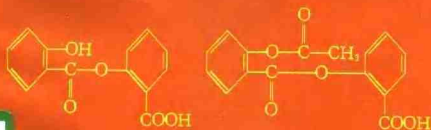


医用化学 实验技术导论

主编 周福林

YIYONGHUAXUE SHIYANJISHU DAOLUN



成都科技大学出版社

(川)新登字 015 号

责任编辑:宋 平

封面设计:孟章良

医用化学实验技术导论

自福林 主编

成都科技大学出版社出版发行

冶金部西南地质局测绘印刷厂印刷

开本:850×1168 1/32 印张:15.5

1998年3月 第1版 1998年3月第1次印刷

印数:1—3000册 字数:388千字

ISBN7-5616-3636-9/R·222

定 价:17.80元

前 言

随着现代科学技术的飞速发展和教育水平的不断提高,课程体系及教材改革显得日益重要。医用化学及其实验技术是医学院校学生必修的一门基础课程,但在教材建设方面如何既保持化学自身体系,又突出医学的特点,一直是医用化学教材编写所关注的一个问题。特别是在医用化学实验方面,尽管许多院校在教材编写方面作了不少努力,但目前还没有一本教材令人十分满意。为了更好地适应目前医学院校的教学改革,提高医用化学实验教学质量,我们根据医-用化学实验教学的目标和基本要求,在过去多年化学实验教学实践和改革研究的基础上,进行了综合整理并编写了这本医用化学实验技术导论。

本教材在内容编写方面,摆脱了以往实验课受理论课制约的缺点,自成体系,作为一门独立的课程,大大方便了教学。根据医学学习的特点和要求,在强化“三基”的同时,把能力和素质培养放在首要地位。减少了化学性质等验证性内容,增加了化学合成、实验设计等技能性较强的内容,在选材上突出其实用性、医用性和兴趣性。在编写形式上也有所突破,以介绍实验操作技术为主线,穿插了一些必要的实验内容,不拘一格,灵活多样,大大拓宽了学生的视野。由于近年来色谱技术(柱色谱、薄层色谱、气相色谱)和波谱技术(紫外、红外、核磁共振谱)等在中草药分离提纯、药物合成及鉴定等方面得到广泛应用,因此将此内容也列入了教材。但由于学时所限,本书对大型仪器的分析实验只作了简单介绍。

本书第一部分介绍了实验室基本知识;第二部分重点介绍了有关的实验技术,提供了学生或实习人员操作训练内容;第三部分

还介绍了一些常用的技术资料数据,以供学生及有关技术人员查阅参考。

本书涉及知识面比较广,且有一定深度,不仅可使部分重要的化学理论和概念得到验证、巩固和充实,而且对学生基本操作技术和技能的训练、基本知识的获取、独立工作能力、科学思维方法、严谨的科学作风、实事求是的科学态度的培养都起着重要的作用。既可以作为医学院校及其它高等院校的化学实验教材,也可以作为有关专业教师及技术人员的参考书。

参加本书编写工作的有:新乡医学院杨志军(第一部分:1-1~1-6、第二部分:2-14)、王改萍(第二部分:2-1~2-3、2-5、2-6、2-9、2-11)、张积霞(第二部分:2-4、2-7)、胡雪原(第二部分:2-8)、席荣英(第二部分:2-12、2-13)、曾利(第二部分:2-10、2-15、2-16、2-17)、范秉琳(第二部分:2-19)、闫福林(第二部分:2-18、2-20~2-22、2-24)、新乡医学院三附院郭兰青(第二部分:2-23、第三部分:3-1~3-9)。

