

第2版前言

为了适应新时代“健康中国”战略对医学人才的培养要求，切实提高本科生教育教学质量，对接新一轮人才培养方案修订，根据中国科学院教材建设专家委员会和科学出版社的要求，修订编写了《医用化学实验》（第2版）教材。

《医用化学实验》（第2版）认真总结了第1版教材的使用经验，在保留第1版特色的基础上，为方便教学，将纸色谱、柱色谱和薄层色谱合并为色谱分离技术，将有机化合物性质做了拆分，删除了部分复杂耗时的实验项目，加强了化学与医学、药学和生产生活的联系。教材编写秉承三基五性，注重学有所用，实验设计紧扣人才培养目标和教学大纲，实验项目更加紧凑合理。全书分为七个部分：化学实验基础知识，原理与性质，物理常数测定及模型作业，定量分析，分离与提纯，物质的制备与合成，设计性实验。本书可供高等医学院校及综合性大学的临床、护理、影像、麻醉、口腔、儿科、预防、检验、生物技术、眼视光等专业学生使用。

在本书编写过程中我们参考了部分优秀教材和著作，在此向各位作者和相关出版社表示衷心感谢。

限于编者水平，本书难免存在不足之处，恳请专家、同行及使用本书的教师和同学们提出宝贵意见，以便进一步改进和完善。

编者

2019年3月

第 1 版前言

医用化学实验是医用化学的重要组成部分，其任务不仅仅是使学生掌握扎实的基础知识、规范的实验操作，更重要的是培养学生严谨求实的科学态度，提高学生的创新能力和科学思维能力。为满足应用型创新人才的培养目标要求，我们将传统的无机化学、分析化学、物理化学和有机化学实验融合为医用化学实验，在选材上立足实用性和系统性，编排上由浅到深、由简单到综合，实验内容上贯穿一条主线：物质的制备合成、分离提纯及定性定量分析。教材注重化学知识在医学实践中的应用，不仅能使学生对化学知识技能有一个完整的认识，而且使学生在基本实验能力、综合应用能力和科研创新能力等方面得到系统的训练。

全书分为七个部分，第一部分：化学实验基础知识，包括常规仪器使用、化学实验基本操作、实验记录与数据处理等；第二部分：原理与性质，包括酸碱反应、沉淀反应、氧化还原反应和配位反应的基本规律以及生物体内常见物质的性质及鉴定；第三部分：物理常数测定及模型作业，包括摩尔质量、解离平衡常数、稳定常数、熔点、沸点、折射率、旋光度等；第四部分：定量分析，包括滴定分析和分光光度分析；第五部分：分离与提纯，包括蒸馏、升华、重结晶、萃取、色谱、电泳等分离技术；第六部分：物质的制备与合成；第七部分：设计性实验，选编了几个具有代表性且比较成熟的研究设计性实验。附录提供了一些常用数据资料，以供查阅。

参加本书编写工作的有滨州医学院马丽英、傅彩霞、黄玉玲、王雷、赵红艳、胡威、王晓艳、刘为忠、张怀斌、李凤、李嘉霖、高宗华、姜吉刚、荣先国、董秀丽、魏光成。教材编写过程中参考和引用了兄弟院校的教材和正式出版的书刊中的部分内容，在此向有关作者和出版社表示感谢。

本书适用于高等医药院校临床医学、全科医学、医学影像学、麻醉学、预防医学、口腔医学、护理学、中医学、眼视光学等专业的学生使用，也可供其他相关专业的师生教学或科研工作参考。

限于编者水平，本书难免有不当之处，敬请专家、同行及使用本书的同学们提出宝贵意见，以便改进和完善。

马丽英
2015年5月

目 录

第 2 版前言

第 1 版前言

第一部分 化学实验基础知识	1
第二部分 原理与性质	22
实验一 电解质溶液的性质	22
实验二 缓冲溶液的配制与性质	25
实验三 胶体的性质	27
实验四 氧化还原反应与电极电位	29
实验五 配位化合物的性质	32
实验六 部分无机离子的性质	35
实验七 醇、酚、醛、酮的性质	38
实验八 羧酸、羧酸衍生物及取代羧酸的性质	42
实验九 含氮有机物及糖的化学性质	45
第三部分 物理常数测定及模型作业	50
实验十 镁摩尔质量的测定	50
实验十一 蔗糖水解反应速率常数的测定	52
实验十二 乙酸解离平衡常数的测定	56
实验十三 电导率法测定难溶电解质的溶度积	57
实验十四 配位化合物的组成和稳定常数的测定	59
实验十五 熔点、沸点的测定	61
实验十六 分子结构模型作业	63
第四部分 定量分析	68
实验十七 药用氧化锌的测定	68
实验十八 阿司匹林中乙酰水杨酸含量的测定	69
实验十九 药用硫酸亚铁的测定	71
实验二十 维生素 C 含量的测定	74
实验二十一 葡萄糖含量的测定	76
实验二十二 水的总硬度测定	77
实验二十三 分光光度法测定自来水中铁的含量	80

第五部分 分离与提纯	82
实验二十四 粗食盐的精制.....	82
实验二十五 常压蒸馏.....	84
实验二十六 减压蒸馏.....	86
实验二十七 色谱分离法.....	87
实验二十八 纸上电泳.....	92
实验二十九 茶叶中咖啡碱的提取及分离.....	93
实验三十 花生油的提取.....	95
实验三十一 蛋黄中卵磷脂的提取与鉴定.....	97
第六部分 物质的制备与合成	99
实验三十二 葡萄糖酸锌的制备.....	99
实验三十三 硫酸亚铁铵的制备.....	100
实验三十四 乙酸乙酯的制备.....	102
实验三十五 乙酰水杨酸的制备.....	103
实验三十六 肥皂的制备.....	105
第七部分 设计性实验	107
实验三十七 食醋中总酸度的测定.....	107
实验三十八 混合碱的测定.....	108
实验三十九 食盐中碘的测定.....	108
实验四十 肉制品中亚硝酸盐的含量测定.....	109
实验四十一 新鲜蔬菜中胡萝卜素的提取分离及鉴定.....	109
实验四十二 未知无机物的鉴定.....	110
实验四十三 未知有机物的鉴定.....	111
附录	112

