

医用

基础化学实验

周宝宽 主编

科学普及出版社

医用基础化学实验

周宝宽 主编

科学普及出版社

·北 京·

图书在版编目(CIP)数据

医用基础化学实验/周宝宽主编. —北京:科学普及出版社,2003.5

ISBN 7-110-05487-X

I. 医... II. 周... III. 医用化学-化学实验 IV. R313-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 032143 号

主 编 周宝宽
副主编 薛春兰 梁 坚
主 审 苗 靖

责任编辑 马 妍
责任校对 张林娜
责任印制 王 沛
封面设计 赵一东

科学普及出版社出版

北京市海淀区中关村南大街 16 号 邮政编码:100081

电话:62179148 62173865

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

北京市卫顺印刷厂印刷

*

开本:787 毫米×1 092 毫米 1/16 印张:7.25 字数:160 千字

2003 年 5 月第 1 版 2004 年 9 月第 2 次印刷

印数:3001—5000 册 定价:13.80 元

前 言

为了适应我国高等医学教育事业的提高和发展,遵照教育部“关于加强高等学校本科教学工作,提高教学质量的若干意见”中的注重更新实验教学内容,提倡实验教学与科研课题相结合,创造条件使学生较早地参与科学研究和创新活动精神,《医用基础化学实验》的重新编写,旨在深层次上进行实验教学内容的更新与重组,创建以素质培养为中心,以能力培养为基本方式,以综合创造能力培养为目标的医用化学实验课程。

这次编写工作结合我校多年实验教学的特点,并借鉴了兄弟院校实验教材内容。教材比较系统地介绍了实验基本操作与技术、常用实验仪器的性能以及使用方法。本教材选编 32 个实验,增加了与生命科学有关的综合性、设计性和课外化学实验,注重实验基本能力的培养与个人实验的主观能动性和创造性发挥,有利于开拓医科学生视野和培养动手能力、分析问题和解决问题的能力。本实验教材可供五年制临床医学、卫生、口腔、护理、影像和生物医学等专业人员使用,也适合三年制专科学生选择使用。

本书共分七章,第一章介绍实验室常识,第二章介绍化学实验技术与基本操作,第三章介绍实验室常用仪器简介,第四章介绍基本实验,第五章介绍综合性实验,第六章介绍设计性实验,第七章介绍课外化学实验。全书共 32 个实验,每个实验附有注释和思考题,书后附录可供相关实验人员参考和查阅。

本教材由天津医科大学基础医学院化学教研室集体编写。参加编写和验证实验的有(按章节顺序)刘景英、梁坚、孙关中、曹海燕、苗靖、薛春兰、郭世颖、陈正华、马世坤、姜炜、张竹、孙涛、周宝宽、苗靖教授主审全书。

本教材与传统教材比较,增加了综合性、设计性实验和课外化学实验,初次尝试,难免有疏漏和不妥之处,敬请读者批评指正。

编者

2002 年 12 月

目 录

前 言

第一章 实验室常识	1
一、实验室规则	1
二、化学实验安全守则	1
三、实验室中意外事故的处理	2
四、火灾的预防及处理	2
第二章 化学实验技术与基本操作	4
一、玻璃仪器的洗涤	4
二、试剂和试剂的取用	4
三、滴定分析常用仪器的使用	6
四、玻璃管加工和塞子钻孔	11
五、萃取技术	14
六、过滤的方法	16
七、蒸馏	18
八、干燥	24
九、重结晶	24
第三章 实验室常用仪器简介	27
一、普通仪器	27
二、标准磨口玻璃仪器	28
三、分析天平	30
四、自动平衡离心机	34
五、酸度计	34
六、7220 型(或 722 型)分光光度计	36
第四章 基本实验	40
实验一 基本操作练习	40
实验二 分析天平称量练习	41
实验三 凝固点降低法测定尿素相对分子质量	43
实验四 醋酸解离度和解离平衡常数的测定	45
实验五 同离子效应和溶度积规则	47
实验六 缓冲溶液	48
实验七 配合物的生成和性质	50
实验八 氧化还原反应	52
实验九 胶体溶液的性质	55