本书在编写过程中,自始至终得到了院领导、教务处、教材科、基础部及化学教研室老师的关怀和支持,在此一并表示感谢。

由于时间仓促和我们编写水平有限,错误及不妥之处在所难免,敬请读者批评指正。

编者

1997年11月

目 录

第一部分 实验室基本知识	1
1-1 实验室规则	1
1-2 安全操作规则	3
1-3 意外事故的处理	4
1-4 化学实验常用仪器介绍	7
1-5 常用化学试剂的分类与储存	19
1-6 有效数字及计算规则	33
第二部分 基本实验技术	37
2-1 玻璃仪器的洗涤和干燥	37
2-2 玻璃工操作和塞子钻孔	41
2-3 加热和冷却	46
2-4 过滤和重结晶	56
2-5 干燥和干燥剂的使用	69
2-6 称量	78
实验 1 粗盐的精制与提纯	93
实验 2 分析天平称量练习	97
2-7 滴定分析	99
实验 3 盐酸和氢氧化钠标准溶液的配制与标定	131
实验 4 食醋中总酸度的测定	135
实验 5 维生素 C 含量的测定	137
实验 6 阿斯匹林中乙酰水杨酸含量的测定	140
实验 7 双氧水中 H_2O_2 含量的测定	142
实验 8 水硬度与钙镁含量的测定	145

实验 9 胃舒平中 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 含量的测定	149
2-8 溶液酸度测定	152
实验 10 醋酸电离常数的测定	168
实验 11 缓冲溶液	171
2-9 液体化合物折光率的测定	175
实验 12 折光率测定	181
2-10 分光光度法	183
实验 13 分光光度法测定 Fe^{3+} 含量	190
实验 14 磺基水杨酸铜配合物组成和稳定常数测定	194
2-11 旋光度测定	198
实验 15 葡萄糖旋光度的测定	203
2-12 电泳	207
实验 16 胶体溶液	217
实验 17 氨基酸的纸上电泳	221
实验 18 血清蛋白质醋酸纤维素薄膜电泳	223
2-13 常见离子的基本性质和鉴定	225
实验 19 常见阳离子的分离与鉴定	271
实验 20 常见阴离子的分离与鉴定	273
2-14 熔点测定	274
实验 21 毛细管法测定样品的熔点	282
2-15 蒸馏操作	283
实验 22 无水乙醇的沸点测定	298
实验 23 水蒸气蒸馏法提取烟碱	299
实验 24 柠檬烯的提取	301
2-16 有机化合物性质与鉴定	303
2-17 有机混合物的分离	317
实验 25 有机化合物的分离与鉴定	331
实验 26 糖类化合物的性质	333

实验 27 蛋白质的性质	335
2-18 常用有机溶剂的纯化	337
实验 28 绝对无水乙醇的制备	350
实验 29 无水乙醚的制备	353
2-19 色谱法	356
实验 30 菠菜叶色素的分离	370
实验 31 氨基酸的分离	373
实验 32 偶氮苯与对-二甲氨基偶氮苯混合物的分离	375
实验 33 磺胺类药物的分离与鉴定	378
2-20 萃取	380
2-21 升华	384
2-22 有机合成	387
实验 34 乙酰水杨酸的合成	393
实验 35 乙酰苯胺的制备	395
实验 36 对乙酰氨基苯磺酰氯的制备	398
实验 37 对氨基苯磺酰胺的制备	401
实验 38 乙酸乙酯的制备	403
2-23 中草药有效成分提取与分离	405
实验 39 茶叶中咖啡碱的提取及分离	429
实验 40 薄荷油的提取	433
实验 41 从黄连中提取黄连素	435
实验 42 大黄中蒽醌类化合物的提取及分离	437
实验 43 丁香油的提取及丁香酚的分离	440
2-24 波谱技术	442
第三部分 附录	464
3-1 常用元素原子量表	464
3-2 常用有机溶剂的沸点和密度	464
3-3 水的蒸气压力表	465

3-4	难溶化合物的溶度积	465
3-5	弱酸弱碱电离常数	466
3-6	常用指示剂	467
3-7	常用酸碱的密度和浓度	472
3-8	常用基准物质的干燥条件和应用	473
3-9	试剂的配制	474

