydrogen peroxide solution	(112)
Experiment 9 Preparation and Standardization of Potassium Permanganate Standard Solution	(114)
Experiment 10 Determination of the Relative Molecular Mass of Glucose by Freezing Point Depression Method	(116)
附录 1 常用酸碱指示剂	(119)
附录 2 常用试剂的配制	(120)
附录 3 标准缓冲溶液	(122)

上篇 基础化学实验基础知识

第一章 绪 论

第一节 化学实验室一般规则

(1) 实验前应认真预习实验教程,阅读有关教材及参考书,明确实验目的与要求,了解实验的基本原理、方法和熟悉实验步骤,写好预习报告。

(2) 仔细阅读仪器使用指南,按说明进行操作。不得进行未经许可的实验和操作。

(3) 实验前要清点仪器,如果发现破损或缺少,应立即报告指导教师,并按规定手续到实验准备室补领。实验时仪器若有损坏,也应按有关规定到实验准备室换取新仪器。

(4) 学生进实验室应穿白大褂。实验时要遵守纪律,保持肃静,认真操作。实验时不得高声谈话,学生之间如需交流,不要干扰他人。

(5) 实验须有记录本。仔细观察实验现象,并如实地、及时地记录所观察到的现象。根据原始记录,写出实验报告,按时交给实验指导教师。

(6) 遵守试剂取用规则,注意节约药品。爱护实验设备,精心使用仪器,注意节约水、电。

(7) 公用仪器与试剂只能在原处使用,不得随意挪动。

(8) 使用精密仪器时,应严格按照操作规则进行操作,如果发现仪器出现故障,应立即停止使用,并及时报告指导教师。

(9) 从试剂瓶中取出的试剂,不得再倒回原瓶中。若取了过量试剂,可分给其他同学,或转移至其他容器,或必须抛弃。取试剂前应两次阅读标签,以保证药品名称和浓度准确。

(10) 注意实验室的整洁卫生,废纸、火柴杆及各种废液等应放入废液缸或其他回收容器内,严禁投入或倒入水槽内,以防堵塞或腐蚀水槽及下水管道。

(11) 实验结束后,应将玻璃仪器洗刷干净后放回原处,整理好药品,擦净实验台面,清理水槽和周围地面,最后检查自来水开关是否关紧,电源是否切断,得到指导教师允许后,才能离开实验室。实验中的任何事故无论大小均须向教师报告。

(12) 禁止将食物带进实验室,严禁在实验室吃东西、喝饮料。

(13) 实验中应注意安全,易燃药品应远离火源。保持实验室和桌面的清洁整齐,实验过程中使用的试纸、火柴梗等,不能随手扔地下,而用烧杯盛放,实验结束后倒入废物缸。腐蚀性液体、有毒试剂须按规定回收处理。固体废物及腐蚀性液体、有毒试剂不得倒入水槽。

(14) 实验结束前,不得擅自离开实验室。实验完毕,立即清洗仪器,整理药品、仪器及实验台,认真做好实验室与天平室、仪器室的清洁。关好门、窗及水、电、气源后,方能离开实验室。

第二节 化学实验室安全规则和事故处理

1. 化学实验室的安全规则

(1) 一切能产生毒性或刺激性气体或挥发性有毒物质的实验均应在通风橱内进行。

(2) 谨慎处理易燃和剧毒物质。使用此类物质时,应在通风条件良好并远离火源的地方进行。

(3) 试管加热前,应将外壁的水滴擦干,加热时勿将试管口朝向他人或自己;不要直接加热试管底部,应倾斜试管缓缓加热液体上端到试管底部之间的部位。

(4) 打开可能产生气体的试剂瓶时,要小心气体骤然冲出。嗅闻气味时不要将鼻直接接近瓶口,而应用手扇闻。使用浓酸、浓碱和洗液时,应避免接触皮肤或溅在衣服上,更应注意保护眼睛。