第一部分 化学实验基础知识

一、化学实验常识

(一) 化学实验的目的和要求

医用化学实验是医学化学教学的重要组成部分，通过实验教学，不仅使学生进一步理解医学化学的基本理论，掌握本专业所需的基本化学操作技能，更重要的是培养学生综合分析问题和解决问题的能力，使学生在科学方法上得到初步的训练，养成认真仔细的科学态度和严谨求实的工作作风，进而培养学生独立进行科学实验的能力。

具体要求是：进一步理解和巩固化学反应的基本原理和各类物质的结构、性质及鉴别方法；熟悉摩尔质量、解离平衡常数、稳定常数、熔点、沸点、折光率、旋光度等常见物理常数的测定方法；了解基本的定量检测技术；掌握常压蒸馏、减压蒸馏、回流、过滤、重结晶、萃取、升华、色谱、电泳等分离技术；了解常见物质的合成制备、分离提取及鉴定方法。掌握常用滴定分析仪器如移液管、容量瓶、滴定管、锥形瓶的使用；学会分析天平、酸度计、分光光度计、电导率仪、旋光仪、折射仪等仪器的使用。在已具备基本实验技能的前提下，通过综合性、设计性实验全面了解药物制备的流程，掌握药物制备的相关实验原理和基本操作技术，为今后的学习和工作奠定基础。要达到上述目的，需要学生做到以下几点：

(1) 实验前应认真预习实验内容，明确实验目的、原理、步骤和注意事项，熟悉实验的操作过程，安排好实验计划并做好各项准备工作。

(2) 进入实验室后，首先应检查所用仪器是否符合要求，使用仪器时应小心谨慎，避免损坏；出现故障应及时报告。

(3) 实验过程中，要严格按照实验规程进行操作，不能随意改变操作方法和试剂用量。

(4) 实验中要认真操作，细心观察，如实准确地记录实验现象和实验数据。要勤于思考，善于发现和解决实验中出现的問題。

(5) 实验室要保持安静和清洁。不得在实验室中大声喧哗和随意走动。实验时要做到整洁有序，桌面、抽屉、水槽、地面等要保持干净，火柴梗、废纸等杂物应及时放入垃圾桶中，绝不能丢入水槽，以免堵塞下水道。

(6) 实验完成后，应将玻璃仪器洗涤干净，并按要求摆放整齐。课后要及时上交实验报告。

(7) 实验同学要轮流值日。值日生的职责是整理仪器，打扫实验室，检查水、电，关好门窗等。

(二) 化学实验室安全守则

化学实验需要使用各种试剂及仪器设备。不少试剂药品易燃、易爆或具有一定毒性，不熟悉药品和仪器性能、违反操作规程或麻痹大意就可能发生中毒、火灾、爆炸、触电、

割伤或仪器设备损坏等事故。为预防事故发生和正确处理危险事故，应熟悉实验室安全的基本知识。

(1) 预习实验时，要了解所用仪器的性能和药品性质，对实验中可能出现的安全事故进行预测，制订出预防和处理事故的措施。

(2) 实验开始前应检查仪器是否完好无损，安装是否稳妥，装置是否漏气等。在确保安全的情况下方可进行实验。

(3) 实验进行时，不得擅自离开岗位，要注意观察实验的进行情况。

(4) 当进行可能发生危险的实验时，要根据实验情况采取必要的安全措施，如戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等。

(5) 使用易燃、易爆药品时，应远离火源。

(6) 实验试剂不得入口。严禁在实验室内吸烟或饮食，严禁把餐具带进实验室，更不能把实验器皿当作餐具。实验结束后要漱口、洗手。

(7) 要熟悉灭火器材、沙箱以及急救药箱等的放置地点和使用方法，并妥善保管。安全用具和急救药箱不准移作它用。

(8) 一旦发生事故，要及时报告指导教师，并在教师指导下进行妥善处理。

(三) 事故的预防和处理

(1) 玻璃割伤：化学实验室中最常见的外伤是由玻璃仪器破碎引发的。使用玻璃仪器时要轻拿轻放，不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。安装玻璃仪器时，最好用布片包裹；往玻璃管上连接橡皮管时，最好用水湿润橡皮管的内口。发生割伤后，应先将伤口处的玻璃碎片取出，再用生理盐水将伤口洗净，轻伤可用创可贴处理，伤口较大时，用纱布包好伤口送医院治疗。割破血管，流血不止时，应先止血。具体方法是：在伤口上方 5~10cm 处用绷带扎紧或用双手掐住，尽快送医院救治。

(2) 药品灼伤：药品灼伤是由于皮肤触及腐蚀性化学试剂所致。这些试剂包括：强酸类，特别是氢氟酸及其盐类；强碱类，如碱金属的氢化物、氢氧化物等；氧化剂类，如浓的过氧化氢、过硫酸盐等；还有如溴、钾、钠等某些单质。

为防止药品灼伤，取用危险药品时，必须戴橡皮手套和防护眼镜。药品灼伤时，要根据药品性质及灼伤程度采取相应措施：被碱灼伤时，先用大量水冲洗，再用 1%~2% 的乙酸或硼酸溶液冲洗，用水洗净后涂上烫伤膏；被酸灼伤时先用大量水冲洗，然后用 1%~2% 的碳酸氢钠溶液冲洗，最后涂上烫伤膏；被溴灼伤时应先用大量水冲洗，再用乙醇擦洗或用 2% 的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色，然后涂上甘油或鱼肝油软膏；被金属钠灼伤时，先用乙醇擦洗，然后用水冲洗，最后涂上烫伤膏。

