

国家卫生和计划生育委员会“十三五”规划教材配套教材

全国高等学校配套教材

供预防医学类专业用

卫生化学 实验

第 2 版

主 编 李 磊

副主编 齐燕飞

徐向东

邹晓莉

国家卫生和计划生育委员会“十三五”规划教材配套教材

全国高等学校配套教材

供预防医学类专业用

卫生化学实验

第2版

主 编 李 磊

副主编 齐燕飞 徐向东 邹晓莉

编 者 (以姓氏笔画为序)

丁 萍 中南大学湘雅医学院

李 磊 南京医科大学

王 晖 首都医科大学

邹晓莉 四川大学

王茂清 哈尔滨医科大学

陈红红 广东药科大学

王曼曼 华北理工大学

孟佩俊 包头医学院

危丽俊 南昌大学

徐 坤 吉林大学

齐燕飞 吉林大学

徐向东 河北医科大学

图书在版编目(CIP)数据

卫生化学实验/李磊主编.—2版.—北京:人民卫生出版社,
2017

全国高等学校预防医学专业第八轮规划教材配套教材

ISBN 978-7-117-24530-2

I. ①卫… II. ①李… III. ①卫生学-分析化学-实验-高等
学校-教材 IV. ①R113-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第117748号

人卫智网	www.ipmph.com	医学教育、学术、考试、健康, 购书智慧智能综合服务平台
人卫官网	www.pmph.com	人卫官方资讯发布平台

版权所有,侵权必究!

卫生化学实验

第2版

主 编:李 磊

出版发行:人民卫生出版社(中继线 010-59780011)

地 址:北京市朝阳区潘家园南里19号

邮 编:100021

E-mail: pmph@pmph.com

购书热线:010-59787592 010-59787584 010-65264830

印 刷:保定市中华美凯印刷有限公司

经 销:新华书店

开 本:787×1092 1/16 印张:13

字 数:273千字

版 次:2012年8月第1版 2017年7月第2版

2017年7月第2版第1次印刷(总第9次印刷)

标准书号:ISBN 978-7-117-24530-2/R·24531

定 价:28.00元

打击盗版举报电话:010-59787491 E-mail: WQ@pmph.com

(凡属印装质量问题请与本社市场营销中心联系退换)

前 言

《卫生化学实验》(第2版)是《卫生化学》(第8版)的配套教材。卫生化学是一门实践性很强的学科,实验教学是该学科非常重要的组成部分。通过卫生化学实验课程的教学,可以使學生加深理解卫生化学的基本理论,熟练掌握卫生化学实验操作基本技能,为将来从事科学研究和卫生分析化学工作打下良好基础。根据2016年5月在石家庄召开的《卫生化学》(第8版)教材编写会议精神,编委会制定了《卫生化学实验》(第2版)编写大纲。本教材紧紧围绕卫生化学分析理论和方法,结合卫生化学实验的特点和公共卫生岗位胜任力人才培养需要,首先介绍了实验室基础操作、安全知识、实验室管理及实验室资质认定等内容,以强化学生遵守实验室规则,规范基本操作技能,了解卫生分析工作的质量保证体系和实验室管理的基本法规。在后续的实验内容中,主要选择了环境(空气、水)、食品和生物材料(血液、尿液)等样品中与卫生健康相关的物质进行分析。为了提升学生对多种卫生分析检测方法的选择和判断能力、卫生学安全综合评价能力,进一步培养学生独立解决实际问题的能力以及创新能力,本教材在一系列经典的验证性实验的基础上,编排了以问题为中心的综合性实验和以系统原理为中心的设计性实验。

全书共分四章,包括39个实验、6类仪器的性能及使用说明和6个附录。其中,基础验证性实验27个、综合性实验8个、设计性实验4个,分别占全部实验内容的70%、20%和10%。部分验证性实验主题内容后面附有主要实验仪器的使用与维护要求。本教材基本涵盖了理论教材的全部内容,每类实验方法都包括了可供选择的具体实验内容,各高校和用书单位可根据实验室实际条件进行选择。本教材的编者都是多年从事卫生化学实验教学的教师,撰写的内容都经过了实践验证,汇集了编者们的丰富实际经验,具有较强的实用性和可操作性。

本书可作为高等学校预防医学专业的实验教材、《卫生化学》配套教材,也可作为卫生检验与检疫专业、药学专业、临床检验专业和化学等其他专业相关课程的实验教材,还可作为各级卫生相关部门及产品质量监督检验实验室技术人员的参考用书。

本书编写过程中得到了河北医科大学康维钧教授、哈尔滨医科大学杜晓燕教授，以及参编院校领导和同仁的大力支持，在此一并致以衷心的感谢。

由于编者水平有限，书中难免有疏漏甚至错误之处，恳请读者批评指正。

李 磊

2017年3月

目 录

1 第一章 卫生化学实验基础

一、卫生化学实验目的和基本要求	1
二、卫生化学实验常用基本操作	2
三、实验数据的记录、处理和实验报告	10
四、实验室管理基本知识	12
五、卫生化学实验室意外事故与处理	16
六、实验室资质认定和国家实验室认可	18