(5) 使用热的或腐蚀性液体试剂时应穿防护外套以保护皮肤和衣物。最好穿皮鞋,勿穿布鞋或凉鞋。

(6) 保持台面清洁,及时擦除溅落的酸和碱。若化学药品溅到皮肤上,立即用大量水冲洗患处,然后抹上肥皂,并用水清洗。

(7) 使用各种电器时,切勿用湿手接触电源插头。

(8) 熟悉实验室水、电、气的安装情况,灭火器材存放位置及使用方法,以便应急使用。

2. 化学实验操作过程中可能发生的事故与处理

(1) 割伤处理:在伤口上涂抹碘酒后,敷贴创可贴。

(2) 烫伤处理:在伤口上涂抹烫伤药物或用 10% KMnO_4 溶液润湿伤口至皮肤变为棕色,也可用 5% 的苦味酸溶液涂抹伤口。

(3) 酸碱腐蚀:立即用大量水冲洗。酸灼伤时,局部用水冲洗后,再用饱和碳酸氢钠、稀氨溶液或肥皂水处理;碱灼伤时,局部用水冲洗后,则采用 2%~5% 醋酸或 3% 硼酸溶液处理。若酸溅入眼中,首先用大量水冲洗,然后用 1%~3% 碳酸氢钠溶液处理,再用大量水冲洗。若碱溅入眼睛时,应用大量水冲洗,然后用 3% 硼酸溶液处理。经上述处理后,立即送医院治疗。

(4) 溴、氯、氯化氢等有毒气体吸入时,可吸入少量酒精与乙醚混合的蒸气以解毒,同时应到室外呼吸新鲜空气。吸入硫化氢、一氧化碳气体,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(5) 若遇毒物入口时,可内服一杯稀硫酸铜的溶液,再用手指伸入咽喉部,促使呕吐,然后立即送医院。

(6) 若遇触电事故,首先切断电源,尽快用绝缘物如干燥的木棍或竹竿等,使触电者脱离电源。必要时进行人工呼吸,并立即送医院抢救。

3. 化学实验室的防火与灭火常识

引起化学实验室火灾的主要原因有:

(1) 易燃物质离火源太近。

(2) 电线老化、插头接触不良或电器故障等。

(3) 下列物质彼此混合或接触后易着火,甚至酿成火灾:

1) 活性炭与硝酸铵。

2) 沾染了强氧化剂(如氯酸钾)的衣物。

- 3) 抹布与浓硫酸。
- 4) 可燃性物质(木材或纤维等)与浓硝酸。
- 5) 有机物与液氧。
- 6) 铝与有机氯化物。
- 7) 磷化氢、硅烷、烷基金属及白磷等与空气接触。

进入实验室时,应掌握基本的灭火常识。少量有机溶剂着火时,在保证安全的情况下,可任其烧完或用湿布扑灭;大量有机溶剂着火时,应用干沙或干粉灭火器灭火。电气设备着火时,应立即关闭电源,再用二氧化碳或四氯化碳灭火器扑灭。身上衣物着火时,切勿跑动,应就地滚动,压灭火焰或脱掉衣物。总之,实验室内一旦着火或发生火灾,切勿惊慌,应冷静果断地采取扑灭措施并及时报告指导教师。

第二章 基础化学实验常用仪器使用及试剂的取用方法

第一节 常用玻璃仪器及使用方法

实验室常用玻璃仪器指没有准确刻度的仪器,包括试管、烧杯、量筒、烧瓶、漏斗等,如图 2-1 所示。



图 2-1 基础化学实验常用玻璃仪器

一、玻璃仪器的洗涤

为了使实验得到正确的结果,实验所用的仪器必须是清洁、干净的。洗涤玻璃仪器的方法很多,应根据实验的要求、污物的性质和仪器沾污的程度选择适宜的洗涤方法。一般说来,附着在仪器上的污物既有可溶性物质,也有灰尘和其他不溶性物质,还有油污和有机物质。常用的洗涤方法有:

(1) 冲洗法:可溶性污物可用水冲洗,这主要是利用水把可溶性污物溶解而除去。为了加速污物的溶解,冲洗时必须振荡仪器。

(2) 刷洗法:仪器内壁附着不易冲洗掉的物质时,可用毛刷刷洗,利用毛刷对器壁的摩擦使污物去掉。

(3) 药物洗涤法:对于用刷洗法刷洗不掉的不溶性污物,就要考虑用洗涤剂或药剂来洗涤。最常用的是用毛刷蘸取肥皂液或合成洗涤剂来刷洗,主要是除去油污或一些有机污物。用肥皂液或合成洗涤剂等仍刷洗不掉的污物,或者因仪器口小、管细而不使用毛刷刷洗,就要用铬酸洗液洗涤。用铬酸洗液洗涤时,可往仪器内注入少量洗液,使仪器倾斜并慢慢转动,让仪器内壁全部被洗液润湿。再转动仪器,使洗液在内壁流动,经流动几圈后,把洗液倒回原瓶内。对沾污严重的仪器可用洗液浸泡一段时间,或者用热洗液洗涤,效果更好。倾出洗液后,再用自来水把仪器壁上残留的洗液洗去。决不允许将毛刷放入洗液中。能用别的洗涤方法洗干净的仪器,就不要用铬酸洗液洗。因为铬酸洗液具有毒性,流入下水道后对环境有严重污染。铬酸洗液的吸水性很强,应随时把装洗液的瓶子盖严,以防吸水而降低去污能力。洗液可以反复使用,直到出现绿色,就失去了去污能力,不能再继续使用。

洗涤后的玻璃仪器是否洗净,可加入少量水振荡一下,然后将水倒出,并将仪器倒置。如果仪器透明,器壁不挂水珠,说明已洗净,如果仪器不清晰或器壁挂有水珠,则说明未洗净。

未洗净的仪器必须重新洗涤,直到洗净为止。洗净的仪器再用少量清水涮洗数次,必要时还应用少量蒸馏水或去离子水涮洗三遍。

凡是已经洗净的仪器,决不能再布或纸去擦拭仪器内壁。否则,至少布或纸的纤维会留在器壁上,反而沾污仪器。

二、玻璃仪器的干燥

(1) 晾干法:利用仪器上残存水分的自然挥发而使仪器干燥。通常是将洗涤后的仪器倒置在干净的仪器或搪瓷盘中,对于倒置不稳的仪器应倒插在仪器柜里的格栅板中,或插在实验室的干燥板上,干燥板应挂在空气流通又无灰尘的墙壁上。

(2) 烤干法:利用加热使水分迅速蒸发,而使仪器干燥。此法常用于干燥可加热或耐高温的玻璃仪器,如试管、烧杯、锥形瓶等。在加热前要先将仪器外壁擦干,烧杯、锥形瓶可置于石棉网上用小火烤干,试管则可以直接用火烤干,但必须使试管口向下倾斜,以免水珠倒流炸裂试管,加热时火焰不要集中在一个部位,应从底部开始,缓慢移至管口,如此反复烘烤到不见水珠后,再把管口朝上,把水汽赶净。

(3) 快干法:快干法一般只在实验中临时使用。将仪器洗净后倒置稍控干,注入少量(3mL~5mL)能与水互溶且挥发性较大的有机溶剂(如无水乙醇、丙酮或乙醚等),将玻璃仪器转动使溶剂在内壁流动,待内壁全部浸湿后倾出有机试剂(应回收),擦干仪器外壁,再用吹风机的热风迅速将仪器内壁残留的挥发物赶走,达到快干的目的。

(4) 烘干法:如需要干燥较多的玻璃仪器,通常使用电烘箱。将洗净的仪器倒置,稍控后,放在电烘箱内的隔板上,关好烘箱门,将电烘箱内温度控制在 105℃ 左右,恒温加热约 30min 即可。

第二节 化学试剂的取用方法

根据试剂中杂质含量的多少,可以把化学试剂分为优级纯(G. R)、分析纯(A. R)和化学纯(C. R)等级别。可以根据实验的要求,选用不同级别的试剂。

化学试剂在实验准备室分装时,一般常把固体试剂装在易于拿取的广口瓶中,液体试剂或配制成的溶液则盛在易于倒取的细口瓶或带有滴管的滴瓶中。见光易分解的试剂,应盛放在棕色瓶内。每一个试剂瓶上都应贴有标签,上面写明试剂的名称、浓度(溶液)和日期,并在标签上涂一薄层石蜡。