实验十 高锰酸钾的吸收光谱	57
实验十一 KMnO_4 法测定双氧水中 H_2O_2 的含量	58
实验十二 有机分子模型作业	60
实验十三 熔点的测定	61
实验十四 微量测沸点	64
实验十五 折射率的测定	65
实验十六 氨基酸纸上电泳	68
实验十七 乙酸乙酯的制备	71
实验十八 纸层析法	73
实验十九 柱层析法	75
实验二十 薄层层析法	77
实验二十一 乙酰苯胺的制备	78
第五章 综合性实验	81
实验二十二 小苏打片及食醋中主要成分的测定	81
实验二十三 碘的萃取、芦丁的提取及萃取剂的回收	83
实验二十四 血清蛋白醋酸纤维膜电泳	84
实验二十五 邻二氮菲分光光度法测定铁的含量	86
第六章 设计性实验	88
实验二十六 水样总硬度的测定	88
实验二十七 NaOH 与 Na_2CO_3 混合物的分析	89
实验二十八 醇、酚、醛、酮、羧酸未知样品的分析	89
第七章 课外化学实验	91
实验二十九 合成聚合物	91
实验三十 阿司匹林的合成及光谱特征	93
实验三十一 血和尿的化学现象	95
实验三十二 从牛奶中分离酪蛋白和乳糖	98
附 录 一些特殊试剂的配制	101
索 引	104
常用元素的相对原子质量	110

第一章 实验室常识

一、实验室规则

(1) 每次实验课前学生必须预习实验指导教材,熟悉实验目的、要求、原理及实验步骤,写出预习笔记。实验前教师要对学生的预习情况进行检查,学生达到预习要求后,方可进行实验。

(2) 按时进入实验室,遵守纪律并保持肃静。检查所需仪器药品是否齐全,如有缺损,应及时报告并填写报损单,经指导教师签字后补齐。

(3) 实验过程中爱护仪器设备,贵重精密仪器勿随便搬动。使用仪器时严格按照操作规程进行,未弄清使用方法前,请勿操作,如有故障或损坏,应及时报告教师处理或赔偿。

(4) 注意保持实验台面和环境的整齐整洁,不随地乱扔火柴梗、废纸屑等弃物,更不能将弃物丢入水池内,以防堵塞下水道。

(5) 使用药品时,应按实验教材的规定定量取用,如无明确用量,则尽可能取用少量,以节省试剂和实验时间;若取过量,不得倒回原瓶。取用药品应注意用毕随时放回原处。

(6) 实验完毕,公用仪器清洗后留在实验台面,个人使用的仪器收回柜内。同时,将实验台、试剂架整理干净,检查水、电、开关是否关闭。

(7) 根据原始记录数据,认真完成实验报告,按时交给指导教师。

二、化学实验安全守则

(1) 必须熟悉实验室环境,了解与安全有关的一切设施(如电闸、水管阀门、消防用品等)的位置和使用方法。

(2) 产生有毒、有刺激性气体的实验(如 H_2S , Cl_2 , Br_2 , NO_2 , SO_2 , CO 等),应在通风橱内进行。

(3) 对于性质不明的化学试剂,严禁任意混合,更不能尝试化学试剂的味道,以免发生意外事故。

(4) 使用易燃的有机溶剂(酒精、乙醚、丙酮、苯等)时,要远离火源,用毕应及时盖紧瓶塞。钾、钠和白磷等在空气中易燃的物质应隔绝空气存放(如钾、钠保存在煤油中,白磷保存在水中),取用它们时必须使用镊子。

(5) 使用浓酸、浓碱、溴等具有强腐蚀性试剂时,切勿溅在皮肤和衣服上。为了保护眼睛,应佩戴防护眼镜。

(6) 加热试管中的液体时,不要将试管口朝向他人或自己;也不要俯视正在加热的液体,以免溅出的液体把脸、眼灼伤。闻气体的气味时,不能用鼻直接对准瓶口或试管口,应用手把少量气体轻轻地扇向自己。

(7) 实验后的废弃物如滤纸、碎玻璃等必须投入簸箕中,绝不能倒入水池内,以防管

道堵塞和腐蚀。

(8) 使用电器设备,不能用湿手操作,以防触电。工作完毕应拔下电源插头。

(9) 每次实验完毕,应整理好实验用品,把手洗净,方可离开实验室。值日的学生检查水龙头是否关好,拉下电闸,关好门窗。

三、实验室中意外事故的处理

1. 划伤

轻微的划伤,可在伤口处涂上红药水。伤口内若有玻璃碎片,应先取出,然后涂上红药水、洒上消炎粉并用纱布包扎。如果伤口被污染,可先用 3% H_2O_2 液洗涤伤口。若伤口较深、出血过多时,应立即送医院救治。

