

医学化学实验

刁海鹏 王浩江 主编



科学出版社

医学化学实验

刁海鹏 王浩江 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书是根据医药类院校教学大纲中化学实验课程基本要求编写,包括医学化学实验的相关知识、化学实验基本操作与实验等内容,并在附录中介绍了一些常用仪器及其使用方法。全书精编了19个实验,内容涵盖了医学类化学实验的无机化学实验、有机化学实验和分析化学实验。

本书可作为高等学校医学和药学类各专业本科生的化学实验课程教材,也可供从事各类化学实验的相关技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

医学化学实验/刁海鹏,王浩江主编. —北京:科学出版社,2017

ISBN 978-7-03-053905-2

I. ①医… II. ①刁… ②王… 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(2017)第 143877 号

责任编辑:丁 里/责任校对:张小霞

责任印制:徐晓晨/封面设计:迷底书装

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>

北京九州迅驰传媒文化有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2017年8月第 一 版 开本:720×1000 1/16

2018年1月第二次印刷 印张:7

字数:139 000

定价:29.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

《医学化学实验》编写委员会

主编 刁海鹏 王浩江

编委(以姓名汉语拼音为序)

刁海鹏 傅力明 弓 辉 李 波

李 雪 刘 文 王浩江 王灵晓

前 言

化学是一门实验科学，在化学研究中占有非常重要的地位。化学实验可通过实验现象的观察与测量、实验数据的综合与分析，深入化学现象的本质，从而揭示化学反应的规律，加深学生对化学基本理论的认识和理解。化学实验不仅可以让学生直观地感知化学知识，还可以培养学生动手操作、独立思考、观察记录、分析归纳和撰写报告等能力，从而使学生认知到客观事物都遵循一定的客观规律。

医学化学实验包括无机化学、有机化学和分析化学的实验内容，其教学对象是医学院校的临床、预防、麻醉、法医、护理、影像等专业的一年级学生。医学化学实验是必修课程基础化学、有机化学中对应的实验课程，主要包括实验基本技能训练项目及实验规则、实验室基本仪器简介、化学实验基本操作及 19 个具体实验。本书结合医学院校的特点，在重视学生基本的化学实验操作及技能培养的前提下，加强了与医学及生命科学相关知识的交叉，使学生能够深刻理解化学学科与生命科学学科的重要关系，从而使学生更加有兴趣学习化学这门重要学科。本书设置从对化学实验的基本要求、基本技能训练项目及实验规则到实验室的基本实验器材介绍及一些基本化学实验的操作，最后是具体实验的实施，使学生既能回顾中学阶段对化学的认知，又能循序渐进地进入大学阶段化学实验的学习。

本书是由山西医科大学化学教研室的老师根据多年的化学实验教学经验总结编写而成，山西医科大学刁海鹏、王浩江担任主编，由刁海鹏、傅力明、弓辉、李波、李雪、刘文、王浩江、王灵晓共同编写。

在本书编写过程中，得到了山西医科大学基础医学院相关领导及科学出版社的大力支持，在此表示衷心的感谢。

由于编者学识水平有限，书中难免存在不妥之处，恳请相关专家及广大读者提出宝贵意见。

编 者

2017 年 5 月于太原

目 录

前言

第一章 医学化学实验的相关知识	1
第一节 医学化学实验的目的、要求及规则	1
第二节 误差及数据处理	3
第三节 医学化学实验基本技能训练项目及要求	11
第四节 实验室基本仪器简介	14
第二章 化学实验基本操作	19
第一节 仪器的洗涤和干燥	19
第二节 加热	19
第三节 化学试剂及其使用	22
第四节 溶解和结晶	23
第五节 沉淀的分离和过滤	23
第六节 密度计的使用	26
第七节 干燥器的使用	26
第八节 托盘天平的使用	27
第九节 玻璃量器及其使用	27
第三章 实验	33
实验一 硫酸铜的精制	33
实验二 硫代硫酸钠的制备	34
实验三 缓冲溶液及其 pH 的测定	37
实验四 乙酸解离常数和解离度的测定	40
实验五 离子选择电极法测定水中的氟含量	42
实验六 酸碱溶液的比较滴定	44
实验七 酸碱滴定分析	46
实验八 配位滴定分析——水样总硬度的测定	50
实验九 过二硫酸铵与碘化钾反应速率及活化能的测定	52
实验十 微量铁的测定(可见分光光度法)	55
实验十一 常压蒸馏	57