取用试剂前应看清标签,取用时先打开瓶塞,将瓶塞倒置在实验台上。如果瓶塞顶不是扁平的,可用食指和中指将瓶塞夹住或放在清洁的表面皿上,绝不能将它横置在实验台面上。不能用手接触化学试剂,用完试剂后,一定要把瓶塞盖严,绝不允许将瓶塞“张冠李戴”。然后把试剂瓶放回原处,以保持实验台整齐干净。

一、固体试剂的取用

(1) 要用清洁、干燥的药匙取用。药匙的两端为大、小两个匙,分别用于取大量固体试剂和少量固体试剂。用过的药匙洗净晾干后,存放在干净的器皿中。

(2) 注意不要多取。多取的试剂不能倒回原试剂瓶,可放在指定的容器中以供它用。

(3) 称取一定质量的固体试剂时,应把固体放在称量纸上称量。具有腐蚀性或易潮解

的固体试剂必须放在表面皿或玻璃容器内称量。

(4) 往试管(特别是湿试管)中加入粉末状固体试剂时,可用药匙或将取出的试剂放在对折的纸条上,伸进平放试管中约 2/3 处,然后直立试管,把试剂放下去。

(5) 往试管中加入块状固体试剂时,应将试管倾斜,使试剂沿管壁缓慢滑下,不能垂直悬空投入,以免击破管底。

(6) 固体试剂的颗粒较大时,可在清洁干燥的研钵中研碎,然后取用。

(7) 有毒的试剂要在教师指导下取用。

二、液体试剂的取用

(1) 从试剂瓶取用液体试剂时要用倾注法。先将瓶塞倒放在实验台面上,把试剂瓶上贴标签一面握在手心中,逐渐倾斜试剂瓶,让试剂沿着洁净的试管壁流入试管,或沿着洁净的玻璃棒注入烧杯中。取出所需量后,应将试剂瓶口在容器或玻璃棒上靠一下,再逐渐竖起试剂瓶,以免遗留在瓶口的液滴流到试剂瓶的外壁。

(2) 从滴瓶中取少量试剂时,应提起滴管,使滴管口离开液面,用手指紧捏滴管上部的橡皮胶头,以赶出滴管中的空气,然后把滴管伸入试剂里,放松手指吸入试剂,再提起滴管,垂直地放在试管口或烧杯的上方将试剂逐滴滴入。

使用滴瓶时要注意以下几点:

1) 滴加试剂时禁止将滴管伸入试管中。

2) 滴瓶上的滴管只能专用,不能放错,使用后应立即将滴管插回到原来的滴瓶中。不得将滴管乱放,以免沾污。

3) 用滴管从滴瓶中取出试剂后,应保持橡皮胶头在上,不能平放或斜放,以防滴管中的试剂流入腐蚀胶头,沾污试剂。

4) 滴加完毕后,应将滴管中剩余的试剂滴入滴瓶中,不能捏着胶头将滴管放回滴瓶,以免滴管中充有试剂。

(3) 定量取用时可使用量筒或移液管,可根据需要选用不同容量的量筒或移液管。多取的试剂不能倒回原瓶,应倒入指定容器内以供它用。

第三节 煤气灯的使用方法

煤气灯是实验室常用的加热器具,其构造如图 2-2 所示。

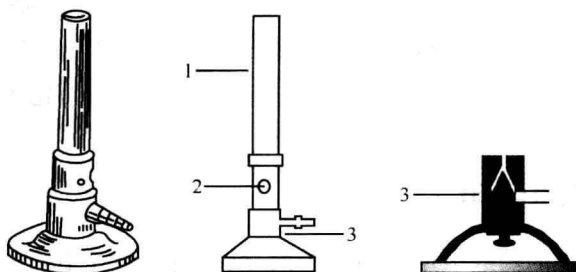


图 2-2 煤气灯的构造

1. 灯管; 2. 空气入口; 3. 灯座

煤气灯由灯管和灯座组成,灯管下部有螺旋,与灯座相连,灯管下部还有几个小圆孔,为空气的入口。旋转灯管可完全关闭或不同程度地开启圆孔,调节空气的进入量。灯座的侧面有煤气入口,通过橡皮管把煤气导入灯内。灯座下面或侧面有一螺旋形针阀,用以调节煤气的进入量。