2. 酸液腐蚀致伤

如遇酸液洒到皮肤上时,先用大量清水冲洗,然后用饱和 NaHCO_3 溶液(肥皂水也可以)冲洗,再用清水冲洗,然后外敷 ZnO 软膏。酸液溅入眼中时,应先用大量清水冲洗,再用 2% $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 溶液洗眼,最后用蒸馏水冲洗。

3. 碱液腐蚀致伤

当碱液洒到皮肤上时,先用大量清水冲洗,再用 2% HAc 溶液冲洗,最后用清水冲洗干净,并涂敷硼酸软膏。碱液溅入眼内时,先用大量清水冲洗,再用 3% H_3BO_3 溶液冲洗,最后用蒸馏水冲洗。

4. 触电

触电时,先切断电源,再进行救治。

四、火灾的预防及处理

(一) 在使用易燃液体(乙醚、苯、丙酮、石油醚、乙酸乙酯、酒精等)时的注意事项

(1) 应远离火源,不能使用明火加热。

(2) 蒸馏易燃的有机物时,装置不能漏气,如发现漏气时,应立即停止加热,检查原因并及时处理。从蒸馏装置接液管出来的尾气的出口应远离火源。

(3) 易挥发、易燃废液,倒入水池中,立即用水冲洗。

(二) 实验过程中着火时采取的措施

1. 防止火势蔓延

(1) 停止加热,立即熄灭火源。

(2) 拉下电闸,切断电源。

(3) 把一切可燃物质和易燃易爆物质移至远处。

2. 灭火

一般物质燃烧要有空气并达到一定温度,所以灭火一般均采用降温和使燃烧物质与空气隔绝的方法。

化学实验室常用的灭火方法有:

(1) 小面积着火可用水、湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物来灭火。火势较大时可用泡

沫灭火器灭火。对油类、有机物的燃烧,切勿用水灭火。因为大多数有机物不溶于水,相对密度又小于水,因此用水不仅不能灭火,反而会扩大燃烧面积,使火势蔓延。

(2) 精密仪器或电线着火应当用四氯化碳灭火(CCl_4 沸点低,相对密度大,不会被引燃),把 CCl_4 喷射于燃烧物的表面, CCl_4 液体迅速气化,覆盖于燃烧物上,使燃烧物与空气隔绝而灭火。也可用干粉灭火器灭火。

(3) 金属或有机溶剂燃烧时,可用沙子或石棉布灭火。

(4) 衣服着火时应立即用湿毯子、湿麻袋之类蒙盖在着火者身上,切不要慌张跑动,否则加强气流流动,导致燃烧加剧。

3. 报警

必要时报火警。

(刘景英 梁 坚)

第二章 化学实验技术与基本操作

一、玻璃仪器的洗涤

(一) 洗涤要求

玻璃仪器洗涤干净的标准是仪器内壁不附挂水珠。

常用洗涤剂有去污粉、洗衣粉、铬酸洗液、碱性洗液或合适的化学试剂。

(二) 洗刷方法

1. 刷洗

用毛刷蘸取去污粉或洗衣粉来回柔力刷洗仪器内壁,然后用自来水冲洗,最后用蒸馏水冲洗 2~3 次。

2. 洗液洗

对某些口小、管细的仪器,常采用加入少量洗液浸润仪器内部各部位,来回转动数圈后,将洗液倒回原瓶,再用水冲洗干净。

若用洗液将仪器浸泡一段时间或采用热洗液洗涤,则效果更好。洗液可反复使用,洗液若变为绿色(重铬酸钾还原为硫酸铬的颜色),则失去去污能力。

3. 常见污物的去除方法

(1) 污物为 MnO_2 、 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 等,可用盐酸或酸性还原剂处理。

(2) 容器内壁附有污物硫磺,可用煮沸的石灰水洗涤,原理为:



(3) 附在器壁的银或铜,可用硝酸处理;难溶银盐,可用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液洗涤。

(4) 煤焦油迹可用浓碱液浸泡,然后用水冲洗。

(5) 蒸发皿或坩埚内污迹可用硝酸或王水洗涤。

(6) 研钵内污物可放入少量食盐研洗。

二、试剂和试剂的取用

(一) 固体试剂的取用规则

1. 取用

用干净的药匙取用固体试剂,取出后立刻盖好瓶塞。

固体试剂的取法见图 2-1。



图 2-1 固体试剂的取法

(a) 用药匙(容器要干燥);

(b) 用纸槽

2. 多余试剂处置

取用固体试剂时,多余的药品不能倒回原瓶,可放入指定回收容器中,以免将杂质混入原装瓶中。

3. 称取

用台秤称取固体试剂时,能称准至 0.1g,操作步骤如下:

(1) 零点调整:使用台秤前需将游码置于游码标尺的零处,检查指针是否停在刻度盘的中间位置,如指针不在中间位置,可调节平衡调节螺丝。

(2) 称重:被称物体不能直接放在天平盘上称重,应根据情况将称量物体放在称量纸上或表面皿上(不能用滤纸)。具有腐蚀性、强氧化性或易潮解的固体应放在密闭玻璃容器内称量。台秤不能称热的物体。

称量时,左盘放被称量物体,右盘放砝码。增加砝码时用镊子按从大到小顺序添加,5g 以内可移动游码,直至指针指示的位置与零点相符,偏差不超过一格,此时指针所停的位置称为停点,砝码的质量加上游码所示的质量数,就是称量物体的质量。

(3) 称量完毕,应将砝码放回盒内,游码移至游标刻度尺“0”处,托盘叠放在一侧,以免台秤摇动。

(二) 液体试剂的取用规则

(1) 从滴瓶中取用试剂时,滴管不能触及所用容器器壁,以免沾污,滴管要专管专用,且不能倒置。

(2) 量取液体体积不要求十分准确时,可利用滴管滴数估计体积。

(3) 取用细口瓶中的液体试剂,瓶上贴有标签处朝向手心,试剂应沿着洁净的容器壁或玻璃棒流入容器。

(4) 量取液体时,视线应与溶液弯月面最低处保持水平,偏高或偏低都会造成误差。

取用液体试剂具体方法见图 2-2、图 2-3、图 2-4。

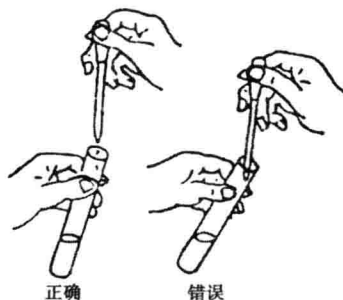


图 2-2 滴加法

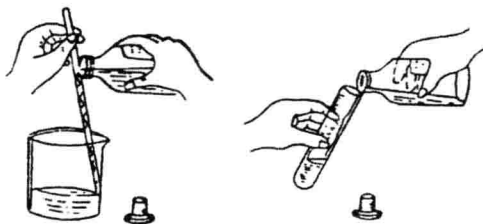


图 2-3 倾注法

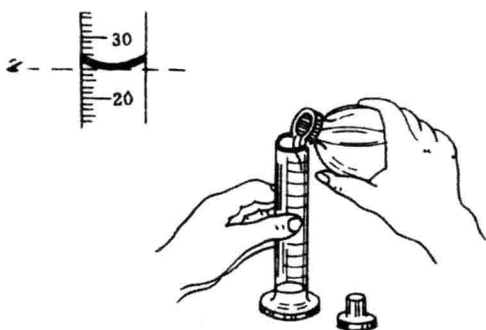


图 2-4 用量筒量取溶液

三、滴定分析常用仪器的使用

(一) 容量吸管和刻度吸管的使用

容量吸管(又称移液管)和刻度吸管是用于准确移取一定体积溶液的量出式玻璃量器。

容量吸管是中间有一膨大部分(称为球部)的玻璃管(见图 2-5),球部上下为较细的管颈,管颈上部刻有一标线,球部刻有体积和温度。常用的容量吸管有 5ml、10ml、25ml、50ml 等规格。

刻度吸管(亦称分度吸量管)是带有分刻度的玻璃管(见图 2-6)。

刻度吸管的规格有很多,有完全流出式和不完全流出式,常用的有 1ml、2ml、5ml、10ml 等规格。

容量吸管和刻度吸管按其容量精度分为 A 级和 B 级。



图 2-5 容量吸管



图 2-6 刻度吸管

1. 洗涤和使用方法

(1) 洗涤:通常使用铬酸洗液洗涤,必要时可先浸泡,然后用自来水冲洗干净,再用蒸馏水洗涤 3 次。洗净的吸管内壁及下端的外壁均不挂水珠。用滤纸片将下端流液口内外残留的水擦掉。