25 第二章 验证性实验

第一节 紫外-可见分光光度法	25
实验一 紫外-可见分光光度计主要性能检定	25
实验二 邻菲罗啉分光光度法测定微量铁	30
实验三 紫外分光光度法测定蛋白质的含量	32
实验四 紫外分光光度法测定水中硝酸盐氮	34
第二节 分子荧光分析法	36
实验五 荧光分光光度计主要性能检定	36
实验六 荧光分光光度法测定维生素 B ₂ 含量	40
第三节 原子吸收分光光度法	42
实验七 原子吸收分光光度计主要性能检定	42
实验八 原子吸收光谱法分析条件的选择	46
实验九 火焰原子吸收分光光度法测定发/血清中锌含量	48
实验十 石墨炉原子吸收法测定血/酒中铅含量	50
第四节 原子荧光光谱法	51
实验十一 流动注射-氢化物发生-原子荧光光谱法测定硒	52

实验十二	原子荧光光谱法同时测定样品中砷和汞	54
附 2-1	原子荧光分光光度计的性能、使用与维护	56
第五节	电感耦合等离子体原子发射光谱法	56
实验十三	电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定水/发中 多种元素	57
附 2-2	电感耦合等离子体原子发射光谱仪的性能、使用与维护	59
第六节	电化学分析法	60
实验十四	pH 玻璃电极性能检查及溶液 pH 测定	61
实验十五	电导法测定水的纯度	65
实验十六	离子选择电极法测定水中的微量氟离子	67
实验十七	阳极溶出伏安法测定水中痕量铅和镉	70
第七节	气相色谱法	73
实验十八	二硫化碳萃取-气相色谱法测定水中苯系物	73
实验十九	顶空气相色谱法测定血中乙醇含量	75
实验二十	化妆品中甲醇含量的测定	78
实验二十一	气相色谱外标法测定车间空气中的苯系物	79
附 2-3	气相色谱仪的性能、使用与维护	80
第八节	高效液相色谱法	82
实验二十二	高效液相色谱法测定尿中马尿酸和甲基马尿酸	82
实验二十三	高效液相色谱法测定饮料中山梨酸、苯甲酸和 糖精钠	84
附 2-4	高效液相色谱仪的性能、使用与维护	86
第九节	离子色谱法	88
实验二十四	离子色谱法测定水中常见的阴/阳离子	88
附 2-5	离子色谱仪的性能、使用与维护	92
第十节	质谱法及联用技术	96
实验二十五	电感耦合等离子体质谱法同时测定水中痕量 金属元素	96
实验二十六	气相色谱-质谱法测定水中的有机磷农药	100

实验二十七 高效液相色谱-质谱法测定牛奶中氯霉素残留量	103
附 2-6 质谱仪及联用设备的性能、使用与维护	105

111 第三章 综合性实验

实验二十八 食品中铅的测定与评价	111
实验二十九 饮料中人工合成甜味剂的检测与评价	119
实验三十 生活饮用水挥发酚和重金属的检测与评价	125
实验三十一 腌制品中亚硝酸盐的测定与评价	136
实验三十二 样品中邻苯二甲酸酯类化合物检测与评价	144
实验三十三 食品中 N-二甲基亚硝胺测定与评价	153
实验三十四 环境中二硫化碳的检测与评价	162
实验三十五 食品中汞化学形态分析与评价	168

175 第四章 设计性实验

实验三十六 化妆品中限用或禁用物质检验方法设计与评价	175
实验三十七 茶叶中微量元素/多酚类化合物溶出特性测定	178
实验三十八 饮用水源水中有机污染物的分离与鉴定	180
实验三十九 多环芳烃暴露的生物标志物检测与评价	181

185 附录

附录一 常用溶液的配制	185
附录二 弱酸、弱碱在水溶液中的解离常数(25℃)	188
附录三 标准电极电位(25℃)	190
附录四 难溶化合物溶度积常数(25℃)	192
附录五 不同纯度水的电阻率(25℃)	192
附录六 常用化合物相对分子量表	193

195 推荐阅读

卫生化学实验基础

一、卫生化学实验目的和基本要求

卫生化学是一门实践性很强的学科,实验操作是其中重要的内容。卫生化学实验是将卫生化学原理和技术进行验证、综合、评价并培养实践创新能力的过程。卫生化学实验课的目的是进一步实践卫生化学中所学到的各种理化分析方法和仪器操作技能,通过理论与实践相结合的方式,加深对卫生化学基本概念和基本理论的理解,正确地掌握卫生检验中的基本操作,为完成环境、食品和生物材料等样品的卫生分析测定及卫生学评价打下良好的实验操作基础。

