



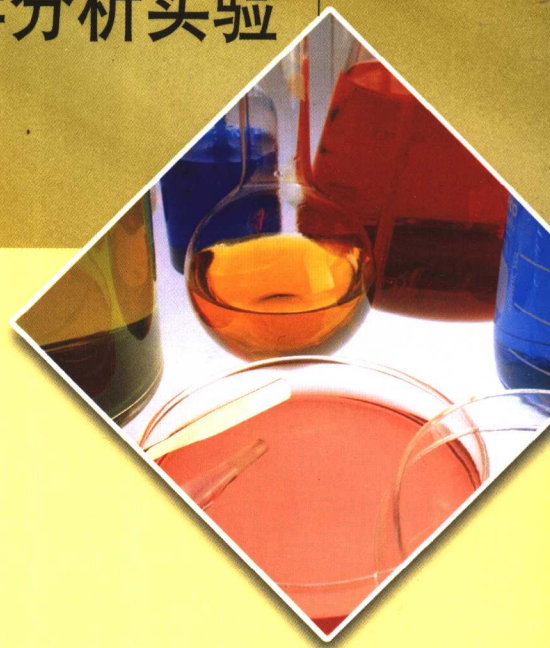
普通高等教育“十五”国家级规划教材

基础化学实验 (上册)

无机化学和化学分析实验

吉林大学

徐家宁 门瑞芝 张寒琦 编



Chemistry



高等教育出版社
Higher Education Press

普通高等教育“十五”国家级规划教材

基础化学实验

上册

无机化学和化学分析实验

吉林大学

徐家宁 门瑞芝 张寒琦 编

高等教育出版社

内容提要

本书为普通高等教育“十五”国家级规划教材,是世行贷款 21 世纪初高等教育教学改革项目“化学实验课程体系和教学模式的创新与实践”课题研究成果,与张寒琦主编的《综合和设计化学实验》教材配套使用。

本书分为上、中、下三册,每册都可独立使用。上册为无机化学和化学分析基础实验,中册为有机化学基础实验,下册为物理化学和仪器分析基础实验。每册都包括实验基础知识、基础实验、综合实验和设计实验内容。实验内容按照由浅入深、循序渐进的原则编写,将化学实验的基本技能、基本操作和仪器的使用等融入各实验项目中。

本书可作为综合性大学化学类各专业和其他高等院校与化学相关专业的教材和参考书。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验 .上册,无机化学和化学分析实验/徐家宁, 门瑞芝,张寒琦编. —北京:高等教育出版社,2006.5

ISBN 7-04-019323-X

I.基... II.①徐...②门...③张... III.化学实验-高等学校-教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 031868 号

策划编辑	岳延陆	责任编辑	朱 仁	封面设计	于文燕	责任绘图	朱 静
版式设计	王 莹	责任校对	殷 然	责任印制	毛斯璐		

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街 4 号
邮政编码 100011
总 机 010-58581000

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司
印 刷 北京未来科学技术研究所
有限责任公司印刷厂

开 本 787×1092 1/16
印 张 17.5
字 数 420 000

购书热线 010-58581118
免费咨询 800-810-0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landaco.com>
<http://www.landaco.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版 次 2006 年 5 月第 1 版
印 次 2006 年 5 月第 1 次印刷
定 价 18.60 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 19323-00

郑 重 声 明

高等教育出版社依法对本书享有专有出版权。任何未经许可的复制、销售行为均违反《中华人民共和国著作权法》，其行为人将承担相应的民事责任和行政责任，构成犯罪的，将被依法追究刑事责任。为了维护市场秩序，保护读者的合法权益，避免读者误用盗版书造成不良后果，我社将配合行政执法部门和司法机关对违法犯罪的单位和个人给予严厉打击。社会各界人士如发现上述侵权行为，希望及时举报，本社将奖励举报有功人员。

反盗版举报电话：(010) 58581897/58581896/58581879

传 真：(010) 82086060

E - mail：dd@hep.com.cn

通信地址：北京市西城区德外大街 4 号

高等教育出版社打击盗版办公室

邮 编：100011

购书请拨打电话：(010)58581118

前 言

本书为普通高等教育“十五”国家级规划教材,是我们为承担的世行贷款 21 世纪初高等教育教学改革项目——“化学实验课程体系和教学模式的创新与实践”课题编写的两套实验教学改革教材之一,与《综合和设计化学实验》教材配套使用。

根据教材的内容和篇幅,本教材分为上、中、下三册。上册为无机化学和化学分析基础实验,中册为以有机合成为主的有机化学基础实验,下册为物理化学和仪器分析基础实验。使用本教材时可根据教学进度和教学大纲的要求进行取舍、组合,不必拘泥于教材的编写顺序。