以上这些物质一旦溅入眼睛中，应先用大量水冲洗，并及时去医院治疗。

(3) 防火防爆：实验室常见的易燃物品包括：苯、甲苯、甲醇、乙醇、石油醚、丙酮等易燃液体，钾、钠等易燃易爆性固体，硝酸铵、硝酸钾、高氯酸、过氧化钠、过氧化氢、过氧化二苯甲酰等强氧化剂，氢气、乙炔等可燃性气体等。某些操作容易引发爆炸，如过氧化物、芳香族多硝基化合物在受热或受到撞击时，含过氧化物的乙醚在蒸馏时，乙醇和浓硝酸混合在一起时，等等。

为防止火灾和爆炸事故的发生，需要注意以下几点：热源附近严禁放置易燃物，严禁

用一只酒精灯点燃另一只酒精灯，加热设备使用完毕，必须立即关闭；不能用敞口容器加热和存放易燃、易挥发的试剂；倾倒或使用易燃试剂时，必须远离明火，最好在通风橱中进行；蒸发、蒸馏易燃液体时，不能使用明火直接加热，应根据沸点高低分别用水浴、沙浴或油浴加热；蒸馏过程中，要经常检查实验装置是否破损，是否堵塞，如发现破损或堵塞应停止加热，将危险排除后再继续实验；常压蒸馏不能形成密闭系统，减压蒸馏不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接受瓶或反应器；反应过于猛烈时，应适当控制加料速度和反应温度，必要时采取冷却措施；易燃、易爆物若不慎外洒，必须迅速清扫干净，并注意室内通风换气；易燃、易爆废物不得倒入废液缸和垃圾桶中，应回收统一处理。

实验室起火或爆炸时，要立即切断电源，打开窗户，移走易燃物，然后根据起火或爆炸原因及火势采取正确方法灭火。地面或实验台着火，若火势不大，可用湿抹布或砂土扑灭。反应器内着火，可用灭火毯或湿抹布盖住瓶口灭火。有机溶剂和油脂类物质着火，火势小时可用湿抹布或砂土扑灭，或撒上干燥的碳酸氢钠粉末灭火，火势大时必须用灭火器扑灭。一旦发生烧伤，应立即用冷水冲洗、浸泡或湿敷受伤部位，伤势较轻可涂苦味酸或烫伤软膏，如伤势较重，应立即送医院治疗。

(4) 安全用电：使用电器时，应防止人体与金属导电部位直接接触，不能用湿手或手握湿的物体接触电源插头。实验后应先关闭仪器开关，再将电源插头拔下。实验中如发现麻手等漏电情况发生，应立即报告指导教师。

(5) 预防中毒：化学实验所涉及物质大部分具有毒性。 Br_2 、 Cl_2 、 F_2 、 HBr 、 HCl 、 HF 、 SO_2 、 H_2S 、 COCl_2 、 NH_3 、 NO_2 、 PH_3 、 HCN 、 CO 、 O_3 和 BF_3 等均为有毒气体，具有窒息性或刺激性；强酸和强碱均会刺激皮肤，有腐蚀性，会造成化学烧伤；无机氰化物、 As_2O_3 等砷化物、 HgCl_2 等可溶性汞化合物为高毒性物质；大部分有机物如苯、甲醇、 CS_2 等有机溶剂、芳香硝基化合物、苯酚、硫酸二甲酯、苯胺及其衍生物等均有较强的毒性。

为避免中毒，操作中应注意以下事项：只要实验条件允许，应选用毒性较小的溶剂，如石油醚、丙酮、乙醚等；进行有毒物质实验时，要在通风橱内进行，并保持室内良好通风；鉴别气体气味时，可用手轻轻将少量气流扇向鼻孔，切勿直接俯嗅所产生的气体；使用强腐蚀性试剂时，如浓酸、浓碱，应谨慎操作，不要溅到衣服或皮肤上，取用这些试剂时应戴橡皮手套和防护眼镜，尽量避免手与有毒试剂直接接触；用移液管移取液体时，必须用洗耳球操作；实验操作的任何时候都不得将瓶口、试管口等对着人的脸部，以防由于气体、液体等冲出造成伤害；实验过程中如发现头晕、无力、呼吸困难等症状，应立刻离开实验室，必要时应到医院就诊。

(马丽英)

二、常用玻璃仪器介绍

化学实验中常用的玻璃仪器分为普通玻璃仪器和标准磨口仪器。

(一) 普通玻璃仪器

常用的普通玻璃仪器有试管、烧杯、量筒等，如图 1-2-1 所示。



图 1-2-1 常用普通玻璃仪器

(二) 标准磨口仪器

有机化学实验中通常使用标准磨口的组合玻璃仪器，统称磨口仪器。这种仪器具有标准化、通用化和系列化等特点。相同标号的仪器之间可以互相连接，不同标号的仪器之间可以借助于相应标号的磨口接头连接。连接过程可免去配塞子和钻孔等手续，还可避免反应物或产物被塞子所沾污。标准磨口仪器装配容易，拆洗方便，操作简单，在化学实验中已被广泛使用。

标准磨口仪器中的标号是根据磨口的最大直径(以 mm 为单位)确定的，如 $\phi 19$ 、 $\phi 14$ 等。化学实验中常用的标准磨口仪器，如图 1-2-2 所示。