在卫生化学实验课教学中,要培养学生实事求是的科学态度、严谨细致的工作作风和标准规范的基本操作技能,为此,要求学生做到以下几点:

1. 充分准备 实验前认真预习实验内容,明确实验目的与要求,理解实验原理,了解实验步骤及注意事项,做好各项准备工作,以保证实验达到预期效果。如果是综合性或设计性实验,实验前还要检索、查阅相关分析方法及卫生学标准,为综合实验方法的选择、卫生学评价及实验方案设计准备必要的资料。

2. 遵守规则 进入实验室后,要严格遵守实验室规则,保持实验室安静与整洁,爱护仪器设备,注意水、电及用气安全。开展综合性实验时,可能涉及多种仪器、多个实验室,也可能安排多种仪器的联用,应强化实验秩序和学生间的协作。进行设计性实验时,因涉及样品采集,应注意室内实验及室外实验的结合,合理安排实验时间和场所。

3. 严格操作 实验过程中要严格按照操作规程规范操作,使用仪器要严格按照说明书进行。开展综合性或设计性实验时,应注意关注不同的样品处理及实验操作方法间的异同,为方法学评价奠定基础。必要时,可结合具体实验内容,制订实验操作的标准操作规程。

4. 规范记录 要认真观察实验现象,详细准确记录实验过程、实验条件、实验现象和测量数据。卫生化学实验记录应注意其原始性,记录不能涂改(必要时,只能划改)。要边做

边记,及时记录,不能产生实验后的“回忆性”记录。实验记录信息要全面,注重记录完整性。同时注意系统性和客观性,不能将主观的臆断和推测结果进行记录,保证实验记录的真实性和准确性。

5. 实验整洁 实验完毕后,按照规定程序关闭仪器,认真填写使用登记。将所用设备、器材清洗干净,放在指定位置。如有器材破损应如实填写破损记录。整理好实验台,请指导教师检查认可后方可离开实验室。

6. 认真报告 实验结束后,根据实验记录的项目写好实验报告,按照规定时间提交教师批阅。报告是实验的产品,不同的实验类型要求有不同形式的实验报告。

二、卫生化学实验常用基本操作

(一) 玻璃器皿的洗涤

玻璃器皿是卫生化学实验课中最基本、最常用的器材,包括烧杯、容量瓶、移液管、量筒与量杯、三角烧瓶、滴定管、漏斗、比色管、表面皿和蒸发皿、称量瓶及各种试剂瓶等。玻璃器皿的清洁与否直接影响实验结果的准确度与精密度。不洁净的器皿常会因残留的杂质而影响分析结果的正确性。因此,玻璃器皿的洗涤是一项非常重要的操作。洗涤的目的是去除污垢,同时还必须注意不能引入任何干扰物质。洗涤后的玻璃器皿应清洁透明,内外壁能被水均匀地润湿且不挂水珠,晾干后不留水痕。

1. 常用洗涤方法

(1) 用去污粉、合成洗涤剂或肥皂洗涤:有些玻璃器皿如烧杯、试剂瓶、锥形瓶、量筒、试管、离心管等可用毛刷蘸洗涤剂、去污粉或肥皂对器皿内、外壁直接刷洗,然后用自来水冲洗干净,再用蒸馏水冲洗内壁三次。分别用自来水、蒸馏水冲洗器皿时,应将水顺壁振荡冲洗,然后倒净洗涤水后再进行下一次冲洗。蒸馏水冲洗时应按少量多次的原则,即每次少量用水,分多次冲洗。

具有精确刻度的器皿如移液管、容量瓶、吸量管、滴定管、刻度比色管等,为了保证容量的准确性,不宜用毛刷刷洗,可配制1%~3%的洗涤剂溶液浸泡,再用水冲洗;如仍洗不干净,可用其他方法清洗。

(2) 用铬酸洗液洗涤:洗涤时待洗器皿内壁尽可能干燥,再倒入或吸入适量铬酸洗液,转动器皿使其内壁被洗液浸润,然后用自来水冲洗干净。如果器皿内污垢较严重,可用洗液浸泡一段时间。经洗液洗涤后的器皿,第一次应该使用少量的自来水冲洗,并将此液进行处理。使用过的洗液可倒回原盛放瓶,仍可反复使用(若洗液颜色变绿,则不可再用)。如果用热的洗液洗涤,则去污能力更强。铬酸洗液具有强酸性和强氧化性,对各种污渍均有较好的去污能力。它对衣服、皮肤、橡皮等有腐蚀作用,使用时应特别小心。

(3) 用酸洗液洗涤:根据污垢性质,如水垢和无机盐结垢,可直接使用不同浓度的盐酸、硝酸或硫酸溶液对器皿进行浸泡和洗涤,必要时适当加热,但加热的温度不宜太高,以免酸挥发或分解。灼烧过沉淀的瓷坩埚,用盐酸溶液(1:1)浸泡可有效去除残留物。酸洗适用于洗涤附在容器上的金属(如银、铜、铅等)盐类和一些荧光物质。