第一部分

实验室基本知识

1-1 实验室规则

一、实验前应认真预习,明确目的要求,弄清有关实验的基本原理、操作步骤和方法以及安全注意事项,做到心中有数,以确保有计划地进行实验。

二、实验时首先清点仪器,若发现有破损或缺少现象,应立即报告指导教师,按规定办理补领手续。实验过程中仪器若有损坏,亦应按规定手续领取新仪器。未经指导教师许可,不得取用其它实验台上的仪器或试剂。

三、严守纪律、保持肃静、集中精力、认真操作,仔细观察现象,周密思考,科学分析并认真做好记录。

四、听从指导教师安排,严守安全守则。

五、爱护国家财产,小心使用仪器和设备,节约使用药品、水、电和煤气。使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行,做到谨慎细致。取出的药品不能再放回原瓶,以免沾污瓶内试剂。

六、注意实验室的清洁卫生。废纸、火柴梗、碎玻璃以及各种废液等应放入废物缸或其它规定的回收容器内,严禁投入或倒入水槽内,以防水槽和下水管道堵塞或被腐蚀。

七、实验完毕后将仪器洗涤干净并放回原处。整理好药品,擦

干净实验台面,清理水槽和周围地面,最后检查煤气开关和自来水开关是否关紧,窗户是否关上,电源是否切断。经指导教师允许后,才能离开实验室。

八、根据原始记录,严肃认真地写出实验报告,按时交给指导教师。

1-2 安全操作规则

化学药品中,有很多是易燃、易爆、有腐蚀性和有毒性的。所以在进行化学实验时,首先必须在思想上十分重视安全问题,决不能麻痹大意;其次,实验前应充分了解本实验中的安全注意事项,在实验过程中要集中注意力,严格遵守操作规程,避免事故发生。

一、一切易燃、易爆物质的操作都要在离火源较远的地方进行,并严格按照操作规程操作。

二、有毒、有刺激性的气体的操作都要在通风橱内进行。有时需要借助于嗅觉判别少量气体时,决不能将鼻子直接对着瓶口或管口,而应当用手将少量气体轻轻扇向自己的鼻孔。

三、加热、浓缩液体的操作要十分小心,不能俯视加热液体,加热的试管口更不能对着自己或别人。浓缩溶液时,特别是有晶体出现之后,要不停地搅拌,更不能离开工作岗位。有条件时应尽可能戴上防护眼镜。

四、绝对禁止在实验室内饮、食、抽烟。有毒的药品(如铬盐、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞及汞的化合物、氰化物等)应严格防止进入口内或接触到伤口。有毒的废液也决不许倒入下水道,应回收后集中处理。

五、浓酸、浓碱具有强腐蚀性,使用时,不要溅在皮肤或衣服上,更应注意保护眼睛。稀释时(特别是浓硫酸),应在不断搅拌下将它们慢慢倒入水中,而不能反向进行,以避免迸溅而造成事故。

六、使用的玻璃管或玻璃棒切割后马上将断口烧熔以保持圆滑,玻璃碎片要放在回收容器内,决不能丢在地面或桌面上。

七、水、电、煤气使用完毕立即关闭。

八、每次实验结束后,应将手洗净才可离开实验室。

1-3 意外事故的处理

一、实验过程中,若发生下列意外事故,可采取如下救护措施。

(一)玻璃割伤

伤口内若有碎玻璃,须先挑出,然后涂上红药水并包扎。

(二)烫伤

切勿用水冲洗。在烫伤处涂抹上黄色的苦味酸溶液、烫伤膏或万花油(广州制造)均可。

(三)酸(或碱)溅入眼内

立即用大量水冲洗,然后用饱和碳酸氢钠溶液(或硼酸溶液)冲洗,最后再用水冲洗。

(四)吸入刺激性或有毒气体

如吸入氯气、氯化氢气体可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒。吸入硫化氢气体而感到不适时,立即到室外呼吸新鲜空气。