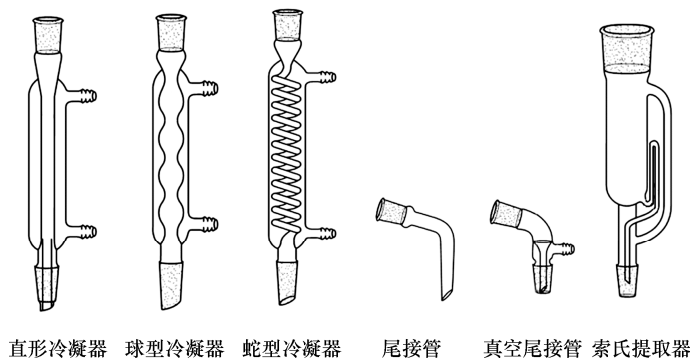


图 1-2-2 常用标准磨口仪器

使用标准磨口仪器时应注意：

- (1) 为避免磨口漏气和粘连，应保持磨口处清洁。用后应立即拆卸洗净，散件存放。
- (2) 洗涤磨口时，避免使用含硬质磨料的去污粉擦洗，以免损坏磨口。
- (3) 常压下使用磨口仪器时，一般无需涂抹润滑剂。若反应物中有强碱，应在磨口处涂抹凡士林，以保护磨口不受腐蚀。在进行减压蒸馏时，应涂上真空油脂。从内磨口涂有润滑剂的仪器中倾出物料前，应先将磨口表面的润滑剂用有机溶剂擦拭干净，以免物料受到污染。
- (4) 磨口处所涂抹的油脂、凡士林等润滑剂未擦拭和洗涤干净时，不能用烘箱烘干，否则润滑剂会因烘烤变硬粘在磨口处而影响磨口质量。
- (5) 安装磨口仪器时注意相对角度，不能在角度有偏差时硬性装拆。应将磨口和磨塞轻轻地对旋连接，不能用力过猛，不能使磨口连接处受到歪斜的应力，否则仪器易破损。

(张怀斌)

三、常规仪器使用

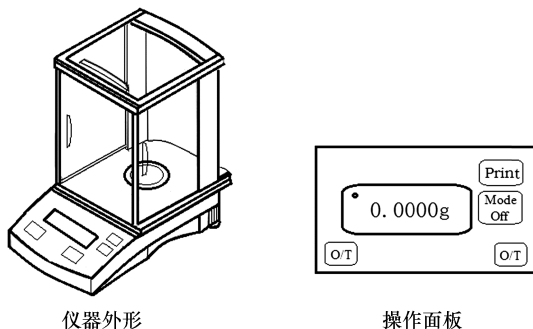
(一) 分析天平

分析天平具有使用寿命长、性能稳定、操作简便、灵敏度高等特点，还具有自动校正、自动去皮、超载指示、故障报警以及信号输出功能，且可与打印机、计算机联用等。现已取代机械天平广泛应用于精密称量。

1. 结构原理 通用型分析天平(图 1-3-1)主要有两种键：一种是 O/T(开机/归零)键，分析天平显示屏下方左右各一个，功能相同，既是开机键也是归零键；另一种是 Mode Off(模式/关机)键，在显示器的右侧，可进行称量模式的选择及关机。

2. 使用方法

(1) 水平调节：电子天平后面有一个水准泡，旋转天平箱下面的两个调平基座，使水



仪器外形

操作面板

图 1-3-1 分析天平

准泡位于液腔中央，否则称量不准确。

(2) 预热：接通电源，预热 20~30min。

(3) 开机：按 O/T 键，显示器亮，显示天平型号及软件版本号，然后显示称量模式 0.0000g。注意：若长时间按 O/T 键，屏幕则会显示 MENU，进入菜单。若误入菜单，则应按 Mode Off 键不放，直至显示屏上出现“88888888”，立即松手，显示屏上出现 0.0000g，天平回到称量状态。

如需其他单位称量，在开机时则需按住 O/T 键不放，直到显示屏出现 MENU 后松开，显示 UNITS。按 O/T 键，出现 On g，用 Mode Off 键选择该单位 ON 或 OFF，对称量单位 (g) 进行确认或放弃。可以翻阅所有的测量单位并设置每个单位为 ON 或 OFF，直到 END 出现后结束，按 O/T 键保存。反复按 Mode Off 键直到 MENU END 出现，再按 O/T 键后，天平回到称量状态。

(4) 称量：天平开机显示为零后，将被称物品置于秤盘上，关闭天平门，待显示稳定后，即可读出称量物的质量。

去皮称量：按 O/T 键清零，将准备盛放被称物品的容器置于秤盘上，天平显示容器质量，再按 O/T 键，显示零，即去除皮重。将被称物品逐步加入容器中，这时显示的是被称量物品的净质量。

递减称量：递减称量又称减量法。称量易吸水、易氧化或易与 CO₂ 等反应的试样时，可选择此法。第一步，从干燥器中取出称量瓶，称出称量瓶及试样的总质量。第二步，将称量瓶从天平箱内取出，在接收器的上方倾斜瓶身，用称量瓶盖轻敲瓶口上部使试样慢慢落入接收器中，瓶盖始终不要离开接收器上方。当倾出的试样接近所需量时，一边继续用瓶盖轻敲瓶口，一边逐渐将瓶身竖直，使黏附在瓶口上的试样落回称量瓶，然后盖好瓶盖，准确称其质量。两次质量之差，即为试样的质量。

(5) 关机：称量结束后，按住 Mode Off 键直到显示屏出现 OFF 后松开。若长期不用应切断电源，拔下电源插头。

3. 注意事项

- (1) 不能称量超过天平称量范围的物体，也不能用手按压秤盘。
- (2) 易挥发或具有腐蚀性的物品不能与秤盘直接接触，要盛放在容器中称量。
- (3) 读数时，应将天平门关闭，以防读数受气流影响而发生波动。
- (4) 被称量的物品不能用手直接接触，以免引起称量误差。

(二) 酸度计

酸度计主要用来精密测量溶液的 pH，配上相应的离子选择型电极也可以测量相应离子的浓度，它广泛应用于工业、农业、科研、环保等领域。

1. 结构原理 酸度计的主体是精密的电位计。测定时把复合电极浸入被测溶液中，由于被测溶液的酸度(氢离子浓度)不同而产生不同的电动势，电动势通过直流放大器放大，最后由读数指示器(电压表)指示被测溶液的 pH。酸度计的 pH 测量范围为 0~14。

复合电极由玻璃电极和参比电极组成，玻璃电极的电位随溶液 pH 不同而改变，而参比电极的电位与溶液 pH 无关，两者进入溶液组成原电池，原电池的电动势与溶液 pH 的关

系为

$$E = K_E + \frac{2.303RT}{F} \text{pH}$$

其中, K_E 是与电极有关的常数, 其数值可用已知 pH 的标准缓冲溶液进行确定, 这一步称为定位。理论上, 上式中斜率系数为 $2.303RT/F$, 但实际斜率与理论斜率常存在细微差别, 因此精密测量时还需要确定实际斜率, 这就需要两种标准缓冲溶液定位, 这就是双点定位。

