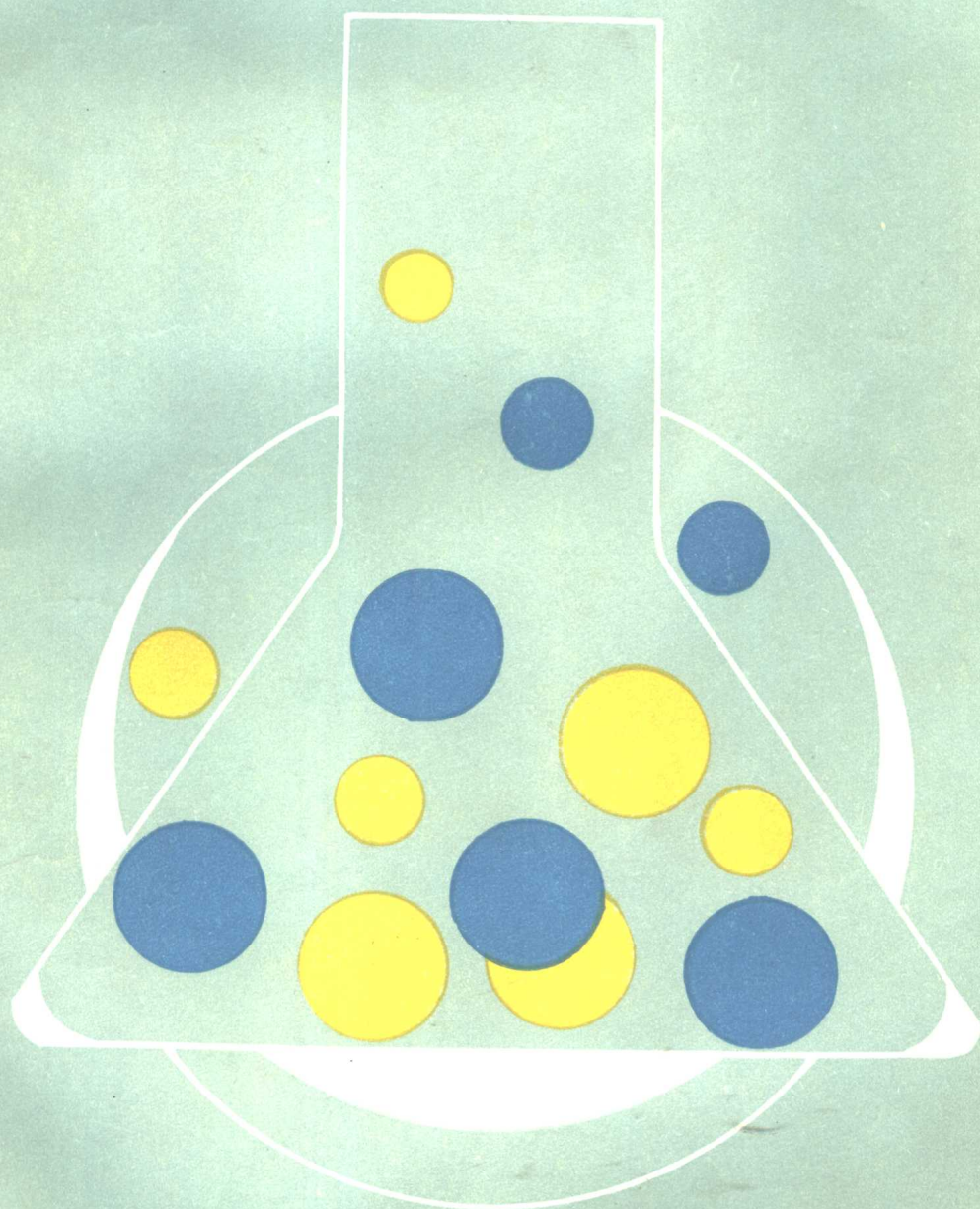


高等学校试用教材

无机化学实验

成都科技大学 华南工学院合编



高等教育出版社

无机化学实验

成都科技大学 华南工学院 合编



本书供高等工业院校化学、化工各专业无机化学实验课程选用作教材。内容以实验技能训练为主。分：基本技能训练；特征常数测定；性质实验；无机制备；设计实验等部分。对实验技术介绍则采用突出特点，分类进行。具体安排既注意了由易到难、由简到繁以及训练的重复性，又注意了内容的多样性和选择性等。本书也可供化学工作者参考。

高等学校试用教材

无机化学实验

成都科技大学 华南工学院 合编

*

高等教育出版社出版

新华书店上海发行所发行

上海中华印刷厂印装

*

开本 787×1092 1/16 印张 12.5 字数 279,000

1987年6月第1版 1987年10月第1次印刷

印数 00,001—5,800

书号 13010·01328 定价 1.80元

编者的话

本书是在总结成都科技大学和华南工学院两校实验教学经验的基础上编写而成的。主要目的为适应无机化学实验独立设课。全书选入 36 个实验, 内容的选择以实验技能训练为主, 培养学生科学的思维能力, 同时适当增加设计实验的内容。各校可根据需要灵活选用。书稿于 1982 年 6 月吸收了部分兄弟院校教材的优点后, 编出了初稿, 经三年多试用后, 反复修改定稿。参加编写的有: 成都科技大学邓学周(实验三、六、十四(二)、二十八、二十九、三十一、三十六(五)(六)、操作技术十一、十三、数据处理), 杨彦发(实验四、七、十六、十七、二十、二十一、二十三、三十二、三十四、三十六(七)、操作技术十二), 任学荣(实验九、十二、二十五、三十六(四)), 华南工学院吴天材(实验一、二、五、八、十、十一、十四(一)、十五、二十七、三十、三十五、操作技术一~七), 肖凤石(实验十三、十八、十九、二十、二十四、二十六、三十三、三十六(一)(二)(三)、操作技术八~十)。最后由成都科技大学串亚权和华南工学院吴天材等统编和定稿。华东化工学院杨炳良、陈培德, 浙江大学景南屏、俞永盛等审稿。