(2) 润洗:移取溶液之前,应先用欲移取的溶液润洗吸管 3 次,以确保被移取的溶液浓度不变。方法是:用洗耳球吸入少量溶液,立即用右手食指按住管口(尽量勿使溶液回

流,以免稀释),将管横过来,转动吸管并使溶液布满全管内壁,当溶液流至距上口 2~3cm 时,将管直立,使溶液由尖嘴(流液口)放出,弃去。

(3) 移取:用吸管自其他容器中移取溶液时,应以右手拇指及中指拿住管颈刻度以上的地方(后面二指依次靠拢中指),将吸管插入溶液中的适当深度(一般为 1~2cm),左手拿洗耳球,排除空气后紧按在移液管口上,慢慢松开左手,使溶液吸入管中,当液面升至刻度以上时,迅速用右手食指堵住管口,使管中液体不致流出。

将已吸满液体的吸管提离液面,保持垂直,将容器倾斜约 30°,让吸管下端靠在容器内壁上,同时提高到吸管标线与眼睛在同一水平线上。稍松食指,用拇指及中指轻轻捻转管身,使液面缓慢下降至液体弯月面最低点与标线相切,即紧按管口,使溶液不再流出。将吸管移入准备接收溶液的容器中,仍使其流液口接触倾斜的器壁,保持吸管垂直,松开食指,使溶液自由地沿壁流下(见图 2-7)。流完之后,再等待 15 秒左右,然后拿出吸管,放在专用管架上。

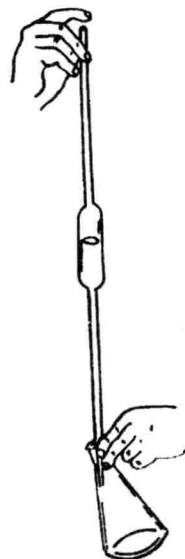


图 2-7 容量吸管放出溶液操作

2. 注意事项

(1) 吸管插入液面下的部分不可太深,以免管的外壁沾带溶液过多;也不要插得太浅,以免液面下降时吸空;更不能把管尖搁在盛液容器底面上,因为这样不仅不易吸上来,且易碰损管尖。

(2) 吸管上端管口部分及右手食指,均应保持干燥,不要被水或溶液沾湿,否则,放液时不能自如控制液面下降。

(3) 放液过程中,吸管应始终保持垂直,其流液口应接触倾斜的器壁(不可接触下面的溶液)并保持不动,等待 15 秒。

(4) 残留于管口的一点溶液绝对不可用外力使其震出或吹出,因为校正吸管时,已考虑了末端残留溶液的体积。

使用产品上标有“快”字或“吹”字的吹出式刻度吸管时,液面降至流液口静止后,随即将最后一滴残留液一次吹出。

(5) 由于刻度吸管的容量精度低于容量吸管,所以在移取 2ml 以上固定量溶液时,应尽可能使用容量吸管。若使用刻度吸管,尽可能在同一实验中使用同一刻度吸管的同一段。

(二) 容量瓶的使用

容量瓶是细颈梨形平底玻璃瓶,由无色或棕色玻璃制成,带有磨口玻璃塞或塑料塞,颈上有一标线,瓶上标有它的容积和测定该容积时的温度,表示在所指温度下(一般为 20℃),当液体充满到标线时,液体体积恰好与瓶上所注明的体积相等。

容量瓶均为量入式,颈上应标有“In”字样。精度级别分为 A 级和 B 级,国家有规定的容量的允差(此处略),即容量瓶是经过校正用于定量分析的器皿,在一般情况下,它能满足滴定分析有效数字的要求。

容量瓶的主要用途是配制准确浓度的溶液或定量地稀释溶液。它常和容量吸管配合

使用,可把配成溶液的某种物质分成若干等份。

通常用的容量瓶有 25ml、50ml、100ml、250ml、500ml、1000ml 等规格。

1. 容量瓶的使用方法

(1) 查漏:容量瓶使用前应检查是否漏水。方法是:容量瓶中加水至刻度附近,倒立 2 分钟,观察瓶塞周围是否有水渗出。如不漏,将瓶直立,把瓶塞旋转约 180° ,再检查一次,合格后用橡皮筋或塑料绳将瓶塞和瓶颈上端拴在一起,以防摔碎或与其他瓶塞搞乱。

(2) 洗涤:尽可能只用自来水冲洗,不用刷子。如果其内壁沾有油脂性污物等,用自来水不能洗去时,则选用合适的洗涤液洗涤,必要时可浸泡一段时间。通常选用铬酸洗液清洗内壁,然后用自来水、蒸馏水依次洗净。

(3) 配制溶液:

1) 配制溶解热不大的液体物质溶液,可直接在容量瓶中进行。

2) 配制固体物质(一级标准物质或被测样品)或溶解热较大的液体物质溶液,应先将溶质在烧杯中溶解后,冷至室温,再转入容量瓶中。其操作方法如图 2-8 所示。

转移时要使溶液沿玻璃棒流入瓶中(亦称导流法)。烧杯中的溶液倒尽后,烧杯不要直接离开玻璃棒,而应在烧杯扶正的同时使杯嘴沿玻璃棒上提 1~2cm,随后烧杯即离开玻璃棒,这样可避免杯嘴与玻璃棒之间的一滴溶液流到烧杯外面。然后再用少量蒸馏水(或其他溶剂)涮洗烧杯壁和玻璃棒 3~4 次,按同样的方法移入瓶中。

3) 当溶液达 $2/3$ 容量时,应将容量瓶沿水平方向轻轻摇动几周以使溶液初步混匀。再加水至刻度以下约 1cm 处,等待 1~2 分钟。最后用滴管从刻线以上约 1cm 以内的一点沿颈壁缓缓加水直至弯月面最低点与标线上边缘水平相切为止,视线应在同一水平面。随即盖紧瓶塞,如图 2-9 所示。将容量瓶颠倒 15 次以上,每次颠倒时都应使瓶内气泡升到顶部,倒置时应水平摇动几周,如此重复操作,可使瓶内溶液充分混匀。

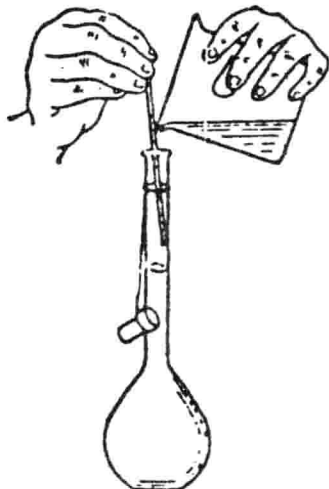


图 2-8 定量转移操作

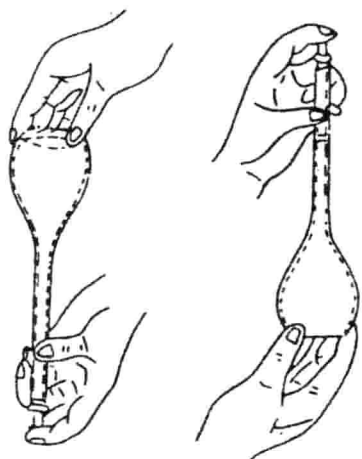


图 2-9 容量瓶的使用

2. 使用容量瓶应注意事项

(1) 容量瓶不可用任何方式加热。

(2) 对容量瓶材料有腐蚀作用的溶液,尤其是碱性溶液,不能在容量瓶中久贮。配好

后应转移到其他干燥容器中密闭存放。

(3) 装有碱液(如 NaOH)的容量瓶,不可使用玻璃塞。

(三) 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,它是具有精确刻度而内径均匀的细长的玻璃管。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。另外,还有容积为 10ml、5ml、2ml、1ml 的半微量或微量滴定管。

滴定管一般分为两种:酸式滴定管和碱式滴定管,如图 2-10 所示。酸式滴定管下端有玻璃活塞开关,用来装酸性溶液或氧化性溶液,不宜盛碱性溶液,因为碱性溶液能腐蚀玻璃,使活塞难于转动。

碱式滴定管的下端连接一橡皮管,管内有玻璃珠以控制溶液的流出,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 、 AgNO_3 等不能装在碱式滴定管中。

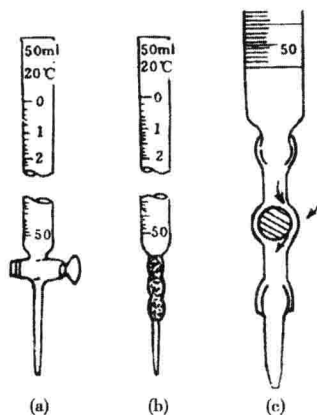


图 2-10 滴定管

- (a) 酸式滴定管
- (b) 碱式滴定管
- (c) 碱式滴定管

1. 滴定管使用前的准备

(1) 滴定管的洗涤步骤如下:

1) 每次倒入 10~15ml 铬酸洗液^①于酸式滴定管中(碱性滴定管可用 NaOH 乙醇溶液^②洗涤),两手平持滴定管,边转边向管口倾斜,使洗液布满全管内壁,然后打开旋塞,将洗液放回原来盛放洗液的瓶中。若油污严重,管内装满洗液浸泡 20~30 分钟,然后将洗液放回原瓶中。