酸度计有台式、便携式、笔式等多种, 读数指示器有数字式和指针式两种。图 1-3-2 为 pHHS-3E 型数字酸度计, 其使用方法如下。

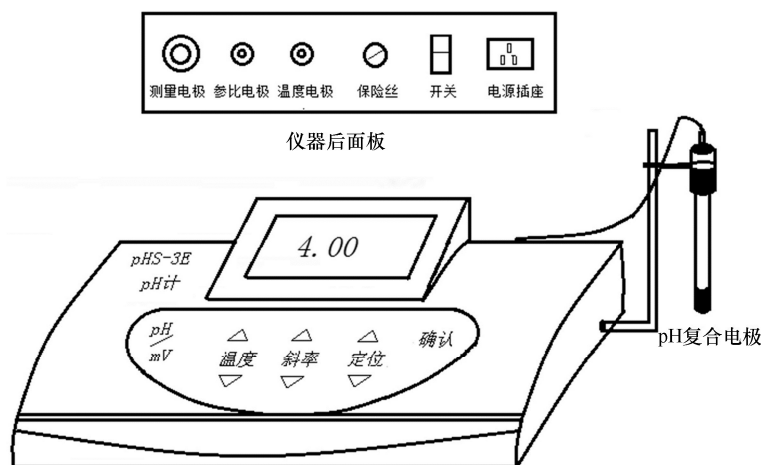


图 1-3-2 pHHS-3E 型数字酸度计

2. 使用方法

(1) 开机: 打开仪器后方的电源开关, 接上温度电极和复合电极, 按“pH/mV”按钮, 使仪器进入 pH 测量状态。

(2) 定位: 将电极洗净拭干后插入 pH=4.00 的标准缓冲溶液(邻苯二甲酸氢钾溶液)中, 仪器提示是否进行标定, 显示“Std YES”字样, 按“确认”键, 仪器进入标定状态, 自动识别当前标准溶液并显示当前温度下的标准 pH 值, 轻轻晃动溶液, 待读数稳定后, 按“确认”键, 完成标定。如果选择其他标准溶液进行定位, 按“定位”或“定位”键, 使指示显示与标准溶液 pH 一致, 然后确认。

测量精度要求较高时, 需要进行双点定位。这要求被测溶液的 pH 介于两种标准缓冲溶液的 pH 之间, 或接近两溶液的 pH。将电极洗净拭干后插入 pH=9.18 标准缓冲溶液(硼砂溶液)中, 轻轻晃动溶液, 数字稳定后, 按“斜率”键, 仪器提示是否进行标定, 按“确定”键, 仪器识别当前标液并显示当前温度下的标准 pH, 再次按下“确认”键, 完成第二点标定。如果选择其他标准溶液进行定位, 待读数稳定后按“斜率”或“斜率”键, 使指示显示与该标准溶液 pH 一致, 然后确认。

(3) 测量: 经过定位的仪器, 即可用来测定样品的 pH。这时温度、定位、斜率都不能再动。清洗电极后放入盛有被测样品的烧杯内, 轻轻摇动烧杯, 静置, 待读数稳定后, 读

取被测样品的 pH。

3. 注意事项

(1) 复合电极的主要传感部分是电极的球泡，球泡极薄，千万不能与硬物接触，以防损坏电极。测量完毕套上保护帽，帽内放少量补充液(氯化钾溶液)，保持电极球泡湿润。

(2) 将电极从一种溶液移入另一种溶液之前，必须清洗电极，以防改变被测溶液酸度。

(三) 分光光度计

可见分光光度计能在可见光谱区对样品进行定性和定量分析，其灵敏度、准确性和选择性都较高，因而在教学、科研和生产上得到广泛使用。

1. 结构原理 i2 型分光光度计由光源室、单色器、试样室、光电管暗盒、电子系统及数字显示器等部件组成。其光源为钨卤素灯，单色器中的色散元件为光栅，可获得一定波长的单色光，其外部结构如图 1-3-3 所示。

2. 使用方法

(1) 开机自检：打开电源开关及打印机开关(比色皿架上不放任何样品)，仪器开始自检(约 15min)，自检结束后进入主菜单(主菜单包括光度测量、定量测量和系统设定)。

(2) 测定吸收光谱

设定测量模式：用上下键选择“光度测量”，按 ENTER(确认)键确定，系统自动显示“光度测量”主界面；按 SET(设置)键，进入“光度测量”菜单，用上下箭头选择“吸光度”，按 ENTER 键确定。若按 ESC(清除)键，系统会自动返回“光度测量”主界面。

确定最大吸收波长：按 GOTO(前往)键，进入波长设定界面，输入起始波长，按 ENTER 键，系统自动返回测量界面；将溶液倒入比色皿，置于样品室比色皿架并送入光路，关闭样品室盖，记录溶液吸光度。在可见光范围内每隔 10nm 测量一次吸光度，在所得最大吸光度附近，改为每隔 5nm 细测一次。根据记录绘制吸收光谱，找出最大吸收波长。