在编写过程中, 两校编者都得到所在教研组的热情帮助, 教研组也提出不少宝贵意见, 在此致以衷心的感谢。

由于编者水平有限, 错误、缺点在所难免, 敬请读者提出批评、指正。

目 录

引言	1
实验室规则	2
实验室安全守则和意外事故处理	3
操作技术和仪器介绍	5
一、常用仪器	5
二、常用玻璃仪器的洗涤和干燥	7
三、反应仪器及其使用	8
四、加热仪器及其使用	8
五、测温仪器及其使用	11
六、容量仪器及其使用	12
七、试剂与试剂配制	14
八、玻璃操作和塞子钻孔	16
九、试纸的使用	18
十、气体的发生、净化、干燥和收集	19
十一、架盘天平和分析天平的使用	21
十二、溶液和沉淀物的分离	26
十三、酸度计及其使用	31
数据处理	38

I

实验一 密度测定	42
实验二 灯的使用和玻璃操作	44
实验三 金属摩尔质量的测定	45
(一) 置换法测镁的摩尔质量	45
(二) 电解法测定金属铜的摩尔质量	47
附 气压计的使用	49
实验四 溶液配制和酸碱滴定	50
实验五 分子量的测定	53
(一) 二氧化碳分子量的测定	53
(二) 硫分子量的测定	55
实验六 化学反应热的测定	57
(一) 锌与硫酸铜置换热的测定	57

(二) 镁与盐酸反应热的测定	59
实验七 化学反应速率	62

II

实验八 电离平衡与沉淀反应	67
实验九 氧化还原与电化学	71
实验十 分子的电性与磁性	74
实验十一 配位化合物	77

III

实验十二 水的净化及纯度测定 (离子交换法)	80
附: 电导仪及其使用	83
实验十三 醋酸电离度和电离常数 的测定	86
实验十四 溶度积常数的测定	88
(一) 碘酸铜溶度积的测定(电动势法)	88
(二) 硫酸钡溶度积的测定(电导法)	90
实验十五 铜锌原电池主要参数测定	93
实验十六 配位化合物的组成和稳 定常数的测定	96
(一) FeSCN^{2+} 稳定常数的测定	96
(二) 磺基水杨酸铁配位离子的组成 和稳定常数的测定	98
附: 分光光度计及其使用	101

IV

实验十七 碱金属和碱土金属	105
实验十八 卤素	109
实验十九 氧、硫	112
实验二十 氮、磷	116

实验二十一	锡、铅、砷、锑、铋	121
(一)	锡、铅	121
(二)	砷、锑、铋	124
实验二十二	铜、银、锌、镉、汞	127
实验二十三	钛、钒、铬、锰	131
(一)	钛、钒	131
(二)	铬、锰	134
实验二十四	铁、钴、镍	139

V

实验二十五	氯化钠的提纯	143
实验二十六	立德粉(锌钡白)的制备	146
实验二十七	复分解法制易溶盐	149
(一)	硝酸钾的制备	149
(二)	碳酸钠制备和氯化铵回收	151
实验二十八	硫化钠的提纯和硫代硫酸钠的制备	154
(一)	非水溶剂重结晶法提纯硫化钠	154
(二)	硫代硫酸钠的制备	155
实验二十九	四氯化锡的制备	157
实验三十	印刷电路废腐蚀液的回收和利用	159
(一)	铜和氯化亚铁的回收	159
(二)	五水合硫酸铜的制备	160
(三)	三氯化铁的制备	162
实验三十一	废定影液中金属银的回收	164

实验三十二	硫酸亚铁铵的制备	166
实验三十三	由白钨矿制取三氧化钨 ...	169
实验三十四	由铬铁矿制取重铬酸钾 ...	171
实验三十五	三氯化六氨合钴的制备 ...	173

VI

实验三十六	设计实验	175
(一)	锌铝合金组成的测定	175
(二)	合金类别的鉴定	175
(三)	常见阳离子的分离和验出	176
(四)	常见阴离子的分离和验出	176
(五)	固体试剂的鉴别	177
(六)	从废银盐液中回收金属银	177
(七)	离子交换法测 PbCl_2 的溶度积	177
附录		178
一、	中华人民共和国法定计量单位表	178
二、	几种金属的密度(20°C , gml^{-1})	180
三、	硫酸水溶液的密度	180
四、	不同单位压力换算对照表	180
五、	不同温度下的饱和水蒸汽压	181
六、	常用酸碱的浓度	181
七、	常见金属化合物在水中的溶解性	182
八、	弱电解质的电离常数	182
九、	溶度积常数(25°C)	183
十、	标准电极电势	184
十一、	常见配离子的稳定常数	188
十二、	常见阳离子的主要鉴定反应	188
十三、	常见阴离子的主要鉴定反应	190
元素周期表		193