(五)毒物进入口内

把 5~10ml 稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,内服后,用手指伸入咽喉部,促使呕吐,然后立即去医院治疗。

(六)触电

立即切断电源。在必要时进行人工呼吸。

(七)起火

起火后,要立即灭火,采取措施防止火势扩展(如切断电源,移走易燃药品等)。灭火的方法要根据起因选用合适的方法。一般小火可用湿布,石棉布或砂子覆盖燃烧物,即可灭火。火势大时可使用泡沫灭火器。但电器设备所引起的火灾,只能用四氯化碳灭火器灭火,而不能用泡沫灭火器,以免触电。实验人员衣服着火时,切勿

惊慌乱跑,赶快脱下衣服或用石棉布覆盖着火处(就地卧倒打滚,也可起到灭火的作用)。

二、化学试剂的灭火方法

(一)常用的灭火剂

1. 水

水是首先选用的灭火物质,取用方便。它的作用主要是能吸收大量热量,降低燃烧的温度,在燃烧物上面形成蒸气幕,可以阻止氧气与燃烧物接触,起到隔绝空气的作用。但有些试剂着火不能用水扑灭,如钾、钠、过氧化物等,它们遇水能放出氢气和氧气而助燃。氯磺酸、无水三氯化铝遇水能放出大量热,易引起燃烧爆炸。一些易燃但不溶于水的液体,可随水到处漂浮。另外,有些能与水起化学反应的试剂,可分解出大量有毒气体,如氯化亚砷等。

2. 化学液体灭火剂

常用的是四氯化碳,当喷到火区时迅速蒸发,起到隔绝空气的作用。但不可用于扑灭碱金属、碱土金属,因为四氯化碳与这些活泼金属作用生成氧化物,同时游离出碳粒子,有爆炸的危险。

3. 化学泡沫灭火剂

由两种化学药品及起泡剂所组成,喷出含 CO_2 气体的泡沫,使着火物与空气隔绝。忌酸的试剂(如氰化物)不能使用。

4. 惰性气体灭火剂

主要用的是 CO_2 ,因其不导电,故适用于因电引起的火灾。

5. 化学干粉

由电化学基料(如重碳酸盐、磷酸铵等)和少量防潮及流动促进剂(如滑石粉、云母粉等)所组成的细微颗粒状灭火剂。

6. 黄砂

直接抛撒以隔绝空气而起到灭火作用。黄砂不与任何试剂起作用,但冷却速度慢。

(二)不同类型试剂的灭火方法

1. 易爆试剂

禁用泥沙压盖,以防撞击爆炸。可用雾状水和灭火器。

2. 氧化性试剂

无机氧化剂中,除过氧化物只可用黄砂灭火外,其它无机氧化剂可使用任何灭火剂灭火。有机氧化剂中除液体试剂不宜用水外,其它灭火剂均可使用。

3. 遇水燃烧试剂

只能用干砂土、灭火粉扑救,严禁用水或 CO_2 、 CCl_4 、泡沫灭火器。

4. 易燃液体试剂

大多数不宜用水灭火,可选用 CO_2 、砂土、 CCl_4 或泡沫灭火器。对不溶于水且密度大于水的液体试剂,如 CS_2 ,可用雾状水扑救。

5. 易燃固体试剂

可用雾状水(除能与水剧烈反应的镁粉、锌粉、铝、亚硫化磷外)、砂土、 CO_2 、 CCl_4 或泡沫灭火器灭火。

6. 有毒试剂

一般毒品用水、砂土或 CO_2 灭火器等扑救,但 KCN 、 NaCN 不能用水和泡沫灭火器,以免产生极毒的 HCN 气体。

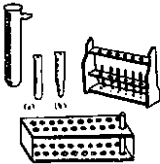
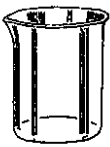
7. 腐蚀性试剂