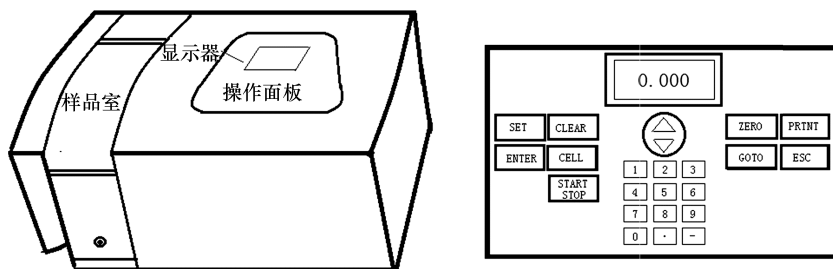


图 1-3-3 i2 型分光光度计外部结构图及操作面板

(3) 标准曲线的制作：按 GOTO 键，进入波长设定界面，输入最大吸收波长，按 ENTER 键，系统自动返回光度测量主界面。

将空白液送入光路，按 ZERO 键调零，显示 0.000A/100.0%T。

将标准样品依次送入光路，显示器显示的数据即为标准溶液的吸光度。根据标准溶液浓度及吸光度制作标准曲线。

(4) 待测液的测定：将待测溶液倒入比色皿，置于样品室送入光路，显示数据即为待测溶液的吸光度。根据标准曲线得到待测溶液的浓度。

3. 注意事项

(1) 大幅度改变测试波长时, 因光能量急剧变化, 光电管响应缓慢, 调零时需稍作等待, 稳定后方可工作。

(2) 手拿比色皿时只能触碰比色皿的磨砂毛面, 不能触碰透光面; 用吸水纸擦拭比色皿外壁时, 切勿用力过猛, 以免透光面产生划痕。

(3) 为防止光电管疲劳, 不测定时须将比色皿暗箱盖打开。仪器连续使用时间一般不得超过两小时, 最好间歇半小时后再继续使用。

(四) 电导率仪

DDS-307 型数字式电导率仪(图 1-3-4)适用于测定一般液体的电导率, 若配用适当的电导电极, 还可用于电子工业、化学工业、制药工业、核能工业、电站和电厂测量纯水或高纯水的电导率。

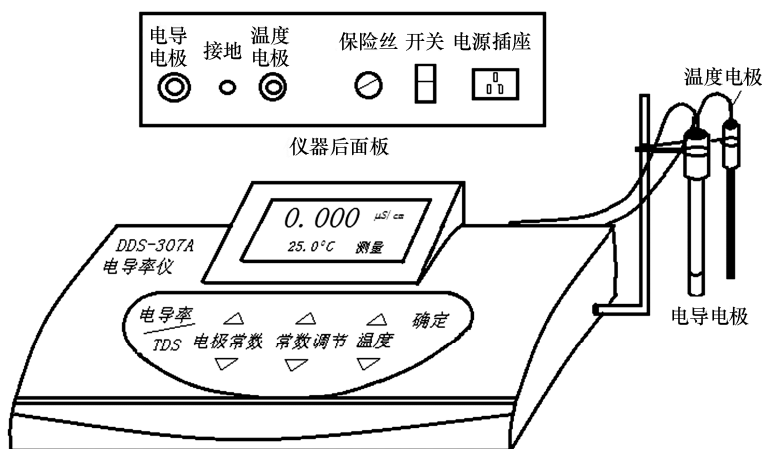


图 1-3-4 DDS-307 型数字式电导率仪

1. 结构原理 电导率用于表达溶液的导电能力, 等于电阻率的倒数, 单位为 $S \cdot m^{-1}$ (西门子/米), 或 $mS \cdot m^{-1}$ 。测量时, 将两个电极(通常为铂电极或铂黑电极)插入溶液中, 测定两电极间的电阻 R , 根据电极面积 A (cm^2) 及极间距离 L (cm), 即可得到溶液的电导率:

$$\kappa = \frac{1}{\rho} = \frac{L}{S} \cdot \frac{1}{R} = K_{\text{cell}} \cdot \frac{1}{R}$$

其中, κ 为电导率, ρ 为电阻率; 由于电极面积 A 与间距 L 都是固定不变的, 故 L/A 是一个常数, 称电导池常数, 用 K_{cell} 表示。

溶液的电导率取决于溶液中带电离子的性质、浓度以及溶液的温度和黏度等。在其他条件一定的情况下, 带电离子浓度越大, 则电导率越大, 因此可以利用电导率的测量获得电解质溶液的浓度。电导率随温度变化而变化, 温度每升高 $1^\circ C$, 电导率增加 2%, 通常规定 $25^\circ C$ 为测定电导率的标准温度。

电导率仪由电导电极和电子单元组成。仪器中配有温度补偿系统、电导池常数调节系统以及自动换挡功能等。

2. 使用方法

(1) 连接电源, 打开仪器开关, 仪器进入测量状态, 预热 30min。

(2) 设置: 在测量状态下, 按“电导率/TDS”键, 切换显示电导率或 TDS(总固体物质的量), 按“温度”上下箭头设置温度与被测溶液温度一致(接温度电极时, 仪器会自动进行温度补偿, 一般不需要设置), 按“确定”键确认; 按“电极常数”和“常数调节”的上下箭头分别设置电极常数的整数部分和小数部分, 使数字显示与所用电极的电极常数相同, 按“确定”键确认。如果放弃设置, 按“电导率/TDS”键仪器返回测量状态。

(3) 测量: 按“电导率/TDS”键仪器返回测量状态。将电导电极和温度电极接入电导率仪, 依次用二次蒸馏水及被测溶液清洗电极, 然后把电极浸入溶液, 显示稳定后即可读取溶液的电导率或 TDS。

3. 注意事项

(1) 电导率对溶液的浓度很敏感, 在测定前, 一定要用被测溶液多次洗涤电导电极, 以保证被测液与试剂瓶中的浓度一致。

(2) 电极要轻拿轻放, 切勿触碰铂黑; 电极在使用前后应浸泡在蒸馏水内, 以防电极铂黑脱落, 引起电导池常数改变。

(胡 威)

四、化学实验基本操作

(一) 常用仪器的洗涤与干燥

1. 洗涤 仪器清洁是获得准确实验结果的前提。洗涤仪器的方法很多, 应根据实验要求、污物性质和沾污程度进行选择。

(1) 简单清洗: 仪器清洗最简单的方法是用毛刷蘸去污粉或洗衣粉刷洗, 再依次用自来水、蒸馏水冲洗干净。洗刷时, 使用毛刷不能用力过猛, 否则会戳破仪器。有时去污粉的微粒黏附在器壁上不易洗去, 可用少量稀盐酸摇洗一遍, 再用自来水、蒸馏水冲洗干净。