实验十二	熔点的测定	60
实验十三	乙酰苯胺的合成和重结晶	62
实验十四	氨基酸的纸层析	64
实验十五	柱色谱	67
实验十六	植物色素的提取和薄层色谱分析	70
实验十七	从茶叶中提取咖啡因	73
实验十八	分子模型作业	77
实验十九	葡萄糖变旋现象及糖的性质	79
参考文献		84
附录		85
一、水银温度计和贝克曼温度计		85
二、电桥及电导仪		88
三、旋光仪		92
四、阿贝折光仪		95
五、酸度计		97
六、紫外-可见分光光度计		100

第一章 医学化学实验的相关知识

第一节 医学化学实验的目的、要求及规则

化学是一门实验科学，它通过实验现象的观察和测量、实验数据的综合和分析，深入化学现象的本质，从而揭示化学反应的规律。化学实验是培养学生动手操作、独立思考、观察记录、分析归纳和撰写报告等能力的重要环节。

一、实验目的

(1) 加深学生对化学基本理论的进一步认识和理解。化学实验不仅使理论知识形象化，而且能说明化学反应发生的条件、范围和所采用的方法，能较全面地反映化学世界的复杂性和多样性。

(2) 通过化学实验的基本操作和实验技能的培养，以及实验仪器的正确使用、准确测量和日常维护，培养学生动手、观测、记忆、思维、想象和表达等综合素质，使学生具备分析问题、解决问题的能力。

(3) 通过化学实验方案的设计、数据记录与处理、实验结果的分析与讨论，培养学生初步的科研能力，为其今后的实际工作和科学研究打下良好的基础。

(4) 培养学生科学的工作态度和严谨的工作作风。

二、实验要求

医学化学实验是包含无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验和物理化学实验的基础实验课程，其主要目的是使学生初步了解化学的研究方法，包括实验现象的记录、实验条件的选择、实验数据的处理、实验结果的分析 and 归纳等，从而增强解决实际化学问题的能力。在进行每一个具体实验时，要求做到以下几点。

1. 实验前的预习

学生在实验前应先仔细阅读实验内容，了解实验的目的要求，并写出预习提纲，预习提纲包括实验测量所依据的基本原理和实验技术、实验操作的步骤，熟悉实验的注意点、数据记录的格式，以及思考预习中产生的疑难问题等。教师应

检查学生的预习情况，进行必要的提问，并解答疑难问题。学生达到预习要求后才能进行实验。

2. 实验操作

学生进入实验室后应检查测量仪器和试剂是否符合实验要求，并做好实验的各种准备工作，记录实验的条件。具体实验操作时，要求仔细观察实验现象、详细记录原始数据、严格控制实验条件。在整个实验过程中要有严谨的科学态度，做到清洁整齐、有条有理、一丝不苟；还要积极思考，善于发现和解决实验中出现的各种问题。

3. 实验报告

实验报告是每次实验的总结，它反映每个学生的实验情况和水平，必须严肃认真如实地填写。

实验报告一般应包括四部分内容。

(1) 实验目的和要求。

(2) 实验步骤：尽量采用表格、框图、符号等形式清晰、明了地表示。如采用文字叙述要力求简练，不应照教材抄写。

(3) 实验现象和数据记录：实验现象要表述正确；数据记录要完整，决不允许臆造、弄虚作假。

(4) 解释、结论或数据计算：根据现象作出简明解释，写出主要反应式，分题目作出小结或得出最后结论。若有数据计算必须将计算公式和有关数据列写出来，不能只写出计算结果。

三、实验室规则

为了保障化学实验正常、有效、安全地进行，保证实验课的教学质量，学生必须遵守化学实验室的规则。

(1) 实验室内严禁吸烟、进食，食品、饮料禁止带入实验室。进入实验室应穿实验服，禁止穿拖鞋。书包、文具、雨伞等物品放于指定位置。

(2) 进入实验室时，应熟悉实验室的主要设施、布局及其周围的环境，熟悉灭火器材、急救药箱的使用及其摆放位置。严格遵守实验室的规章制度，听从教师的指导。

(3) 做好实验前的预习工作：明确实验目的，了解实验原理，熟悉实验内容、方法和步骤。实验前要清点仪器，如果发现有破损或缺少，应立即报告教师，按

规定手续到实验预备室补领。实验时仪器若有损坏,也应按规定手续到实验预备室换取新仪器。未经教师同意,不得挪用其他仪器。

(4)实验中要保持安静,保持实验室和实验台面清洁整齐。废纸、火柴梗、碎玻璃和各种废液倒入废物桶或其他规定的回收容器中,严禁倒入水槽内;凡涉及有毒气体的实验,都应在通风橱中进行。