2) 用自来水冲洗滴定管,若是酸式滴定管,应洗至流出液不显黄色为止。

3) 用蒸馏水润洗 3 次。对于 50ml 滴定管,每次用蒸馏水约 10ml,两手平持滴定管边转边向管口倾斜,使水布满全管内壁,然后将水由下端放出。

(2) 旋塞涂油:酸式滴定管使用前应检查旋塞转动是否灵活,旋塞缝隙是否漏液。如不合要求,应取下旋塞用吸水纸擦净旋塞和旋塞套内壁,然后如图 2-11 所示,用手指蘸少量凡士林在旋塞两端,沿圆周涂上薄薄一层,在离旋塞孔较近的两旁要少涂,以免凡士林堵塞旋塞孔。

将旋塞插入旋塞套内,向一个方向转动旋塞,见图 2-12,直至旋塞中油膜均匀透明。如果发现转动不灵活或旋塞上出现纹路,表示凡士林涂得不够;若有凡士林从旋塞缝内挤出,或旋塞孔被堵,表示凡士林涂得太多。遇到这些情况,都必须把旋塞和旋塞套内壁擦干净后重新涂凡士林。涂凡士林后,用橡皮圈将旋塞缠好,以防旋塞脱落打碎。最后经过试漏,即可使用。

① 铬酸洗液配制法:称取 10g 粉末状工业用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 或 $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 置于烧杯中,先用少量蒸馏水溶解,在不断搅拌下,缓缓加入 200ml 工业用浓 H_2SO_4 ,待溶解并冷却后,保存于试剂瓶中。

② NaOH 乙醇溶液:称取工业用 NaOH 20g 置于烧杯中,加蒸馏水 250ml,待溶解并冷却后,用工业酒精稀释到 1:1 浓度,保存于试剂瓶中。

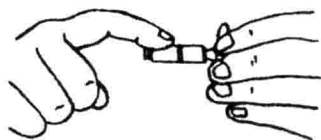


图 2-11 旋塞涂油

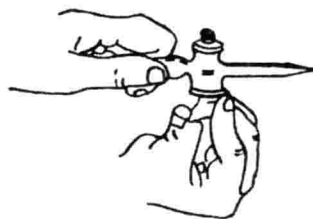


图 2-12 旋转旋塞

碱式滴定管应选择大小合适的玻璃珠和橡皮管,并应检查是否漏液,液滴能否灵活控制。



图 2-13 排除气泡

(3) 滴定剂的装入:为了避免装入后的滴定剂(标准溶液或待测溶液)被稀释,应先用此种溶液 5~10ml 润洗滴定管 2~3 次,其操作与蒸馏水润洗时相同。在装入滴定剂时,应直接倒入,不得借用任何别的器皿,以免滴定剂浓度改变或造成污染。装好滴定剂后,注意检查滴定管尖嘴内有无气泡,否则在滴定过程中,气泡逸出,会影响溶液体积的准确测量。对于酸式滴定管可迅速转动活塞,使溶液很快冲出,将气泡带走。对于碱式滴定管可把橡皮管向上弯曲,挤动玻璃珠,使溶液从尖嘴处喷出,即可排出气泡,见图 2-13。排出气泡后装入滴定剂,使之在“0”刻度以上,再调节液面在 0.00ml 刻度处,备用。如液面在 0.00ml 附近时,则应记下初读数。

2. 滴定操作

(1) 滴定操作方法:滴定最好放入锥形瓶中,有时也可以放入烧杯中,滴定操作如图 2-14 所示。使用酸式滴定管时,用左手控制滴定管的旋塞,大拇指在前,食指和中指在后,手指略弯曲,轻轻向内扣住旋塞,无名指和小指自左向右抵住滴定管下端,手心空握,这样可以控制旋塞不至于向右松动而造成漏液。需按反时针方向转动旋塞时,拇指向上顶,食指向下按,就能控制旋塞转动到合适的角度。拇指向下按,中指向上顶时,旋塞就可做顺时针方向转动。右手握持锥形瓶,边滴边摇动,向同一方向做小幅度的圆周运动。刚开始滴定,溶液滴出的速度可以稍快些,但也不能使溶液成流水状放出。滴定速度一般控制在每秒 3~4 滴,临近终点时,滴定速度要减慢,应一滴或半滴地加入。滴一滴摇几下,并用洗瓶排出少量蒸馏水冲洗锥形瓶内壁,使附着的溶液全部流下,然后摇动锥形瓶,滴定至终点。半滴的滴法是将滴定活塞稍稍转动,使有半滴溶液悬于管口,将锥形瓶内壁与管口相接触,使液滴流出,并用蒸馏水冲下。