点燃煤气灯时,应先顺时针旋转金属灯管,使空气入口关闭,擦燃火柴并放在管口旁,然后稍开煤气开关将灯点燃。调节煤气开关,使火焰保持适当高度。再逆时针旋转灯管导入空气,使煤气燃烧完全,形成淡紫色火焰。

空气或煤气的进入量不合适时,会产生不正常的火焰。当空气和煤气的进入量很大时,火焰脱离金属灯管的管口而临空燃烧,产生临空火焰。当空气进入量很大,而煤气进入量很小或中途煤气供应减小时,煤气在灯管内燃烧,这时可听到特殊的嘶嘶声和看到管口有细长火焰,这种火焰称为侵入火焰。如果产生临空火焰或侵入火焰,应立即关闭开关,重新进行调节后再点燃。

煤气中含有有毒的 CO 气体,使用煤气灯时要注意安全。停止使用煤气灯或离开实验室前,都应检查煤气开关是否关好,以免中毒或引起火灾。

第四节 托盘天平的使用

托盘天平是进行化学实验不可缺少的重要称量仪器。由于各种不同的化学实验对称量准确度的要求不同,则需要使用不同类型的天平进行称量。常用天平的种类很多,尽管它们在构造上各有差异,但都是根据杠杆原理设计制成的。

托盘天平称量的最大准确度为 $\pm 0.1\text{g}$,它使用简便,但精度不高。托盘天平的构造如图 2-3 所示。

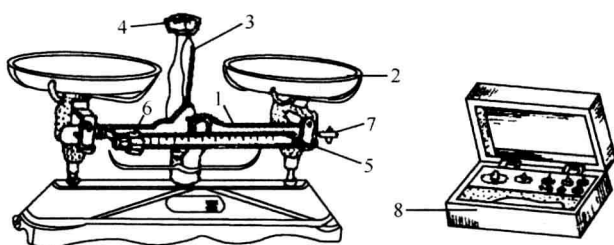


图 2-3 托盘天平

1. 横梁; 2. 天平盘; 3. 指针; 4. 刻度盘; 5. 游码标尺; 6. 游码; 7. 平衡调节螺丝; 8. 砝码盒

一、称量前的检查

先将游码 6 拨至游码标尺 5 左端“0”处,观察指针 3 摆动情况。如果指针在刻度盘 4 左右摆动的距离几乎相等,即表示托盘天平可以使用;如果指针在刻度盘左右摆动的距离相差很大,则应将平衡调节螺丝 7 向里或向外拧动,以调节至指针左右摆动距离大致相等为止,才可使用。

二、物品称量

(1) 称量的物品放在左盘,砝码放在右盘。

(2) 先加大砝码,再加小砝码,加减砝码必须用镊子夹取,最后用游码调节,直至指针在刻度盘左右两侧摆动的距离几乎相等为止。

(3) 记下砝码和游码在标尺上的数值(读至 0.1g),两者相加即为所称物品的质量。

(4) 称量药品时,应在左盘放上已知质量的洁净干燥的容器(如表面皿或烧杯等)或称量纸,再将药品加入,然后进行称量。

(5) 称量完毕,应把砝码放回砝码盒中,将游码退回到刻度“0”处。取下托盘上的物品,并将两个托盘放在一侧,或用橡皮圈架起,以免天平摆动。

(6) 称量时应注意以下几点:

1) 托盘天平不能称量热的物品,也不能称量过重的物品(其质量不得超过天平的最大称重量)。

2) 称量物不能直接放在托盘上,吸湿或有腐蚀性的药品必须放在玻璃容器内。

3) 不能用手拿砝码和片码。

4) 托盘天平应保持清洁,如果把药品撒在托盘上,必须立即清除。不用时应加塑料罩,以防灰尘。

第五节 玻璃量器的使用

医学基础化学实验中常用的玻璃量器有量筒、滴定管、容量瓶、移液管和吸量管等(图 2-4)。

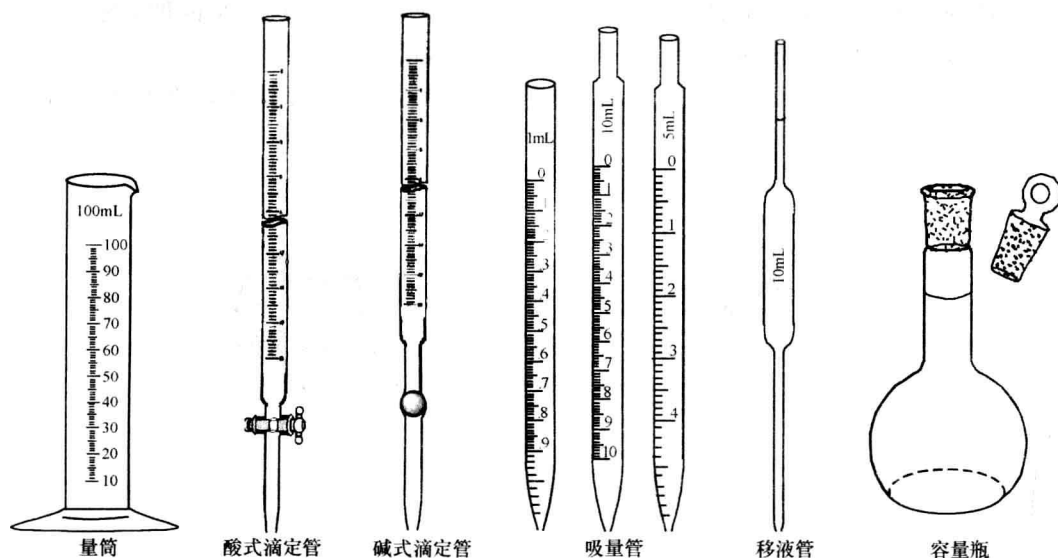


图 2-4 基础化学实验常用玻璃量器

一、量筒的使用

量筒是用于量取一定体积的液体物质的玻璃量器。根据不同的需要,量筒的容量有 5mL、10mL、20mL、25mL、50mL、100mL、200mL、1000mL 等,实验中可根据所取溶液的体积选用。

量筒的使用方法如下:

(1) 量取液体时,量筒应竖直放置或持直,读数时视线应与液面水平,读取弯月面最低处刻度,视线偏高或偏低都会产生误差。

(2) 量筒不可加热,也不能用作实验(如溶解、稀释等)容器,不允许量取热的液体,以防止破裂。

二、滴定管的使用

滴定管是滴定时准确测量标准溶液体积的量器,它是具有精确刻度、内径均匀的细长玻璃管。常量分析的滴定管容积有 50mL 和 25mL,最小刻度为 0.1mL,读数可估计到 0.01mL。

滴定管一般可分为酸式滴定管和碱式滴定管(图 2-4)。酸式滴定管下端有玻璃活塞开关,它用于盛装酸性或氧化性溶液,不宜盛装碱性溶液,碱性溶液能腐蚀玻璃使活塞粘住。碱式滴定管的下端连接一橡皮管,管内有玻璃球用以控制溶液的流出,橡皮管下端再连一尖嘴玻璃管。凡是能与橡皮管起反应的氧化性溶液(如 KMnO_4 、 I_2 溶液等),都不能盛装在碱式滴定管中。

(一) 酸式滴定管的准备

(1) 使用前,首先应检查玻璃活塞是否配合紧密,如不紧密,将会出现漏液现象,则不宜使用。其次,应进行充分洗涤,洗净的滴定管内壁应完全被水均匀润湿而不挂水珠。如内壁挂有水珠,则应重新洗涤。

(2) 为了使玻璃活塞转动灵活,并防止漏液,需将活塞涂凡士林或真空活塞油脂。涂凡士林油的操作方法如下:

1) 取下活塞小头处的固定橡皮圈,取下活塞。

2) 用滤纸片将活塞和活塞套擦干,擦拭时可将滴定管放平,以免管壁上的水进入活塞套中。

3) 用手指蘸少许凡士林在活塞的两头涂上薄薄一层,在活塞孔的两旁少涂一些。凡士林不能涂得太多,以免堵住活塞孔,也不能涂得太少,达不到转动灵活和防止漏液之目的。

4) 涂好凡士林后,将活塞直接插入活塞套中,插入时活塞孔应与滴定管平行,此时不要转动活塞,这样可以避免将凡士林挤入活塞孔中。然后,向同一方向不断旋转活塞,直到活塞呈透明状为止。旋转活塞时,应有一定的向活塞小头方向挤的力,以免来回移动活塞,堵塞活塞孔。最后将橡皮圈套在活塞小头部分的沟槽中。

(3) 用水充满滴定管,安置在滴定管架上直立静置 2min,观察有无水滴漏下,然后,将活塞旋转 180° ,再在滴定管架上直立静置 2min,观察有无水滴漏下。如果漏水,则应重新进行涂油操作。

若活塞孔或滴定管尖被凡士林堵塞时,可将它插入热水中温热片刻,然后打开活塞,使管内的水突然流下,冲出软化的凡士林,凡士林排出后可关闭活塞。最后,再用蒸馏水洗滴定管三次,备用。

(二) 碱式滴定管的准备

使用前,应检查橡皮管是否老化、变质,检查玻璃球尺寸是否适当,玻璃球过大,不便操作;玻璃球过小,则会漏液。如不符合要求,应及时更换。

滴定管要进行充分洗涤,洗净的滴定管内壁为一均匀润湿水层,而不挂水珠。否则,应

重新洗涤。

(三) 装入标准溶液

装入标准溶液时,应先将试剂瓶中的标准溶液摇匀,使凝结在瓶内壁的水珠混入溶液,用该溶液涮洗滴定管 2~3 次,以除去管内残留的水膜,确保标准溶液的浓度不变。每次涮洗标准溶液用量约为 10mL。具体操作要求是:先关闭活塞,倒入溶液,两手平端滴定管,右手拿住滴定管上端无刻度部分,左手拿住活塞上部无刻度部分,边转动边向管口倾斜,使溶液流遍全管。打开活塞,冲洗出口,使涮洗液从下端流出。

在装入标准溶液时,应由试剂瓶直接倒入滴定管中,不得借用其他容器(如烧杯、漏斗等),以免标准溶液的浓度改变或造成污染。装满溶液的滴定管,应该检查尖嘴内有无气泡,如有气泡,将影响溶液体积的准确测量,必须排出。酸式滴定管,可用右手拿住滴定管无刻度处使其倾斜约 30° 角,左手迅速打开活塞,使溶液快速冲出,将气泡带走;碱式滴定管,可将橡皮管向上弯曲,出口向上倾斜,挤捏玻璃球,使溶液从尖嘴快速冲出,即可带走气泡(图 2-5)。

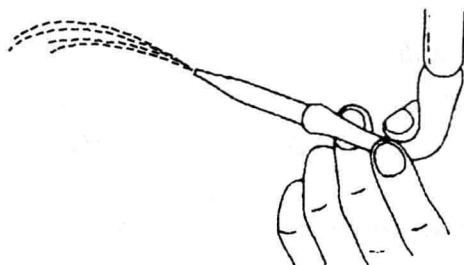


图 2-5 碱式滴定管排气泡的方法

(四) 滴定管的读数

滴定管读数前,应注意管尖上有没有挂着水珠。若在滴定后挂有水珠,则不能准确读数。读数一般应遵守下列原则:

(1) 读数时,滴定管应垂直放置。

(2) 由于水的附着力和内聚力的作用,滴定管内的液面呈弯月形。无色和浅色溶液的弯月面比较清晰,应读弯月下缘实线的最低点。为此,读数时视线应与弯月下缘实线的最低点相切,即视线应与弯月面下缘实线的最低点在同一水平面上,如图 2-6 所示。对于有色溶液,其弯月面不够清晰,读数时视线与液面两侧的最高点相切,这样才容易读准。