(2) 洗液清洗: 在要求较高的实验中或洗涤一些形状特殊的玻璃仪器时, 例如滴定管、移液管、容量瓶等, 可使用铬酸洗液。铬酸洗液是浓硫酸与饱和重铬酸钾的混合液, 具有很强的氧化能力。使用铬酸洗液时, 尽量把仪器中的水倒净, 让洗液充分地润湿容器内壁, 或将仪器放入洗液中浸泡半小时以上, 再用自来水、蒸馏水洗涤干净。洗液可以反复使用, 用后应立即倒回洗液瓶内。使用铬酸洗液时要注意不要溅到皮肤和衣服上。

(3) 超声清洗: 条件允许时可采用超声清洗法, 即在超声波清洗器中放入需要洗涤的仪器, 再加入合适洗涤剂和水, 接通电源, 利用声波的能量和振动把仪器清洗干净, 超声清洗法既省时又方便。

对于某些污垢用通常的方法不能除去时, 则可通过化学反应将黏附在器壁上的物质转化为水溶性物质后, 再行清洗。

2. 干燥 洗净的玻璃仪器常用下列几种方法干燥。

(1) 风干: 自然风干是指把已洗净的仪器置于干燥架上自然风干, 这是常用且简单的方

法。玻璃仪器若洗得不够干净，水珠便不易流下，干燥就会较为缓慢。

(2) 烤干：烧杯和蒸发皿等可以放在石棉网上用酒精灯小火烤干。试管可直接用酒精灯小火烤干，操作时应将管口向下并不断来回移动试管，待水珠消失后，使管口朝上，把水汽赶走。

(3) 烘干：把玻璃器皿按顺序从上层往下层放入烘箱烘干，器皿口向上。带有磨口玻璃塞的仪器，必须取下活塞，再行烘干。烘干温度保持在 $100\sim 105^{\circ}\text{C}$ ，约 0.5h ，待降至室温后取出，切不可趁热取出，以免破裂。烘箱已工作时不可再往上层放入湿的器皿，以免水滴下落使热的器皿骤冷而破裂。

(4) 用有机溶剂干燥：在洗净后的器皿内加入少量与水混溶且容易挥发的有机溶剂如酒精和丙酮等，转动容器，待器皿中的水与有机溶剂充分混合后倒出，用吹风机冷风吹干或自然晾干。

(二) 试剂的取用

取用试剂前，应看清试剂标签，以免用错试剂。取用试剂后立即盖紧瓶盖，防止药品与空气中的氧气等发生化学反应。取用试剂时，注意不要多取，取多的药品，不能倒回原试剂瓶中，以防污染瓶内试剂。

1. 固态试剂的取用 固体试剂要用干净的药匙取用，用过的药匙必须洗净并擦干后才能再次使用。称量时，一般的固体试剂可以放在专用的称量纸或表面皿上进行，具有腐蚀性、强氧化性或易潮解的固体试剂，应放在玻璃容器内称量。如氢氧化钠有腐蚀性，又易潮解，最好放在烧杯中称取，否则容易腐蚀天平。称取有毒药品时要做好防护，如戴好口罩、手套等。

2. 液态试剂的取用 液态试剂一般用量筒量取或用滴管吸取。

用量筒量取液体时，先取下试剂瓶的瓶塞并将它仰放在桌面上。一只手斜持量筒，另一只手拿起试剂瓶，标签对准手心，将试剂瓶瓶口紧贴量筒口边沿，使液体缓缓流出(图 1-4-1)，当流出试剂略少于所需量时，将量筒水平放置，改用滴管加入至所需体积。读数时，视线应与液体凹液面处在同一水平面上。试剂取用后，必须立即将瓶塞盖好，放回原处。注意：量筒不能用作反应容器，也不能盛热的液体，更不能用来加热液体。

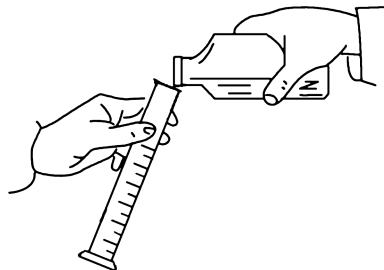


图 1-4-1 量筒的使用

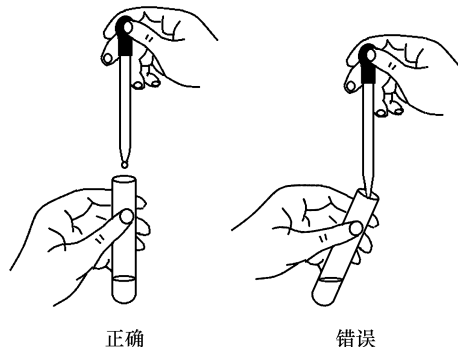


图 1-4-2 滴管的使用

使用滴管时，先用手指紧捏滴管上部的橡皮头，赶走其中的空气，滴管只能专用，用

完后放回原处。一般的滴管一次可取 1mL (约 20 滴) 试液。

(三) 常用滴定分析仪器的使用

1. 称量瓶 称量瓶有高型、低型两种, 如图 1-4-3 所示。称量瓶是带有磨口塞的筒形玻璃瓶, 多用于递减法准确称量一定量的固体试样。因其配有磨口塞, 可以防止瓶中试样吸收空气中的水和二氧化碳等, 适用于称量易吸潮的试样。

使用时, 一只手用纸带套住称量瓶移至接收器上方, 另一只手用纸片夹住盖柄, 打开瓶盖, 如图 1-4-4 所示, 将瓶口慢慢向下倾斜, 用瓶盖轻敲瓶口边缘, 使试样慢慢落入接收器中。当倒出的试样接近所需质量时, 一边继续用盖轻敲瓶口, 一边逐步将瓶身竖直, 使黏附在瓶口附近的试样落入瓶中, 然后盖好瓶盖, 将称量瓶放回原干燥器中。

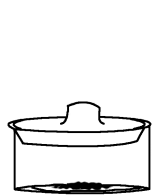
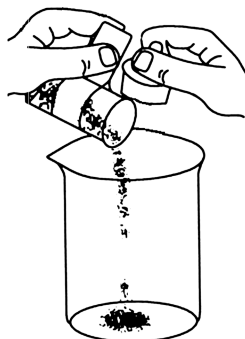