第二节 误差及数据处理

一、基本概念

在实验研究工作中,一方面要对实验方案进行分析研究,选择适当的测量方法进行数据的直接测量;另一方面必须将所得数据加以整理归纳,以寻求所研究的变量间的规律。但无论是测量工作还是数据处理,树立正确的误差概念是很有必要的。应该说,一个实验工作者必须具有正确表达实验结果的能力和进行精细实验工作的本领。下面简要介绍一些基本概念。

1. 系统误差

系统误差是由一定原因引起的,它使测定结果恒偏大或恒偏小,其数值或是基本不变,或是按一定规律变化,但总可以设法加以确定。因此,在多数情况下,它们对测量结果的影响可以用校正量来校正。

系统误差主要由下列原因引起。

(1)仪器误差:由仪器结构上的缺点所引起,如天平的两臂不等、气压计的真空不十分完善、仪器示数部分的刻度划分得不够正确等。这类误差可以通过检定的方法来减小。

(2)试剂误差:在化学实验中,试剂中杂质的存在有时会给结果带来极其严重的影响,因此试剂的提纯是一件十分重要的工作。

(3)个人误差:由观测者个人的习惯和特点所引起,如记录某一信号的时间时总是滞后、读取仪表读数时总是把头偏向一边、判定滴定点的颜色程度不同等。

(4)方法误差:实验方法的理论根据有缺陷或引用了近似公式等所造成。

实验工作者的重要任务之一是找出系统误差的存在,并尽可能将其减小,如果不知道系统误差存在,则其危害是难以估计的。实践告诉我们,单凭一种方法所得的结果往往不是十分可靠的,只有不同实验者用不同方法、不同仪器所得的数据相符合,才可认为系统误差已基本消除。

2. 偶然误差

即使系统误差已被减小或消除,但在同一条件下,以同等仔细程度对某一个量进行重复观察时,仍会发现测得值之间存在微小差异。这种差异的产生是没有固定原因的,差值的符号和大小也不确定,如观察温度或电流时呈现微小的起伏、估计仪器最小分度时偏大或偏小、控制滴定终点的指示剂颜色稍有深浅等,都是难以避免的。这是同一个量多次测定的结果不能绝对吻合的原因。

3. 疏失误差

疏失误差是在实验过程中读数、记录、计算时出错或实验条件突然改变等原因所引起的。如果在实验中发现了疏失误差,应及时纠正或将所得数据弃去。

系统误差和疏失误差总是可以设法避免的,而偶然误差是不可避免的,因此最好的实验结果应该只含有偶然误差。

4. 准确度和精密度

准确度是指测量结果的正确性,即与真值偏离的程度。精密度是指测量结果的可重复性及测得数值的有效数字位数。例如,用两支水银温度计测量恒温水浴的温度,一支温度计的最小分度是 1°C ,多次测量的平均结果是 $25.2^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ 。另一支温度计的最小分度是 0.1°C ,多次测量的平均结果是 $25.18^{\circ}\text{C} \pm 0.02^{\circ}\text{C}$ 。第二支温度计的测量结果包含四位有效数字,它的读数精度是较高的。又如,用一支温度计进行一种液体凝固点的重复测量,各次测量结果的差异可能很大,也可能很小。若差异很小,就可以说测量的可重复性高,测量的技术是精密的。因此,精密度包括了测量值的可重复性及测量结果表示出的有效数字位数两个因素。

当进行了某一个量的重复测量之后,已确信从上述两因素来说结果是精密的,但如果不能确定是否有系统误差存在(如温度计未经校正),则虽然测量结果很精密,也可能是不准确的。因此,高的精密度不能保证高的准确度,但高的准确度必须有高的精密度,后者为前者的前提。