引 言

无机化学实验是高等工业院校的化学、化工类专业一年级学生必修的基础课程之一,它担负着培养学生掌握无机化学实验的基本技能和方法的重要任务;它要求学生在教师的指导下亲自动手进行实验,使学生通过对实验现象的仔细观察,直接获得对大量物质变化的感性认识;通过测定实验数据并加以正确处理与概括,从而巩固和加深所学的基本理论和基本知识。实验前必须仔细阅读实验教材,弄清有关实验内容的原理和方法,实验后总结收获及存在的问题,将实验结果、数据处理简明扼要地写成实验报告。通过这门课程的学习,培养学生具有严谨的科学态度,实事求是的作风,严肃认真、有条不紊的良好习惯,并在抽象思维能力、解决实际问题能力、计算、图表绘制、文字表达能力方面,都应得到相应的训练。

根据工科院校基础课程教材的编写要从实际出发,“精选内容、逐步更新、便于教学、保证基础”以及教材要适宜独立设课的精神,在教材编排上,力求以实验技能训练为主线,将内容分为六部分:

一、无机化学实验中一些基本量如质量、长度(体积)、温度、时间等的测定以及常用仪器的使用。这是本课程的基本内容,也是以后实验的基础。

二、无机化学基本理论的验证实验。这是加强理论联系实际,巩固、加深有关的理论知识所必需的。它要求学生熟练掌握试管反应、固液分离、试纸使用等基本技能。

三、一些化合物或化学反应特征常数的测定。借助一些光、电仪器或其它仪器认识化合物或化学反应的性质是学习和研究化学所不可缺少的手段,因此对这些仪器的使用,应有所了解。

四、周期系中元素和化合物的性质实验。这部分内容着重于对物质的溶解性、酸碱性、稳定性、氧化还原性等的观察与验证,以助于无机化学中心内容的学习和掌握。

五、无机制备实验。这是基本技能的综合训练。学习化学不仅要有丰富的化学知识而且要能从各种不同的原料中制备多种化学产品。

六、设计实验。要求通过这部分实验进一步培养学生的综合运用、解决实际问题的能力。

以上各部分的实验都是本课程所需要的。编写时注意了由易到难、由简到繁以及训练的重复性,内容的多样性和选择性。实验技术介绍采用突出特点,分类进行,便于学生灵活正确使用,以期打下一定的实验技术基础。对与目前使用的各种无机化学教材的相互配合以及学生的实际情况也进行了考虑。

为便于节约药品,在保证实验现象明显的前提下,本书各实验中药品用量尽可能采用最小量。

实验室规则

1. 遵守纪律,保持肃静。
2. 集中思想,认真操作,仔细观察,如实记录。
3. 遵守试剂取用规则,注意节约药品。
4. 爱护实验设备,精心使用仪器,注意节约水、电、酒精和煤气。
5. 使用精密仪器时严格按照操作规程进行操作,细心谨慎,以免损坏仪器。若发现仪器有故障,立即停止使用,并报告指导教师,及时排除故障。
6. 实验完毕,将仪器洗涤干净,搞好实验台清洁卫生,检查水龙头、电门是否关好。
7. 废纸、火柴梗等应倒入垃圾箱内,废液应倒在废液缸内,严禁倒入水槽,以防水槽堵塞和腐蚀。
8. 实验室的药品、仪器材料和工具等不得携带出实验室。

实验室安全守则和意外事故处理

化学药品中,有很多是易燃、易爆、具有腐蚀性和有毒性的。所以在实验工作中要十分注意安全,遵守安全守则,不能麻痹大意。由于各种原因,万一发生事故,应立即进行处理。

1. 一切有毒或恶臭物质的实验都应在通风柜内进行。
 2. 绝对不允许任意混合不明性质的各种化学药品,以免发生意外事故。
 3. 不纯的氢气遇火易爆炸,操作时严禁接近烟火。点燃氢气前必须先检验并确保纯度。银氨溶液不宜保存,久置也易引起爆炸。某些强氧化剂(如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等)或其混合物不能研磨,以免引起爆炸。
 4. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿使其溅在皮肤或衣服上,尤其要注意眼睛。稀释时(特别是稀释浓硫酸)应将它们慢慢倒入水中,并不断搅拌,不能相反操作,以免迸溅。
 5. 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷化合物、汞化合物,特别是氰化物)不能进入口内或接触伤口,剩余的废液也不能随便倒入下水道。
 6. 金属汞易挥发,它通过人的呼吸进入体内,逐渐积累会引起慢性中毒,不能把汞洒在桌上或地上。一旦洒落,必须尽可能收集起来,并用硫磺粉洒在有汞的地方,使汞转变成不挥发的硫化汞。
 7. 加热试管时,不要将管口对着自己或别人,更不能俯视正在加热的液体,以免液体溅出而烫伤。
 8. 在嗅气体气味时,鼻子不能直接对着瓶口或管口,而应用手把少量气体轻轻扇向自己。
 9. 水、电、气用毕后应立即关闭。
 10. 实验室内严禁饮食和吸烟。实验完毕后,应洗净双手才可离开实验室。
- 实验过程中,万一发生事故,可采取如下措施:

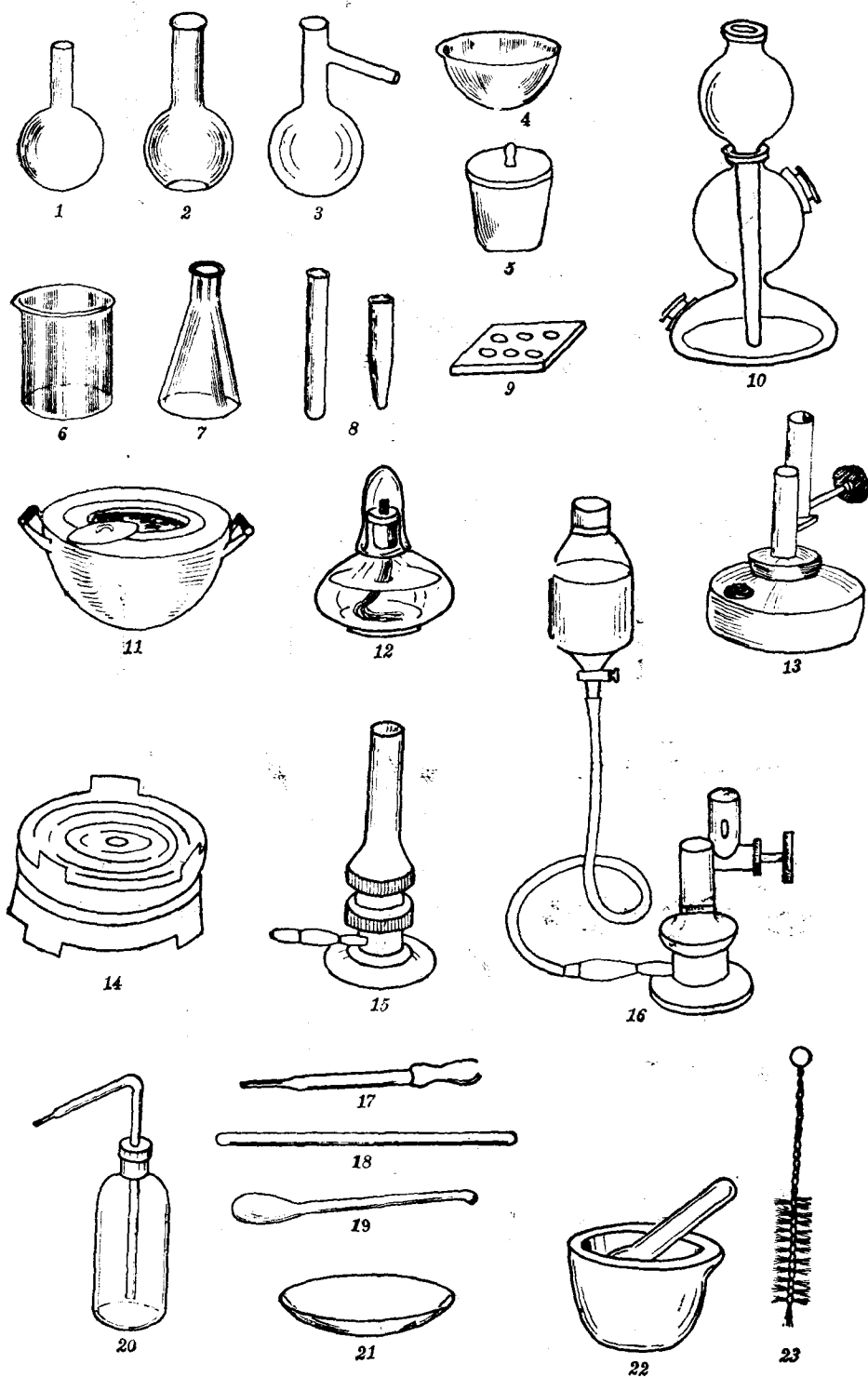
1. 割伤应立即用药棉花擦净伤口,并用碘酒涂抹,再用纱布包扎。若伤口过大,应立即到医务室治疗。
2. 烫伤切勿用水冲洗,在伤口处抹上黄色苦味酸溶液、高锰酸钾稀溶液、烫伤膏、凡士林或万花油均可。
3. 酸或碱溅入眼内:立刻用大量水冲洗,然后用碳酸氢钠溶液或硼酸溶液冲洗,最后再用水冲洗。
4. 毒物进入口内:将 5~10 ml 稀硫酸铜溶液加入一杯温水中内服后,用手指伸入咽喉部位,促使呕吐,然后立即送医院。
5. 吸入刺激性或有毒气体:吸入氯、氯化氢气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒。吸入硫化氢气体而感到不适时,立即到室外呼吸新鲜空气。
6. 触电:首先切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

7. 起火要根据起火原因,选用合适方法灭火。一般小火,可用湿布、石棉布或砂子覆盖燃烧物。火势大时,可使用泡沫灭火器。电器设备所引起的火灾,应立即切断电源,并用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火。衣服着火时,脱下衣服或用石棉布覆盖着火处或就地卧倒打滚。

8. 无论什么原因受伤,伤势重者立即送医院。

操作技术和仪器介绍

一、常用仪器(见图0-1)





1—圆底烧瓶； 2—平底烧瓶； 3—蒸馏烧瓶(支管烧瓶)； 4—蒸发皿； 5—坩埚； 6—烧杯； 7—锥形瓶(三角瓶)； 8—试管、离心试管； 9—点滴板； 10—启普发生器； 11—水浴锅； 12—酒精灯； 13—座式酒精喷灯； 14—电炉； 15—煤气灯； 16—挂式酒精喷灯； 17—吸管； 18—玻璃棒； 19—药匙； 20—洗瓶； 21—表面