盐酸-乙醇(1:2)混合溶液也是一种很好的洗涤液,适用于被有色物质污染的比色皿、吸量管、容量瓶等器皿的洗涤。

(4) 用碱洗液洗涤:碱洗液多为 10% 以上的氢氧化钠、氢氧化钾或碳酸钠溶液。碱洗液适于洗涤油脂和有机物等,可采用浸泡和浸煮的方法。高浓度碱对玻璃有腐蚀作用,接触时间不宜超过 20 分钟。氢氧化钠(钾)的乙醇溶液洗涤油脂的效力比有机溶剂高,但要注意不能与器皿长时间接触。

(5) 用有机溶剂洗涤:适于洗涤聚合体、油脂和其他有机物。根据污物的性质,选择适当的有机溶剂。常用的有丙酮、乙醚、苯、二甲苯、乙醇、三氯甲烷、四氯化碳等。可浸泡或擦洗,效果较好。但有机溶剂昂贵,毒性较大。

无论用上述哪种方法洗涤器皿,最后都必须用自来水将洗涤液彻底冲洗干净,再用蒸馏水或去离子水洗涤三次。

2. 常用洗涤液的配制

(1) 铬酸洗液:称 20g 重铬酸钾,置于 40ml 水中加热使其溶解,放冷。缓缓加入 360ml 浓硫酸(不能将重铬酸钾溶液加入硫酸中),边加边用玻璃棒搅拌。因硫酸溶于水过程中大量放热,硫酸不可加得太快,以防发生意外。冷却至室温,装入磨口试剂瓶中备用。

贮存洗液应随时盖好器皿盖,以免吸收空气中水分而逐渐析出 CrO_3 ,降低洗涤效果。新配制的洗液呈暗红色,氧化能力很强;经长期使用或吸收过多水分即变成墨绿色,表明已经失效,不宜再用。

(2) 酸洗液:常用的纯酸洗液为 1:1 盐酸、1:1 硫酸和 1:1(或 10%)硝酸溶液。根据所需用量,量取一定体积的水放入烧杯中,再取等体积酸或适量酸缓慢倒入水中即可。

(3) 盐酸-乙醇溶液:将盐酸和乙醇按 1:2 的体积比混合即可。

(4) 氢氧化钠-乙醇洗液:称取 120g 氢氧化钠溶解在 100ml 水中,再用 95% 的乙醇稀释至 1L。

3. 超声波清洗 超声波清洗器是一种新型的清洗工具,在实验室中的应用越来越广泛。其工作原理是:超声波清洗器发出的高频振荡信号,通过换能器转换成高频机械振荡,传播到介质清洗液中,使液体流动而产生微小气泡,这些气泡在超声波传播过程中会破裂产生能量极大的冲击波,相当于瞬间产生上千个大气压的高压,这种现象被称为“空化作用”。超声波清洗正是用液体中的气泡产生的冲击波,不断冲击物体表面及缝隙,从而达到全面清洗的效果。

超声波清洗器的最基本组成是超声波发生器、换能器和清洗水槽。目前市场上供应的超声波清洗器种类较多,容量大小从 0.6~20L 不等,可带有定时和功率强弱选择等功能,使用方便。

当用超声波清洗器洗涤玻璃器皿时,应先用自来水初步清洗,然后浸没在超声波清洗液内清洗。玻璃器皿内应充盈洗涤液体,避免局部“干超”,以免器皿破裂。

超声波洗涤玻璃器皿具有以下优点:①无孔不入:由于超声波作用是发生在整个液体内,所有能与液体接触的物体的表面都能被清洗,尤其适宜形状复杂、缝隙多的物件;②无损洗涤:传统的人工或化学清洗常会产生机械磨损或化学腐蚀,而用超声波正确清洗不会使器皿引起损伤。

4. 玻璃器皿的干燥 实验中经常使用的器皿,在每次实验完毕后必须洗净,干燥备用。根据器皿类型和使用要求不同,采用不同的干燥方法。包括晾干、吹干、烘干、用适量有机溶剂干燥等。

(1)晾干:适用于不急用或不易加热的玻璃器皿。将洗净的玻璃器皿倒置或平放在干净架或专用橱内,自然晾干。

(2)烘干:将洗净的玻璃器皿置于烘箱(105~120℃)内烘 1 小时,烘厚壁玻璃器皿、实心玻璃塞时应缓慢升温。

(3)气流烘干机干燥:气流烘干机有加热和吹干双重作用,干燥快速、无水渍、使用方便。试管、量筒等适合用气流烘干机干燥。气流烘干机分无调温和可调温两种类型,可调温型气流烘干机一般可在 40~120℃ 控温。