5. 绝对误差与相对误差

绝对误差是测量值与真值之间的差异;相对误差是绝对误差与真值之比,即

$$\text{绝对误差} = \text{测量值} - \text{真值}$$

$$\text{相对误差} = \text{绝对误差} / \text{真值}$$

绝对误差的单位与被测物理量是相同的，而相对误差则是无因次的，因此不同物理量的相对误差可以互相比较。另外，绝对误差的大小与被测量值的大小无关，而相对误差与被测量值及绝对误差的数值都有关系。因此，无论是比较各种测量的精度，或是评定测量结果的质量，采用相对误差都更为合理。

6. 关于有效数字

由前面的讨论可以理解，任何测量的准确度都是有限的，只能以一定的近似值来表示这些测量结果。因此，测量结果数值计算的准确度就不应该超过测量的准确度。如果任意地将近似值保留过多的位数，反而会歪曲测量结果的真实性。下面以数值运算规则为例作简略介绍。

(1) 当记录一个量的数值时，只需写出它的有效数字，并尽可能包括测量误差。设未标明误差值，可假定其为最后一位数字的正负一个或半个单位。

在确定有效数字时，须注意“0”这个符号。紧接小数点的0仅用来确定小数点的位置，不算有效数字。例如，0.000 13 中小数点后的三个0都不是有效数字，而0.130 中小数点后的0是有效数字。如果写成 2.50×10^2 ，这种表示就比较清楚了。

(2) 舍去多余数字时采用四舍五入法。

(3) 进行加减运算时，应保留各小数点后的数字位数与最少者相同。例如，

0. 12		0. 12
12. 232	舍去多余数字后	12. 23
+ 1.5683		+ 1. 57
13.8003		13.92

(4) 当数字的首位大于8，就可多算一位有效数字，如9.12在运算时可看成四位有效数字。

(5) 在乘除运算中保留各数的有效数字位数不大于其中有效数字位数最低者。例如， $\frac{1.578 \times 0.0182}{81}$ ，其中81的有效数字位数最低，但由于首位是8，故把它看成三位有效数字，其余各数都保留到三位，这时上式变为 $\frac{1.58 \times 0.0182}{81} =$

3.55×10^{-4} ，最后结果也只保留三位有效数字。

对于复杂的计算，应先加减，后乘除。

例如,
$$\left[\frac{0.552 \times (82.52 + 4.4)}{662 - 642} \right]^{\frac{1}{2}} = \left(\frac{0.552 \times 86.9}{20} \right)^{\frac{1}{2}} = \left(\frac{0.55 \times 87}{20} \right)^{\frac{1}{2}} = 1.5。$$
在复杂运

算未达最后结果之前的中间各步中, 可保留各数值位数较上述规则多一位, 以免多次四舍五入造成误差积累, 给结果带来较大影响。但最后结果仍只保留其应有的位数。

使用计算器进行运算, 在取用最后结果时必须注意保留适当的有效数字。

(6) 在整理最后结果时, 须将测量结果的误差进行化整, 表示误差的有效数字最多用两位, 如 $122.84 \text{ cm} \pm 0.12 \text{ cm}$ 。而当误差第一位数为 8 或 9 时, 只需保留一位。

测量值的末位数应与误差的末位数对应。

例如, 测量结果: $x_1 = 1001.77 \pm 0.033$

$$x_2 = 237.464 \pm 0.127$$

$$x_3 = 123357 \pm 878$$

化整结果: $x_1 = 1001.77 \pm 0.03$

$$x_2 = 237.46 \pm 0.13$$

$$x_3 = (1.234 \pm 0.009) \times 10^5$$

(7) 计算式中的常数, 如 π 、 e , 以及乘子如 $\sqrt{2}$ 、 $\frac{1}{2}$ 和一些取自手册的常数等,

可以按需要取有效数字。例如, 当计算式中有效数字最低者是三位, 则上述常数取三位或四位即可。

表示测量结果的误差时, 应指明是平均误差还是作者估计的最大误差。

(8) 在对数计算中所取对数位数(对数首数除外)应与真数有效数字相同。

(9) 计算平均值时, 如果参加平均的数值有四个以上, 则平均值的有效数字可多取一位。

二、误差分析

在实验研究工作中, 我们所需要的通常不是直接测量的结果, 而是把一些直接测量的结果代入一定关系式中, 再计算所需的值。例如, 气化法测液体相对分子质量时, 常采用理想气体公式 $M = mRT/pV$ 来计算结果, 因此相对分子质量 M 是各直接测量值 m 、 p 、 V 和 T 的函数。各直接测量值的误差将影响函数的误差(这里尚未涉及由于采用了近似公式所引入的系统误差)。