有机酸、碱类、硫化钾、苯酚、甲醛、溴、碘、氢氟酸、磷酸、过氯酸、高氯乙酸等可用雾状水灭火,其它品种均不能用水,只能用干砂土、 CO_2 灭火器等扑救。

8. 放射性试剂

可选用雾状水、 CO_2 灭火器、砂土、灭火粉等扑救。

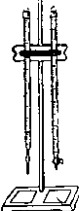
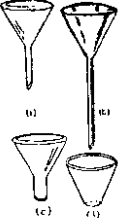
1-4 化学实验常用仪器介绍

仪 器	规格及表示法	一般用途	使用注意事项
	试管，有刻度的按容积(ml)分；无刻度用管口直径×管长(mm)表示。如硬质试管10×75mm 试管分普通试管(a)和离心试管(b)。普通试管又有翻口、平口、有支管、无支管、有塞、无塞等几种 试管架有木质、金属和塑料三类	1. 反应器，便于操作、观察，用量少 2. 离心管，离心分离 承放试管	1. 反应液体不超过试管容积的1/2，加热时不超过1/3 2. 硬质试管可以加热至高温，但不宜骤冷，软质试管在温度急剧变化时极易破裂 3. 一般大试管直接加热，小试管用水浴加热 4. 加热时应注意使试管下半部受热均匀；加热固体时，管口略向下倾斜 5. 离心管不能加热
	以容积(ml)表示，如硬质烧杯400ml。有一般型、高型；有刻度和无刻度几种	1. 反应器，在物时混匀，可水浴用 2. 替代浴用	1. 反应液体不能超过烧杯用量的2/3 2. 加热时放在石棉网上
	以容积(ml)表示，分有塞、无塞，广口、细口和微型几种	1. 容器，加热液体蒸发，可液量 2. 振荡，方便，滴用定操作	同上

续表

仪 器	规格及表示法	一般用途	使用注意事项
 图 4 量筒	以所能量度的最大容积(ml)表示。上口大,下口小的叫量杯	量取一定体积的液体	1. 不能作为反应容器,不能加热,不可量热的液体 2. 读数时视线应与液面水平,读取与弯月面最低点相切的刻度
 图 5 吸管	以所量的最大容积(ml)表示,有分度吸管(a),无分度吸管(b)两类	精确移取一定体积液体	1. 吸管用后立即洗净 2. 具有精确刻度的量器,不能放在烘箱中烘干 3. 读取刻度的方法同量筒
 图 6 容量瓶	以容积(ml)表示,分量入式(I_v)和量出式(E_v),塞子有玻璃,塑料两种	配制标准溶液	1. 不能加热,不能代替试剂瓶用来存放溶液 2. 读取刻度的方法同量筒 3. 不能放在烘箱内烘干

续表

仪 器	规格及表示法	一般用途	使用注意事项
	布氏漏斗： 磁制或玻璃制，以直径(cm)表示 吸滤瓶：以容积(ml)表示 过滤管： 直径×管长的(mm)，磨口的以容积表示	吸 滤 时 用，当沉 淀时，用 少量小斗 漏斗配合 使用	1. 注意漏斗与滤瓶大小的配合 2. 漏斗大小与过滤的沉淀或晶体量的配合 3. 不能直接加热
	滴定管分酸式、碱式两种，以容积(ml)表示 滴定管架：金属或木质 滴定管夹：木质或金属	1. 用定量液体于或准确滴定的 2. 管夹固定在上	1. 酸液放在具有玻璃塞的滴定管中，碱液放在带橡皮管的滴定管中 2. 滴定管要洗净，溶液流下时管壁不得挂有水珠。活塞下部要充满液体，全管不得留有气泡 3. 滴定管用后应立即洗净
	以直径(cm)表示，有短颈(a)、长颈(b)、粗颈(c)、无颈(d)等几种	1. 过滤 2. 引液口中 3. 漏斗颈用于转移固体	1. 不能用火直接灼烧 2. 过滤时，漏斗颈尖端必须紧靠盛接滤液的容器壁