(4)吹干:适用于要求快速干燥的玻璃器皿。按需要用吹风机热风或冷风吹干。

(5)用有机溶剂干燥:适用于不易加热,需快速干燥的器皿。有些有机溶剂可以和水相溶,用有机溶剂将水带出,然后将有机溶剂挥干。最常用的是乙醇,向容器内加入少量乙醇,将容器倾斜转动,器壁上的水与乙醇混合,然后倾出乙醇和水(必要时,可再加入一次乙醇),将残余的乙醇挥干。若需要可向容器内吹风,加快有机溶剂挥发。

(二) 容量器皿的使用

1. 移液管和吸量管 移液管是用于准确移取一定量体积溶液的量出式玻璃量器,正规名称应为“单标线吸量管”。它的中部有一膨大部分(称为球部),球部的上部和下部均为较细窄的管径,管颈上部刻有标线,球部标有它的容积和标定时温度,如图 1-1(a)所示。常用的移液管有 5ml、10ml、25ml、50ml 等规格。

吸量管是带有分刻度线的玻璃管,如图 1-1(b)所示。可用以移取非整数的小体积溶液。常用的吸量管有 1ml、2ml、5ml、10ml 等规格。

(1)移液管和吸量管的润洗:移取溶液前,移液管或吸量管必须用少量待移溶液润洗内壁

2~3次,以保证溶液吸取后的浓度不变。润洗时,先用吸水纸将管尖内外的水除去(避免稀释待移溶液),用右手拇指和中指拿住管径标线以上的部位,无名指和小指辅助拿住管,管尖插入液面以下。左手拿吸耳球(拇指或示指在球上方),先把球中空气压出,然后将球的尖端接在管口上,慢慢放松吸耳球,吸入溶液至管总体积约三分之一处(不能让溶液回流,以免稀释待移液)(图 1-2)。从管口移走吸耳球,立即用示指按紧管口,将移液(吸量)管从溶液中移出,平放转动,使溶液充分润洗至标线以上内壁,润洗后的溶液从管尖放出,弃掉。重复润洗操作 2~3 次。

(2) 移液管和吸量管移取溶液的操作:将润洗过的移液(吸量)管适度插入待移溶液中,按润洗时的操作方法吸入溶液至管径标线以上,迅速移去吸耳球,立即用右手示指紧按管口,左手改拿盛待移溶液的容器,然后将管取出液面。将容器倾斜约 45° ,右手垂直地拿住移液(吸量)管,使管尖紧贴液面以上的容器内壁,用拇指和中指微微旋转移液管,示指轻微减压,直到液面缓缓下降到与标线相切时再次按紧管口,使溶液不再流出。然后移开待移液容器,左手改拿接收溶液的容器并倾斜约 45° ,此时移液管应垂直,接收容器内壁与管尖紧贴,松开示指让溶液自然流下(图 1-2),待液面下降到管尖,再停 15 秒,靠壁转动一下管尖再取出移液管。如管上注有“吹”字样的移液管,则要将管尖的液体吹出,否则,不要把残留在管尖的液体吹出,因为在校准移液管体积时,没有把这部分液体算在内。