误差分析的基本任务在于查明直接测量值的误差对函数(间接测量值)误差

的影响,从而找出函数的最大误差来源,以便合理配置仪器和选择实验方法。

误差分析仅限于对结果最大误差的估计,因此对各直接测量值只需预先知道其最大误差范围。当系统误差已经改正,而操作控制又足够精密时,通常可用仪器读数精密度来表示测量值的误差范围,如分析天平是 $\pm 0.0002\text{ g}$ 、50 mL 滴定管是 $\pm 0.02\text{ mL}$ 、贝克曼温度计是 $\pm 0.002^\circ\text{C}$ 等。

但是有不少例子表明操作控制的精密度与仪器的精密度不相符合。例如,恒温系统温度的无规律变化是 $\pm 1^\circ\text{C}$,而测温用的温度计的精度是 $\pm 0.1^\circ\text{C}$,这时的测温误差主要由温度控制的精密度所决定。

在估计函数的最大误差时,考虑到最不利的情况是直接测量值的正负误差不能对消,从而引起误差积累,故算式中各直接测量值的误差取绝对值。

设函数式为

$$N=f(x, y, z, \dots)$$

全微分得

$$\begin{aligned} dN &= \frac{\partial N}{\partial x} dx + \frac{\partial N}{\partial y} dy + \frac{\partial N}{\partial z} dz + \dots \\ \frac{dN}{N} &= \frac{1}{f(x, y, z, \dots)} \left(\frac{\partial N}{\partial x} dx + \frac{\partial N}{\partial y} dy + \frac{\partial N}{\partial z} dz + \dots \right) \end{aligned}$$

设各自变量的绝对误差($\Delta x, \Delta y, \Delta z, \dots$)是很小的,可代替它们的微分($dx, dy, dz, \dots$),并考虑误差积累而取其绝对值,这时

$$\begin{aligned} \Delta N &= \left| \frac{\partial N}{\partial x} \right| |\Delta x| + \left| \frac{\partial N}{\partial y} \right| |\Delta y| + \left| \frac{\partial N}{\partial z} \right| |\Delta z| + \dots \\ \frac{\Delta N}{N} &= \frac{1}{f(x, y, z, \dots)} \left[\left| \frac{\partial N}{\partial x} \right| |\Delta x| + \left| \frac{\partial N}{\partial y} \right| |\Delta y| + \left| \frac{\partial N}{\partial z} \right| |\Delta z| + \dots \right] \end{aligned}$$

或

$$d \ln N = d \ln f(x, y, z, \dots)$$

由此可见,用微分法进行函数相对误差的计算是比较简便的。

1) 加法

设 $N = x + y + z + \dots$, 取对数再微分得

$$\frac{\Delta N}{N} = \frac{|\Delta x| + |\Delta y| + |\Delta z| + \dots}{x + y + z + \dots}$$

2) 减法

设 $N = x - y$, 取对数再微分得

$$\frac{\Delta N}{N} = \frac{|\Delta x| + |\Delta y|}{x - y}$$

3) 乘法

设 $N = xyz \cdots$ ，取对数再微分得

$$\frac{\Delta N}{N} = \left| \frac{\Delta x}{x} \right| + \left| \frac{\Delta y}{y} \right| + \left| \frac{\Delta z}{z} \right| + \cdots$$

4) 除法

设 $N = x / y$ ，取对数再微分得

$$\frac{\Delta N}{N} = \left| \frac{\Delta x}{x} \right| + \left| \frac{\Delta y}{y} \right|$$

5) 方次与根

设 $N = x^n$ ，取对数再微分得

$$\frac{\Delta N}{N} = n \left| \frac{\Delta x}{x} \right|$$

6) 对数

设 $N = \ln x$ ，取对数再微分得

$$\frac{\Delta N}{N} = \left| \frac{\Delta x}{x \ln x} \right|$$

绝对误差可根据相对误差求得，即

$$\Delta N = N \frac{\Delta N}{N}$$

三、作图方法

用作图法表示实验数据，能清楚地显示出所研究的变化规律，如极大、极小、转折点、周期性和数量的变化速率等重要性质。从图上易于找出所需数据，同时便于数据的分析比较和进一步求得函数关系的数学表达式。如果曲线足够光滑，则可用于图解微分和图解积分。有时还可用作图外推，以求出实验难以获得的量。