皿; 22—研钵; 23—试管刷; 24—量杯; 25—量筒; 26—容量瓶; 27—吸量管; 28—移液管; 29—酸式滴定管; 30—碱式滴定管; 31—分液漏斗; 32—吸滤瓶; 33—布氏漏斗; 34—干燥器; 35—漏斗; 36—试剂瓶; 37—滴瓶; 38—广口瓶; 39—称量瓶; 40—试管夹; 41—石棉铁丝网; 42—坩埚钳; 43—泥三角; 44—漏斗架; 45—试管架; 46—铁三角架; 47—滴定管夹; 48—铁夹; 49—铁圈; 50—铁柱

图 0-1 常用仪器

二、常用玻璃仪器的洗涤和干燥

1. 仪器洗涤

化学实验中使用的玻璃仪器常沾附有化学药品、反应产物及灰尘、油污等。这些物质有易溶于水的,也有难溶于水的。有的与仪器沾附得紧密,也有与仪器沾附得不那么紧密。在进行实验前后都应洗涤,以保证所进行的实验不受污染而影响实验结果。

仪器洗涤一般可用水刷洗。将玻璃仪器用水淋湿后,用毛刷刷拭仪器,促使可溶物质溶解,不溶物质脱落,再用水冲洗干净即可。

若用水洗刷仍达不到目的时,刷洗时毛刷可蘸上去污粉、洗衣粉或肥皂,刷拭至仪器干净为止。

对于有些口径细小(如移液管、容量瓶等)用毛刷难以刷拭的仪器,可用铬酸洗液(30%重铬酸钾 15 g 与浓硫酸 140 g 的混合溶液,有强酸性和强氧化性)浸洗。即在仪器中倒入一些铬酸洗液,慢慢摇动或转动仪器,使仪器内壁都沾上铬酸洗液,稍等片刻,待铬酸洗液与污物充分作用,再用水冲洗干净(铬酸洗液用后倒回原瓶中,可以反复使用至失效为止,失效时溶液呈绿色)。

当有些玻璃仪器的洗涤用上述方法仍不能达到目的时,则应根据仪器沾污物的特性,采用相应的药品进行处理。例如,仪器上沾有二氧化锰,可用浓盐酸或浓硫酸使之溶解;又如,银镜反应时沾附的银可用浓硝酸使之溶解等。

用自来水洗净的仪器,还需用蒸馏水或去离子水荡洗二、三次,以除去自来水中的少量钙、镁、氯等离子。

洗净的玻璃仪器应该透明且不挂水珠。

2. 仪器干燥

实验用的仪器除要求洗净外,有些实验还要求仪器干燥,不附有水膜。例如,用于精密称量中的盛载器皿、用于计量或盛一定浓度溶液的仪器等。

仪器的干燥就是把沾附在仪器表面的水分除去。方法是多样的,可以让仪器表面的水分自然蒸发,也可以用气流或加热等加速水分的蒸发,还可以用与水互溶且易挥发的溶剂(如酒精、丙酮等)改变水膜的成分使之易于挥发等等。

将洗净的仪器倒去积水,倒置于仪器架上或放置在干净、通风的地方,让沾附在仪器表面的水分自然蒸发——晾干。此法需时间较长,仪器的放置必须稳定,防止倾倒损坏。

洗净的仪器如需迅速干燥,则可用干燥的压缩空气或用热的气流(使用电热吹风等)直接吹在仪器上进行干燥,或将仪器放在电热干燥箱内加热干燥。放置的仪器口要朝上,温度不宜过高,一般应控制在 100℃ 以下。能加热的仪器如试管、烧杯、蒸发皿等可以直接在火焰

上烘烤干燥。烘烤仪器时,火焰要微弱,温度不宜过高,同时要时时移动仪器或火焰的位置,使仪器各部分受热均匀。另外还要注意蒸发出来的水汽不要冷却后倒流回受热的地方,以免引起强烈的温差使仪器破裂,如加热干燥试管时,管口要始终朝下。

三、反应仪器及其使用

实验中用于进行化学反应的仪器如烧瓶、烧杯、试管等,它们均由玻璃制成,壁薄而且均匀,耐热温度较高,常作反应容器,可承受一定温度的加热。但不能骤冷骤热,加热要注意均匀。

仪器规格是以最大盛载体积标志的,实际使用时按反应物质数量多少选用。烧瓶口径细小用于较长时间加热,反应时可以减少反应物的蒸发。烧杯口径较大便于搅拌使反应物混合均匀。试管则用于少量物质的反应,便于观察。

蒸发皿、坩埚常见为瓷质、壁薄、均匀,能耐受较高温度的加热,用于固相物质在较高温度下的反应。蒸发皿口径大,也常用于溶液的加热蒸发和浓缩。

点滴板是一有若干凹穴的厚瓷板。表面有白色或黑色两种。用于一、二滴微量物质在普通情况下的反应,节约药品,方便观察。

启普发生器或称气体发生器由特制的葫芦形容器和球形漏斗组成,用于普通情况制备气体如二氧化碳、硫化氢等。此仪器装置是利用本身产生的气体压力使溶液和固体分开,中断反应。气体可以连续发生,亦可间断发生,使用方便。但要求反应物中的固态物质要呈块状,以便自身支撑在葫芦形容器的中部及减少气体的阻力。容器由玻璃制成,壁厚不能加热,若需要加热的反应则不能使用此仪器(有关气体发生的反应仪器及其使用详见十)。