移液管和吸量管使用完毕后,应及时冲洗干净,放回移液管架上。

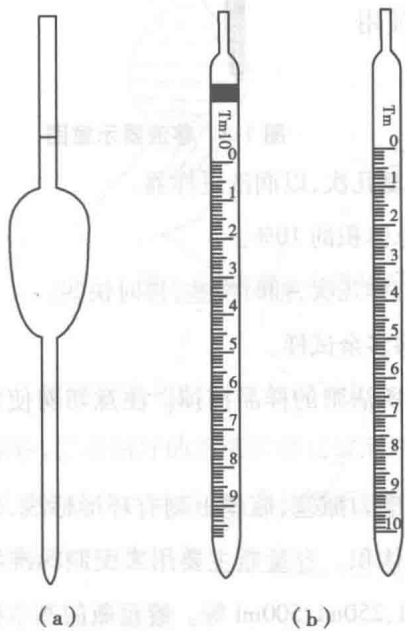


图 1-1 移液管(a)和吸量管(b)示意图

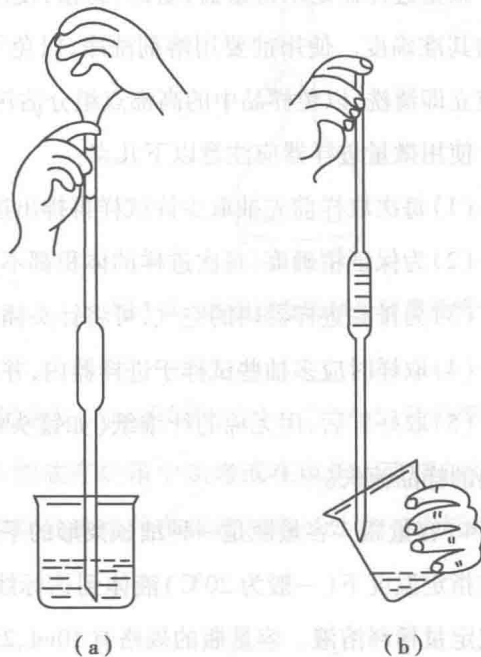


图 1-2 移液管吸取(a)及放出(b)溶液操作

2. 定量及可调移液器

(1) 定量及可调移液器的构造和规格: 移液器是量出式量器, 分定量和可调两种类型。定量移液器是指一支移液器的容量是固定的, 而可调移液器的容量在其标称容量范围内连续可调。移液器由连续可调的机械装置和可替换的吸头组成, 不同型号的移液器吸头有所不同, 实验室常用的移液器根据最大吸用量有 $2\mu\text{l}$ 、 $10\mu\text{l}$ 、 $20\mu\text{l}$ 、 $100\mu\text{l}$ 、 $200\mu\text{l}$ 、 $500\mu\text{l}$ 、 $1000\mu\text{l}$ 等规格(图 1-3)。

(2) 定量及可调移液器的使用: ①根据实验精度选用正确量程的移液器, 当取用体积与量程不一致时, 可通过稀释液体, 增加取用体积来减少误差。②可调移液器调整吸量体积时, 切勿超过最大或最小量程。③吸量液体时, 将吸头套在移液器的吸杆上(必要时可用手辅助套紧, 但要防止由此可能带来的污染), 然后将吸量按钮按至第一挡(first stop), 将吸头垂直插入待取液体中, 深度以刚浸没吸头尖端为宜, 然后慢慢释放吸量按钮以吸取液体。释放所吸液体时, 先将吸头垂直接触在受液容器壁上, 慢慢按压吸量按钮至第一挡, 停留 1~2 秒后, 按至第二挡(second stop)以排出所有液体。④改变吸取溶液时应更换吸头, 使用完毕应卸载吸头存放。

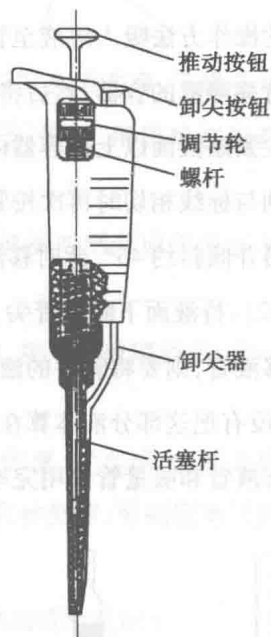


图 1-3 移液器示意图

3. 微量进样器 微量进样器也叫微量注射器。一般有 $1\mu\text{l}$ 、 $5\mu\text{l}$ 、 $10\mu\text{l}$ 、 $25\mu\text{l}$ 、 $50\mu\text{l}$ 、 $100\mu\text{l}$ 等规格, 是进行微量分析, 特别是色谱分析实验中必不可少的取样、进样工具。

微量进样器是精密量器, 易碎、易损, 使用时应细心, 否则会影响其准确度。使用前要用溶剂洗净, 以免干扰样品分析; 使用后应立即清洗, 以免样品中的高沸点组分沾污进样器。

使用微量进样器应注意以下几点:

- (1) 每次取样前先抽取少许试样再排出进样器。如此重复几次, 以润洗进样器。
- (2) 为保证精确度, 每次进样的体积都不应小于进样器总体积的 10%。
- (3) 为排除进样器内的空气, 可将针头插入样品中反复抽排几次, 抽时慢些, 排时快些。
- (4) 取样时应多抽些试样于进样器内, 并将针头朝上排除多余试样。
- (5) 取好样后, 用无棉的纤维纸(如镜头纸)将针头外壁所沾附的样品擦掉。注意切勿使针头内的样品流失。

4. 容量瓶 容量瓶是一种细颈梨形的平底玻璃瓶, 带有磨口瓶塞, 瓶颈上刻有环形标线, 表示在指定温度下(一般为 20°C) 液体到达标线时的标称准确体积。容量瓶主要用来配制标准溶液或定量稀释溶液。容量瓶的规格有 10ml、25ml、50ml、100ml、250ml、500ml 等。容量瓶的基本操作包括:

- (1) 检查是否泄漏: 向容量瓶中加水至标线附近, 盖好瓶盖, 擦干水滴, 左手食指按住瓶塞,

其余手指拿住瓶颈上部,右手拿住瓶底,如图 1-4。将瓶倒立 2 分钟,观察瓶塞周围是否渗水,然后将瓶直立,把瓶塞转动 180° ,再倒立 2 分钟,若仍不渗水即可使用。