下面简要介绍作图方法的要点。

(1) 坐标纸的选择：通常的直角毫米坐标纸适合大多数用途。有时也用对数坐标纸，特殊需要时用三角坐标纸或极坐标纸。

(2) 坐标标度的选择：坐标纸选定后，进行正确标度，这时应注意下列问题。

(a) 通常都习惯把独立变量选为横坐标。至于两个变量中何者为独立变量，多

数情况取决于实验方式。例如,测定温度与比热容之间的关系是按照预定的温度进行测定的,则温度就是独立变量。

(b)所选定的坐标标度应便于能很快从图上读出任一点的坐标值。通常应使单位坐标格子所代表的变量为简单整数(选为 1、2、5 的倍数,不宜用 3、7、9 的倍数)。若无特殊需要(如直线外推求截距),就不必以坐标原点作标度起点,可从略低于最小测量值的整数开始,这样才能充分利用坐标纸,使作图紧凑,同时读数精度也得到提高。图 1-1 和图 1-2 中的(a)代表正确的作图法,(b)代表错误的作图法。

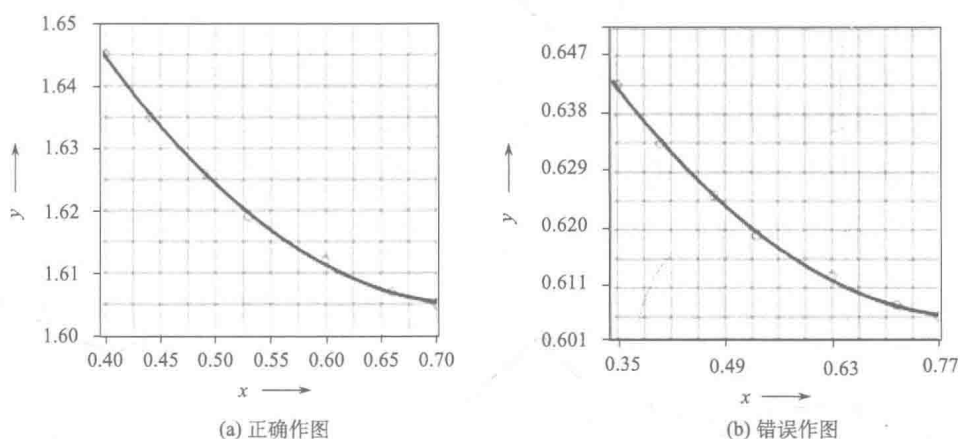


图 1-1 坐标纸作图示意横轴选择 I

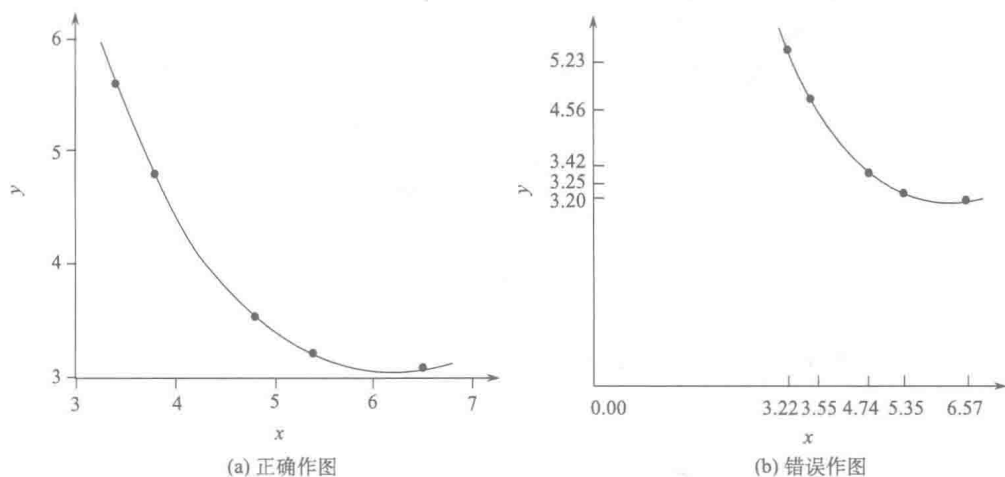


图 1-2 坐标纸作图示意横轴选择 II

(c)坐标比例尺的选择,应使变量的绝对误差在图上相当于坐标的 0.5~1 个最小分度。例如,以 $\pm\Delta x$ 、 $\pm\Delta y$ 分别表示两个变量的绝对误差,则 $\pm\Delta x$ 和 $\pm\Delta y$