四、加热仪器及其使用

实验中用于加热的仪器或设备一般分为灯、电热设备和浴。

1. 灯常用的有酒精灯、酒精喷灯和煤气灯等。

(1) 酒精灯是用酒精作燃料的加热器。其火焰温度在 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$ 。多数化学实验都可用酒精灯进行加热,使用方便,比较安全。但由于酒精的沸点(78.3°C)、闪点^①($11\sim 13^{\circ}\text{C}$)都较低,又能与空气形成爆炸混合物(酒精蒸气体积百分数在 $3.1\sim 20$ 时的气体混合物遇火会发生爆炸),酒精灯的颈口与灯头的连接是活动的,所以使用酒精灯时应注意:

① 灯内酒精不可装得太满,一般不应超过酒精灯容积的三分之二,以免移动时容易倾出或在点燃时受热膨胀而溢出。

② 点燃酒精灯之前应先将灯头提起,吹去灯内的酒精蒸气。

③ 点燃酒精灯时要用火柴引燃,不能用燃着的酒精灯引燃。

④ 熄灭酒精灯时要用灯罩盖熄火焰,不能用口去吹。

⑤ 酒精灯连续使用的时间不能过长,避免火焰使酒精灯本身灼热后,灯内酒精大量气化

① 闪点又称闪燃点,是液体表面上的蒸气和空气的混合物与火焰接触而初次发生蓝色火焰闪光时的温度。

而形成爆炸混合物。

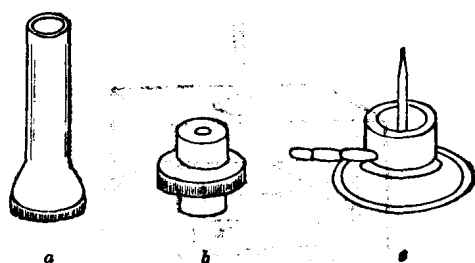
(2) 酒精喷灯亦是用酒精作燃料的加热器, 但酒精喷灯是先将酒精气化后与空气混合才燃烧的。因此酒精在酒精喷灯中的燃烧速度快, 单位时间发热量大, 火焰温度高, 约 900°C 左右, 而且火焰受气流影响小, 温度稳定。

常用的酒精喷灯有挂式和座式两种。挂式酒精喷灯的酒精贮存在悬挂于高处的贮罐内; 而座式喷灯的酒精则贮存于灯座内。酒精喷灯除贮罐、灯座外, 尚有预热盆、灯管等部分, 灯管由传热性能良好的铜制成, 使用前先在预热盆内注上酒精, 然后用火柴点燃以预热灯管, 待预热盆内的酒精将近燃完时, 若用挂式喷灯则将酒精贮罐下的开关打开, 让酒精沿胶管流下进入灯座再上升至灯管, 由于灯管已预热, 进到灯管的酒精即行气化, 再打开灯管处的蒸气开关, 让酒精蒸气经管口喷出。在灯管上部有一空气入口, 酒精从灯管喷出时同时从空气入口带入空气, 并在灯管上部混合, 用火柴在灯管口处点燃则可得到温度很高的火焰, 再调节蒸气开关使火焰大小合适。火焰点燃后, 酒精气化的热量则由火焰本身灼热灯管继续供给, 不需再在预热盆中燃烧酒精。使用完毕后, 关上蒸气开关及贮罐下的酒精开关, 火焰即自行熄灭。座式喷灯预热后(预热盆的酒精将近燃完时), 开启开关, 酒精即从灯座进入灯管而受热气化, 并与来自空气入口的空气混合而燃烧, 火焰大小亦由开关调节, 使用完毕后放松贮罐上的螺丝帽, 降低罐内的蒸气压力, 使火焰自行熄灭。

注意: 酒精喷灯在点燃前的预热必须充分, 一定要使喷出的酒精全部气化, 不能让酒精呈液态喷出, 以免使带火焰的酒精四处洒落酿成事故。如预热不充分, 应立即关闭开关, 重新预热。

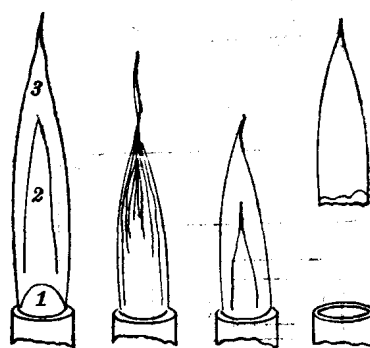
(3) 煤气灯是用可燃气体作燃料的加热器, 与酒精喷灯相似, 燃烧速度快, 火焰温度高且稳定。

煤气灯一般由灯头、灯座、灯管等部分组成(见图 0-2), 可燃气体与空气进入灯管混合前分别由开关控制。要使煤气灯得到合适的火焰, 燃气和空气的混合比例是相当重要的。燃气与空气的比例混合适当, 燃烧的火焰几乎无色, 呈不光亮的锥形(见图 0-3 a)。