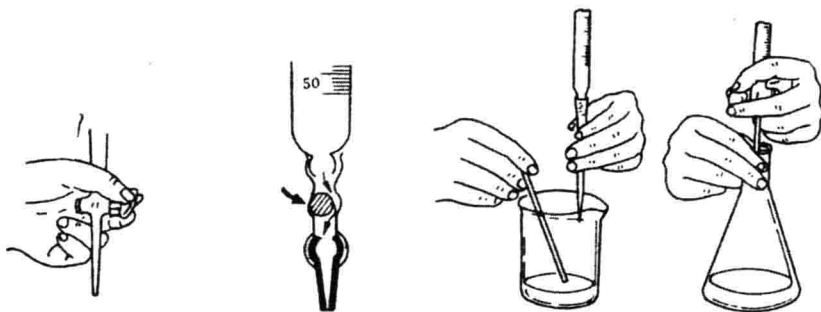


图 2-14 滴定操作

使用碱式滴定管时,左手拇指在前,食指在后,捏在橡皮管中玻璃珠部位稍上处,捏挤橡皮管使其与玻璃珠之间形成一条缝隙,溶液即可流出,并可用捏力大小调节流量。但注意不可使玻璃珠在橡皮管内上下移动,以免进入空气形成气泡。

(2) 读数:由于滴定管读数不准确而引起的误差,常常是滴定分析误差的主要来源之一,因此在滴定前应进行读数练习。

滴定管应垂直地固定在滴定管架上。由于表面张力的作用,滴定管内的液面呈弯月形。无色溶液的弯月面比较清晰,而有色溶液的弯月面清晰度较差。因此,两种情况的读数方法稍有不同。为了正确读数,应遵守下列原则:

1) 注入溶液或放出溶液后,须等 1~2 分钟,使附着在内壁上的溶液流下来以后才能读数。

2) 无色或淡色溶液读数时,读取与弯月面相切的刻度。见图 2-15(a)对于有色溶液,如 KMnO_4 、 I_2 溶液等,读取视线与液面两侧的最高点呈水平处的刻度。

3) 使用“蓝带”滴定管时,溶液体积的读数与上述方法不同。在这种滴定管中,液面呈现三角交叉点,读取交叉点与刻度相交之点的读数。见图 2-15(b)。

4) 每次滴定前应调节液面在刻度 0.00ml 或“0”稍下的位置,这样可以消除因滴定管刻度不均所造成的误差。

5) 读数必须准确读到小数点后第一位,而且要求估计到 0.01ml。

6) 为了读数准确,可采用读数卡,这种方法有助于初学者练习读数。读数卡可用黑纸或涂有墨的长方形(约 $3 \times 1.5\text{cm}^2$)的白纸制成。读数时,将读数卡放在滴定管背后,使黑色部分在弯月面下的 1mm 处,此时即可看到弯月面的反射层为黑色,然后读与此黑色弯月面相切的刻度。见图 2-15(c)。

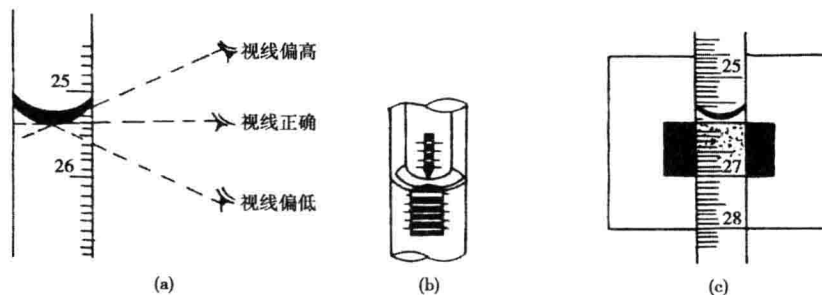


图 2-15 读数

四、玻璃管加工和塞子钻孔

在有机化学实验特别是合成实验中,除要用到玻璃仪器外,常常要用到不同规格和形状的玻璃管和塞子等附件,这些附件往往应根据需要自己制作。因此,掌握玻璃管的加工和塞子的选用及钻孔的方法是进行有机化学实验必不可少的基本操作。

(一) 简单玻璃加工操作

1. 玻璃管的截断

需要加工的玻璃管均应是干燥、洁净的。加工前的玻璃管应视实验要求可用自来水