在毫米坐标纸上等于 $1\sim 2\text{ mm}$, 因此点的大小也约为 $(\pm\Delta x)(\pm\Delta y)$ 大小矩形的面积。

比例尺选择不当, 还会使曲线变形, 甚至由此得出错误的结论。例如, 按下列 x 与 y 的关系作图, 由于纵轴比例尺及其测量误差不同, 可以作出图 1-3~图 1-6 的几种曲线形式。

x : 1.0; 2.0; 3.0; 4.0。

y : 8.0; 8.2; 8.3; 8.0。

从表面看来, 图 1-3 中的 y 似乎不随 x 而变, 而从图 1-6 可以看出当 $x=3$ 时有明显的极大值。现在来考察作图精度是否与测量精度吻合的问题。

当 y 的测量精度是 $\Delta y = \pm 0.2$, x 的测量精度是 $\Delta x = \pm 0.05$, 从图 1-3 纵轴可以确定出 ± 0.2 个单位, 横轴可以确定出 ± 0.05 个单位, 因此测量和作图的精度是吻合的, 而 y 以如此低的精度进行测量, 显然不能揭示 x 与 y 之间的变化规律。

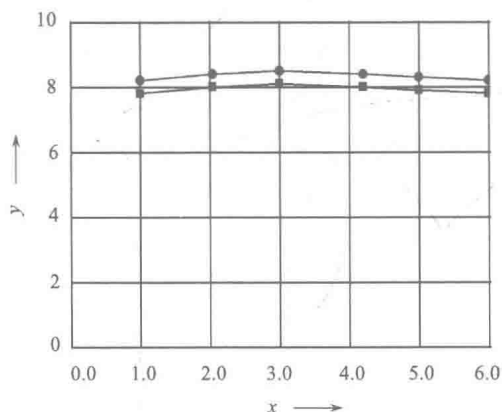


图 1-3 纵轴选择 I

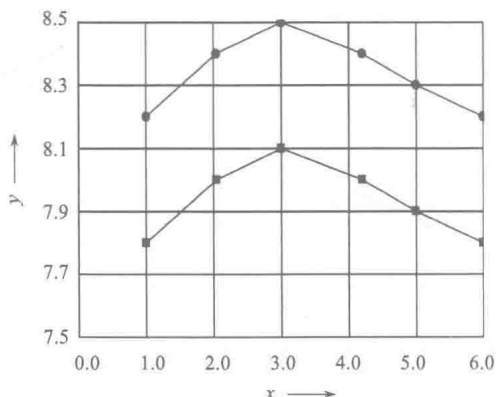


图 1-4 纵轴选择 II

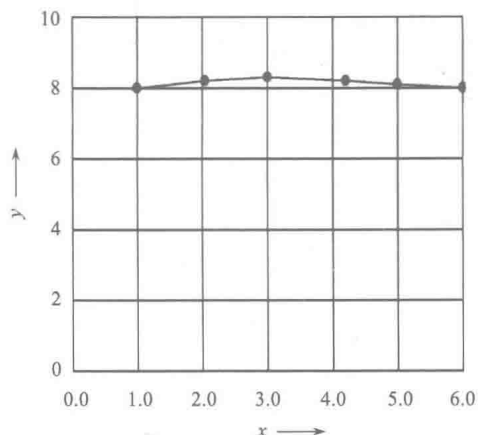


图 1-5 纵轴选择 III

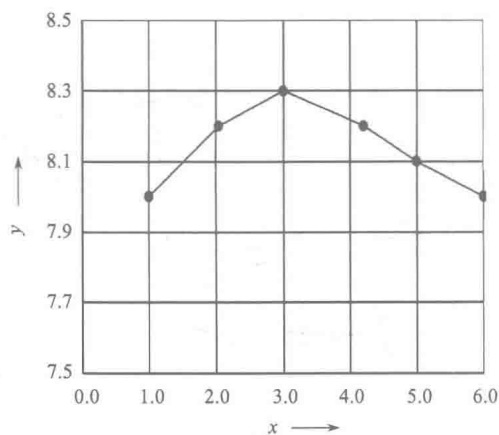


图 1-6 纵轴选择 IV