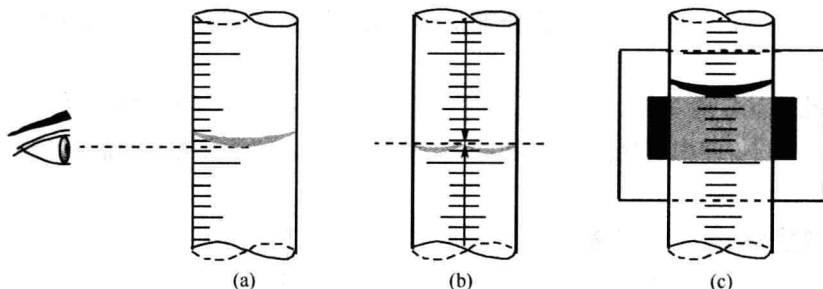


图 2-6 滴定管读数方法

(3) 为了使读数准确,在滴定管装满溶液或放出溶液后,必须等 1~2min,使附着在内壁的溶液流下来再读数。

(4) 要读至小数点后第二位,即要求估计到 0.01mL。

(五) 滴定管的操作方法

使用滴定管时,应将其垂直地夹在滴定管架上。

使用酸式滴定管时,左手握滴定管,无名指和小指向手心弯曲,轻轻贴着出口部分,用其余三个手指控制活塞的转动。但应注意,不要向外用力,以免推出活塞造成漏液,应使活塞有一点向手心的回力。

使用碱式滴定管时,仍以左手握管,拇指在前,食指在后,其他三个手指辅助夹住出口管。用拇指和食指捏住玻璃球所在部位,向右边挤橡皮管,使玻璃球移至手心一侧,这样溶液可从玻璃球旁的空隙流出。不要用力捏玻璃球,也不要使玻璃球上下移动,不要捏玻璃球下部橡皮管,以免空气进入形成气泡而影响读数。

滴定可在锥形瓶或烧杯内进行。在锥形瓶中进行时,用右手的拇指、食指和中指拿住锥形瓶,其余两指辅助在下侧,使瓶底离滴定台高约 2~3cm,滴定管尖伸入瓶口内约 1cm。两手操作姿势如图 2-7 所示。

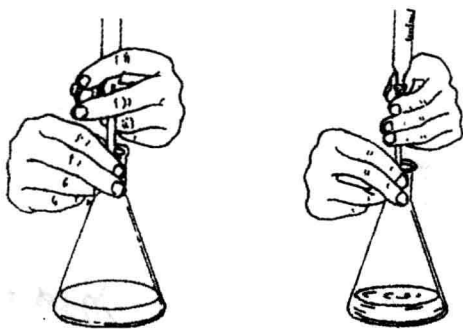


图 2-7 两手操作姿势

进行滴定操作时,应注意以下几点:

(1) 每次滴定最好都从 0.00mL 开始,或从接近 0.00mL 的任一刻度开始,这样可以减少滴定误差。

(2) 滴定时,左手不能离开活塞而任溶液自流。

(3) 摇动锥形瓶时,应微动腕关节,使溶液向同一方面旋转,不能前后振动,以免溶液溅出。摇瓶时,不要把瓶口碰到滴定管口上,一定要使溶液旋转出现一旋涡。因此,不能摇动太慢,影响化学反应的进行。

(4) 滴定时,要观察液滴落点周围颜色的变化。不要去看滴定管上部的体积,而不顾滴定反应的进行。

(5) 开始时,滴定速率可稍快,为 3~4 滴每秒左右。接近终点时,应改为一滴一滴加入,最后是每加半滴,摇几下锥形瓶,直至溶液出现明显的颜色变化为止。

滴加半滴溶液的方法如下:

酸式滴定管,可微微转动活塞,使溶液悬挂在出口管嘴上形成半滴,用锥形瓶内壁将其沾落,再用洗瓶以少量蒸馏水吹洗瓶壁。用碱式滴定管加半滴溶液时,应先松开拇指和食指,将悬挂的半滴溶液沾在锥形瓶内壁上,再放开无名指与小指。