图 1-4-3 称量瓶



图 1-4-4 称量瓶的使用



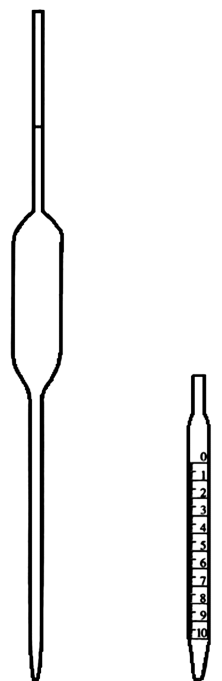
2. 锥形瓶 锥形瓶有无塞和具塞两种, 常见的有 50mL、100mL、250mL、500mL 等规格。在滴定分析中, 锥形瓶用作反应容器进行滴定反应。具有塞子的锥形瓶和碘量瓶可有效防止挥发性物质逸出。

3. 吸管 吸管一般分无刻度吸管和刻度吸管两种。

无刻度吸管称为移液管, 它的中部膨大, 上下两端细长, 上端刻有环形标线, 膨大部分标有体积及温度, 有 20mL、25mL、50mL 等规格。刻度吸管称为吸量管, 有 1mL、5mL、10mL 等规格, 且刻有 0.1~0.01mL 的分度值, 如图 1-4-5 所示。移液管和吸量管都可用于准确移取一定体积的液体。移液管没有刻度, 只能量取某一固定体积的液体; 吸量管标有刻度, 可用于量取任意体积的少量液体。测量精度一般为 0.01mL。

(1) 使用方法: 使用前, 将吸管依次用洗液、自来水、蒸馏水洗涤干净。先用滤纸将吸管下端内外的水吸净, 然后取少量所要移取的溶液润洗吸管内壁 2~3 次, 如图 1-4-6 所示, 以保证溶液在移取的过程中浓度不发生改变。

使用移液管吸取溶液时, 用右手(左利手除外)的大拇指和中指捏住移液管标线以上, 将移液管下端伸入溶液液面下 1~



移液管 吸量管
图 1-4-5 吸管

2cm(插入太深会使管外沾附过多溶液,影响量取溶液体积的准确性,太浅往往会产生空吸),左手拿洗耳球,先把球内空气压出,然后把洗耳球的尖端按压在移液管上口,慢慢松开洗耳球使溶液吸入管内。当液面升至标线以上时移去洗耳球,迅速用右手食指按住管口,将移液管提离液面,然后稍松食指使液面下降,直到溶液的凹液面与标线相切,立刻用食指压紧管口。小心地把移液管移入接收容器中,保持移液管垂直,将接收容器稍稍倾斜,使移液管尖端与容器上方内壁接触。松开食指让溶液自然地沿器壁流下,流完后停留 10~15s,取出移液管。若移液管上未标有吹字,切勿把残留在管尖内的溶液吹出,因为在校正移液管时,已考虑了所保留的溶液体积,并未将这部分液体体积计算在内。

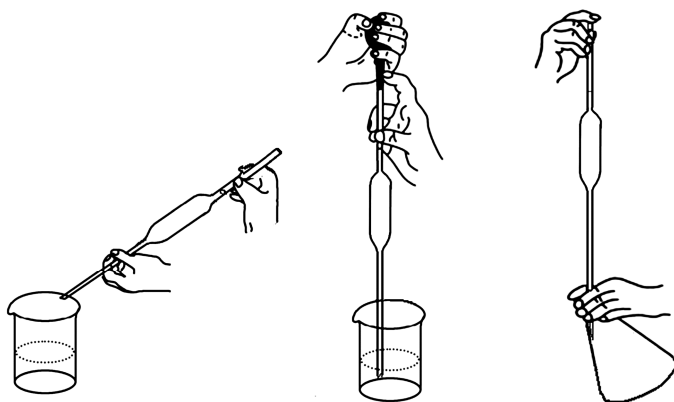


图 1-4-6 移液管的使用

吸量管吸取溶液的方法与移液管相似,不同之处在于吸量管能吸取任意体积的液体。用吸量管量取溶液时,一般使液面从某一刻度(最高线)下降至另一刻度,使两分刻度之间的体积恰好等于所需体积。

(2)注意事项:凡吸量管上标有“吹”字的,使用时必须将管尖内的溶液吹出,不允许保留。另外,刻度有自上而下排列的,还有自下而上排列的,读取刻度时要注意。移液管使用完毕,应洗净放在移液管架上晾干。移液管和吸量管都不能放在烘箱中烘烤,以免引起容积变化而影响测量的准确度。

4. 容量瓶 容量瓶是准确配制一定体积溶液的玻璃仪器,带有磨口玻璃塞或塑料塞,颈部刻有标线,瓶上标有使用温度和体积。常用容量瓶有 10mL、50mL、100mL、250mL、500mL 等规格。

(1)使用方法:使用前要检查容量瓶是否漏水。检查方法是:容量瓶内加水,盖好瓶塞,瓶外水珠用布擦拭干净,左手按住瓶塞,右手托住瓶底,将瓶倒立 1~2min,观察瓶塞周围是否有水渗出。如果不漏,将瓶直立,把瓶塞转动约 180°,再倒立检查一次。

配制溶液前需将容量瓶洗净。如果是用固体物质配制标准溶液,先将准确称取的固体物质置于小烧杯中溶解,再将溶液转入容量瓶中(热溶液应冷却至室温后,才能稀释至标线,否则将造成体积误差)。转移时,使玻璃棒的下端靠在瓶颈内壁,使溶液沿玻璃棒及瓶颈内壁流下,溶液全部流完后将烧杯沿玻璃棒上移,同时直立,使附着在玻璃棒与烧杯嘴之间的溶液流回烧杯中,然后用蒸馏水洗涤烧杯 2~3 次,洗涤液一并转入容量瓶。用蒸馏水稀释至容积 2/3 处,摇动容量瓶,将溶液初步混匀,继续加蒸馏水。近标线时,要改用滴管