(2) 配制溶液:①用固体试剂配制溶液时,首先将准确称量的固体物质置于小烧杯中,加溶剂使其溶解,然后定量转移到预先洗净的容量瓶中。转移溶液的方法如图 1-5 所示。一手拿玻璃棒,并将它伸入容量瓶中;另一手拿烧杯,让烧杯嘴紧贴玻璃棒,慢慢倾斜烧杯,使溶液沿着玻璃棒及瓶颈内壁流入容量瓶中。溶液流完后,在瓶口上方将玻璃棒沿着烧杯嘴向上慢慢提起同时使烧杯直立,将玻璃棒放回烧杯内,用少量溶剂冲洗玻璃棒和烧杯 3~4 次,洗出液按上述方法全部转移入容量瓶中,然后加溶剂稀释。稀释至容量瓶容积的 $2/3$ 时,直立旋摇容量瓶,使溶液初步混合(此时切勿加塞倒立容量瓶)。继续稀释至标线以下约 1cm,等待 1~2 分钟,使附在瓶颈内壁的溶液流下后,改用滴管逐渐加溶剂至弯月面恰好与标线相切(热溶液应冷至室温后,才能稀释至标线)。盖上瓶塞,左手食指按住瓶塞,右手托住瓶底边缘,将瓶倒立,待气泡上升到顶部后,再倒转过来,如此反复多次,使溶液充分摇匀。②定量稀释溶液时,用移液管移取一定体积的浓溶液于容量瓶中,按上述方法加溶剂定容、摇匀即可。

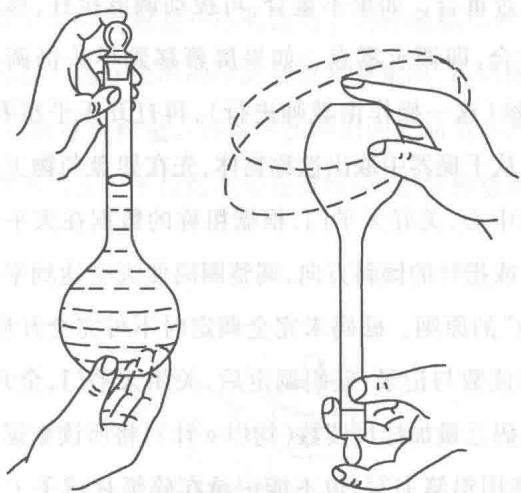


图 1-4 容量瓶检漏和摇匀溶液操作

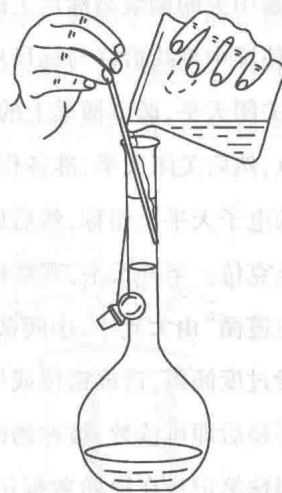


图 1-5 溶液定量转移至容量瓶操作

使用容量瓶时应注意以下几点:①容量瓶不宜用来长时间保存配制好的溶液,如果需要长久保存,应将制好的溶液转移到试剂瓶中;②容量瓶不能放在烘箱中烘烤或在电炉上直接加热,也不能直接转入热溶液;③长期不使用时,应将瓶塞磨口处擦干并在瓶塞和磨口处垫一小纸片,以防再用时瓶塞不易打开。

(三) 称量

称量是卫生化学实验中必须具备的基本操作,称量常用的仪器是分析天平,属精密贵重的仪器,通常要求能准确称量至 0.0001g ,其最大载量一般为 $100\sim 200\text{g}$ 。

为了能得到准确的称量结果,称量通常在专用天平室中进行。实验室用于称量的分析天平有:阻尼天平、电光天平、单盘电光天平及电子天平,最常用的是电光天平和电子天平。使用前必须了解分析天平的使用规则和称量方法。

1. 分析天平的使用规则 分析天平的使用应遵守“分析天平的使用规则”,具体内容如下:

①称量前检查天平是否水平,框罩内外是否清洁;②天平的前门仅在检修时使用,不得随意打开;③开关天平两边侧门时,动作要轻缓(不发出碰击声响);④称量物的温度必须与天平温度相同,有腐蚀性或者吸湿的物质必须放在密闭容器中称量;⑤不得超载称量;⑥读数时必须关好侧门;⑦如发现天平工作不正常,及时报告教师或实验室工作人员,不要自行处理;⑧称量完毕,天平复位后,应清洁框罩内外,盖上天平罩,并做使用记录,长时间不使用时,应切断天平电源。