a 灯管 b 灯头 c 灯座

图 0-2 煤气灯的组成



a b c d

图 0-3 煤气灯火焰

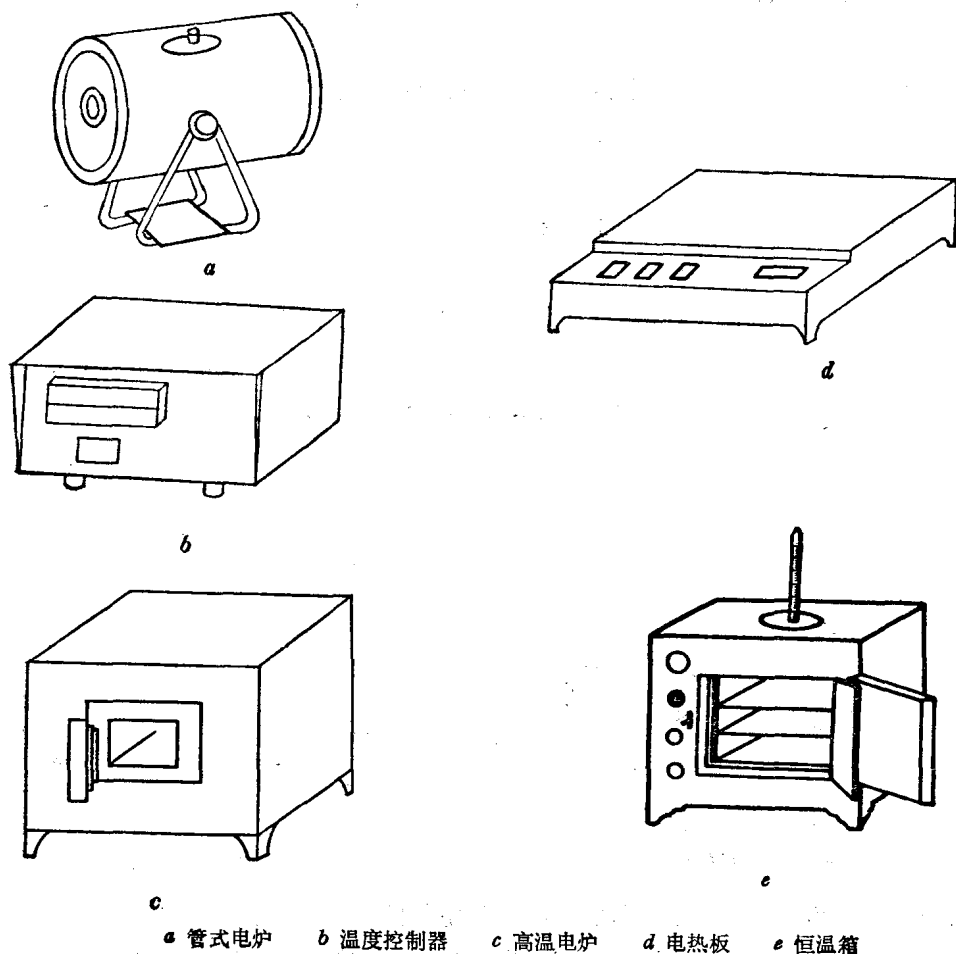
火焰可分为三个区域: 1. 为未燃烧的燃气与空气的混合区, 温度低; 2. 为不完全燃烧的燃气, 温度不高, 火焰有还原性称还原焰; 3. 为燃气完全燃烧, 温度最高, 空气过量, 火焰有氧化性。

化性称氧化焰。如燃气与空气混合的比例不当：若空气不足或无空气时，灯管喷出几乎为燃气，此时燃气燃烧不完全，火焰呈黄色，冒烟，温度不高(见图 0-3 b)；若空气过多或燃气不足时，燃气在灯管内燃烧，火焰大部分在灯管内，管口只见一细长的火焰称为侵入火焰(见图 0-3 c)，发生侵入火焰时，灯管会发生轻微的嘶嘶声，由于火焰的烘烤，灯管的温度很高；若燃气与空气的量都很大，燃烧的火焰会凌空脱离灯管称凌空火焰(见图 0-3 d)，凌空火焰的气流速度大，带走的热量多，引燃的火柴离开灯管或熄灭时，火焰也随着熄灭。

煤气灯使用的气体无论是煤气、重油气化气或石油加工气都含有有毒成分。可燃成分与空气混合后也会形成爆炸混合物，其中的含硫化合物又带有不愉快的气味，所以煤气灯不用时，燃气开关必须关闭，使用时亦应先擦着火柴再打开燃气开关点燃燃气，然后调节进入的空气量直至二者比例适当，火焰正常为止。使用完毕，煤气灯的燃气入口和煤气开关必须关好，以防燃气逸散造成事故。

2. 电热设备

电热设备有各种不同形式的电阻炉。如普通电炉、管式电炉、高温电炉(亦称马福炉)以及电热板、恒温箱等。它们都是使电流通过电热丝(电阻丝)而发热。视加热物质的不同要求可



a 管式电炉 b 温度控制器 c 高温电炉 d 电热板 e 恒温箱

图 0-4 电热设备

选用不同功率、不同形式的电炉。

(1) 普通电炉用于一般加热。其温度可用调节输入电压(加接一可调变压器)来控制。

(2) 管式电炉功率较大、温度较高,可达 1000°C 以上,炉膛呈管形(见图 0-4 a)。加热试样放在瓷管或瓷舟中推入炉膛加热。也可通入气体与之反应或作保护气氛。温度控制一般另加电子温度控制器自动控制(见图 0-4 b),亦可用调节输入电压来控制。

(3) 高温电炉与管式电炉相似,功率较大,炉膛为一长方体形(见图 0-4 c)。试样置于坩埚中放入炉膛加热。温度一般亦由电子温度控制器自动控制。

(4) 电热板(见图 0-4 d)与电炉相似,加热面积大,是电流通过电热丝发热后再传到金属板上。用于加热体积较大或数量较多的试样。

(5) 恒温箱或称电热恒温干燥箱(见图 0-4 e),既可用作仪器的干燥(见仪器干燥),亦可作为加热设备;但蒸发出的气体要求无腐蚀性,以免损坏设备。

3. 浴(水浴和砂浴):物质在加热时若要求加热面积大、温度稳定除可采用管式电炉、高温电炉、电热恒温箱等电热设备外,亦可由热源加热某种介质如水、砂等,然后再由介质传到加热物体上,即所谓水浴、砂浴……等。水浴是用灯或电炉将水加热后,再将盛载要加热的物质的容器泡浸在热水中进行加热。若盛载加热物质的容器放在水面上方,由水蒸发出的热蒸汽进行加热则称为蒸汽浴。砂浴则是将细小的砂粒加热后将盛载加热物质的容器藏于砂堆中进行加热。

五、测温仪器及其使用

物质的温度指的是物质的冷热程度;它常用温度计进行测量。温度计主要是由一种与测量物质不同的所谓测温质的物理变化,如体积的膨胀、热电势的产生、电阻辐射强度等与温度的变化有一定关系的物质构成。例如,常见的水银温度计、酒精温度计等液体温度计是利用水银、酒精等液体的体积变化随温度的改变而制成的。水银、酒精等测温质一般固封于温度计的玻璃毛细管中。玻璃脆弱易碎,软化点约为 450°C ,且水银在常压下的凝固点为 -39°C ,沸点为 365.7°C ,所以使用温度计时要注意测量范围,避免所测温度过高或过低,避免碰撞和温度突然变化。

电阻温度计则是利用物质的电阻随温度改变而制成的。热电偶温度计则是利用金属的热电效应而制成的。

所谓热电效应是在两种不同的金属丝构成的闭合回路中(见图 0-5),如果两接触点的温度不同,闭合回路就有电流产生,即有电动势,又称热电势,热电势的大小与金属的两个接触点的温度有关。若在回路中接上毫伏计,测出回路的热电势即可确定热端的温度。这种由两种

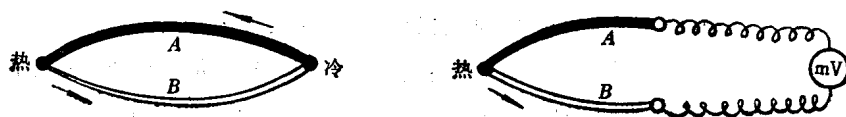


图 0-5 热电偶

不同金属丝构成的系统称为热电偶。

温标或温度的标尺,常用两个固定的温度点,即在 101325 Pa 下冰的熔点和水的沸点。在国际百分温标中,冰的熔点为 0°C , 水的沸点为 100°C , 在这两点间分为 100 等分; 在开尔文温标中,冰的熔点为 273.16 K , 水的沸点为 373.16 K , 两点之间亦分为 100 等分; 华氏温标中,冰的熔点为 32°F , 水的沸点为 212°F , 两点间分为 180 等分。

六、容量仪器及其使用

实验中用于量度液体体积的容量仪器都有刻度,其中量杯、量筒、吸量管、滴定管等有分刻度;移液管、容量瓶等只有单刻度。按使用要求,刻度划分有大有小。小的如 0.1 ml 或更小,大的有 10 ml 或更大。为了使仪器具有一定的准确性,容量仪器都比较细长。盛载液体后液面一般都呈弯月形。在读取容量时,常以弯月面的最低点为准,即仪器在垂直位置,视线与液面在同一水平线,弯月面最低点与刻度线水平相切的刻度为液体体积的读数(见图 0-6)。在读取滴定管的体积时要注意在滴定管活塞以下至尖端部分一定要充满液体,不能残留气泡。因为用滴定管量度体积,液体是经活塞从尖端放出的,若读数后,液体才填充气泡的位置,就会带来不可知的误差。排除气泡的方法是将滴定管充满液体后,全开活塞让液流把气泡冲出。如仍有气泡,可将滴定管尽量倾斜,再全开活塞,让液流把气泡冲出。碱式滴定管则可把胶管向上弯曲(见图 0-7),提高气泡的相对高度,再让液流冲出气泡。

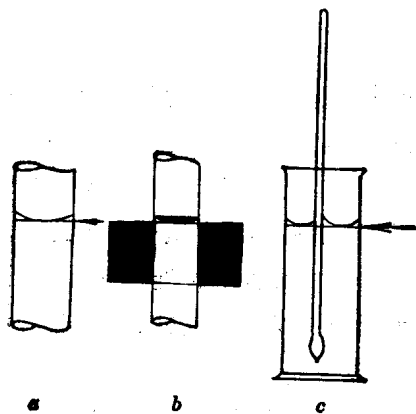


图 0-6 容量仪器的读数

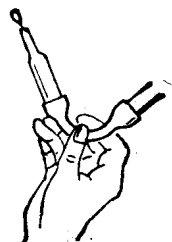


图 0-7 碱式滴定管气泡排除法

容量仪器的规格是以最大容量标志的,并标有使用的温度,不能加热,也不能用来量度与使用温度相差太大的液体,更不能作反应器使用。

量杯、量筒常用于液体体积的一般量度。

移液管用于准确地转移一定体积的液体。方法是右手持移液管将尖端插入要转移的液体中,左手用洗耳球(先挤出空气)在移液管的上口将液体吸入管中至刻度以上(见图 0-8 a),并立即用右手的食指按住管口(见图 0-8 b),然后用姆指和中指转动移液管,使按住的食指稍微松动,液体则因食指按压的松动而慢慢流出,液面下降,直至液面最低点与刻度线水平面相切时,右手食指重新按紧管口,将液体移至盛器中,移液管尖端应紧靠盛器内壁,放开食指让液体