2. 称量的一般程序

(1)电光天平的称量程序:①取下防尘罩,叠平后放在天平箱上面或右后方实验台面上。②检查天平是否正常:是否水平;称盘是否洁净;圈码指数盘是否在“000”位;圈码有无脱位;吊耳是否错位等。③调节天平的零点:关闭所有的天平门,接通电源,轻轻打开升降旋钮,当标尺稳定后,看屏幕中央的刻线与标尺上的“0”刻线是否重合。如果不重合,可拨动调屏拉杆,移动屏幕的位置,使屏中刻线恰好与标尺中的“0”线重合,即调定零点。如果屏幕移到尽头仍调不到零点,则需关闭天平,调节横梁上的平衡调节螺丝(这一操作由教师进行),再打开天平察看,直到调定零点,然后关闭天平,准备称量。④称量:从干燥器中取出欲称物体,先在架盘药物天平或精度较低的电子天平上粗称,然后放到天平左盘中心,关好天平门,根据粗称的数据在天平右盘上加砝码至克位。半开天平,观察标尺移动方向或指针的倾斜方向,调整圈码使天平达到平衡。调整圈码应遵循“由大到小、中间截取、依次试验”的原则。砝码未完全调定时不可完全开启天平,以免横梁过度倾斜,造成错位或吊耳脱落。⑤读数与记录:砝码调定后,关闭天平门,全开天平,待标尺停稳后即可读数,被称物的重量等于砝码总量加标尺读数(均以g计),将所读数据立即用钢笔或圆珠笔记录在原始数据记录本上,不能用铅笔书写,也不能记录在碎纸片或手上。⑥复原:称量、记录完毕,随即关闭天平,取出被称物,将砝码夹回盒内,圈码指数盘退回到“000”位,关闭两侧门,关闭电源,砝码放回盒内,罩好天平。

(2)电子天平的称量程序:电子天平是目前最常用的分析天平,其特点是操作者通过触摸按键可自动调零、自动校准、扣除皮重、数字显示等,同时其质量轻,体积小,操作十分简便,称量速度也很快。称量的基本程序为:①检查水平:如不水平,调整地脚螺旋高度,使水平仪内空气泡位于圆环中央,达到水平状态。②接通电源,预热30分钟。③按一下开/关键,显示屏很快显示“0.0000g”。④校准:按校正键,天平将显示所需校正砝码质量(如100g),放上100g标准砝码,直至显示100.0g,校正完毕,取下标准砝码。⑤零点显示(0.0000g)稳定后即可进行称量。⑥称量:根据需要可以使用除皮键,即可消去不必记录的数值(如承载瓶的质量等)。根据实验要求,

选用一定的称量方法进行称量。⑦关机:称量完毕,记下数据后将重物取出,天平自动回零。如在短时间内使用,应将开/关键关至待机状态(不可切断电源),使天平保持保温状态,可延长天平的使用寿命。长时间不用时应拔下电源插头,盖好防尘罩。

3. 称量方法 称取试样常用的方法有直接称量法、递减称量法和增量法。

(1)直接称量法:对某些在空气中没有吸湿性、化学性质稳定的试样或试剂,可以采用直接称量法。用药匙或镊子取经干燥好的试样,放在已知质量的洁净而干燥的表面皿或硫酸纸上,一次称取一定质量的试样,然后将试样全部转移到接受容器中。

(2)递减称量法:称取的试样量是由两次称量之差求得的。取适量待称样品置于一洁净干燥的容器(称固体粉状样品用称量瓶,称液体样品可用小滴瓶)中,在天平上准确称量后,转移出欲称量的样品置于实验器皿中,再次准确称量,两次称量读数之差,即所称取样品的质量。这种称量方法适用于一般的颗粒状、粉状及液态样品。由于称量瓶和滴瓶都有磨口瓶塞,适合较易吸湿、氧化、挥发试样的称量。操作方法如下:用1cm宽的纸条套住瓶身中部(如图1-6所示),左手捏紧纸条尾部将称量瓶放到天平左盘的正中位置,准确称量并记录读数。取出称量瓶,在盛接样品的容器上方打开瓶盖并用瓶盖的下面轻敲瓶口的上沿或右上边沿(如图1-7所示),使样品缓缓流入容器。估计倾出的样品接近需要量时,再边敲瓶口边将瓶身扶正,盖好瓶盖后方可离开容器的上方,再准确称量。如果一次倾出的样品量不到所需量,可再次倾倒样品,直到移出的样品量满足要求为止。平行称取多份试样时,连续称量即可。

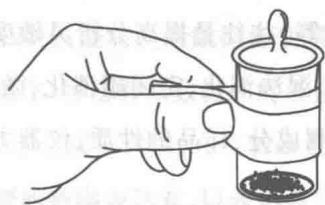


图 1-6 移取称量瓶操作示意图



图 1-7 将试样转移到接收器的操作示意图

注意,在敲出样品的过程中,要保证样品没有损失,边敲边观察样品的转移量,切不可在还没盖上瓶盖时就将瓶身和瓶盖都离开容器上口,因为瓶口边缘处可能粘有样品,容易损失。如果称出的试样量大大超过需要量时,则弃之重称。

(3)增量法:也称固定量称量法。卫生化学实验中,当需要用直接法配制指定浓度的标准溶液时,常常用指定质量称样法来称取基准物质。此法只适用于称取不易吸湿、不与空气中各种组分发生作用和性质稳定的粉末状物质,不适用于块状物质的称量。①电光分析天平具体操作方