基础化学实验课是化学及相关学科学生必修的一门主干课程,本教材就是专为这门课程编写的配套教材。本教材是在吉林大学出版社出版的《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》系列教材的基础上并充分吸收近年来化学研究和实验教学改革的最新成果编写而成的。借本教材出版之际,对多年来为本教材出版做出贡献的吉林大学化学学院从事实验教学的教师和实验技术人员表示最诚挚的谢意。

本教材是将传统的四大基础化学实验和仪器分析实验内容进行改革和重组后合并为一门独立的化学实验课使用的实验教材。在保留经典的重要实验内容并吸收同类教材优点的同时,本教材还突出以下特色:

1. 合理选择实验内容。将无机化学实验、化学分析实验、有机化学实验、物理化学实验和仪器分析实验内容合理取舍,使各部分实验内容所占比例更科学、合理。
2. 巧妙编排各部分实验内容。教材的内容不是各基础实验内容的简单组合,而是在对各基础实验内容进行筛选、归类、优化的基础上,进行合理编排。注意了各部分实验内容的内在联系和互相渗透,减少不必要的重复。
3. 增加教材的实用性。教材的内容基本上都是为学生开出的实验。重新设计了一些具有知识性、趣味性、实用性的实验内容,使实验内容更贴近生产、生活和科研实际。剔除了那些陈旧、过时、重复性差和一般实验室难以进行的实验内容。
4. 注重基础。本教材的内容包括化学学科的基本实验、基本实验操作和实验技能训练,意在为学生打下扎实的实验基本功和标准化的实验操作技能,为学生进行综合实验和设计实验乃至走向社会打下坚实的基础。

本书由徐家宁和张寒琦主编。上册中无机化学实验部分主要由徐家宁、张萍和清华大学崔爱莉编写;化学分析实验部分主要由门瑞芝和张寒琦编写,王英华编写了部分实验项目。中册主要由张锁秦编写。下册主要由朱万春和张忆华编写。宋文波、丁兰、张萍、师宇华、罗旭阳、杨任飞和曹延波等撰写了部分仪器分析实验项目。魏士刚、屈学俭、刘庆文、范勇、王莉、石晶、王宇等在文字编排方面做了许多工作,在此表示感谢。

由于编者水平有限,实践经验不足,书中错误难免,敬请读者批评指正。

编 者
2005 年 12 月

目 录

第一部分 化学实验基础知识

一、实验室安全知识	1
二、玻璃器皿的洗涤	2
三、仪器的干燥	3
四、加热方法	3
五、玻璃工操作与塞子钻孔	6
六、天平的使用方法和称量方法	8
七、液体体积的度量仪器及使用 方法	12
八、化学试剂的规格和取用	16
九、气体的发生、净化与收集	17
十、固体与溶液的分离和结晶	18
十一、定量和定性分析滤纸的规格	21
十二、纯水的制备及检定	21
十三、溶液的配制方法	23
十四、常用溶剂所适用的坩埚	24
十五、实验数据的记录、处理和 实验报告	25
十六、化学实验课的要求	27

第二部分 基础实验

一、无机化学基本操作和基本原理

实验	28
实验 1 煤气灯的使用及玻璃工 操作	28
实验 2 天平的使用	29
实验 3 摩尔气体常数的测定	30
实验 4 二氧化碳相对分子质量 的测定	33
实验 5 溶液的配制与酸碱滴定	35
实验 6 阿伏加德罗常数的测定	37
实验 7 氯化铵生成热的测定	39
实验 8 凝固点降低法测定萘的相	

对分子质量	41
-------------	----

实验 9 醋酸解离常数的测定	44
实验 10 硫酸铜结晶水的测定和大 单晶的培养	45
实验 11 化学反应速率和活化能的 测定	47
实验 12 光度法测定碘酸铜的溶度 积常数	50
实验 13 水溶液中的平衡	53
实验 14 光度法测定三价铬配合物 的分裂能	55
实验 15 氧化还原反应和电化学	57
实验 16 配位化合物的生成和性质	61
实验 17 磺基水杨酸合铁配合物的 组成和稳定常数的测定	64

二、无机化合物的制备实验

实验 18 水合硫酸铜的制备	67
实验 19 硫酸亚铁铵的制备	68
实验 20 A 型分子筛的合成和性能	70
实验 21 锌系列化合物的制备	71
实验 22 由钛铁矿制备二氧化钛	73
实验 23 由白钨矿制备三氧化钨	75
实验 24 电解法制备高锰酸钾	77
实验 25 由铬铁矿制备重铬酸钾	78

三、元素性质实验

实验 26 卤素	81
实验 27 氧和硫	83
实验 28 氮和磷	86
实验 29 碳、硅、硼	88
实验 30 锑和铋	90
实验 31 锡和铅	92
实验 32 铜和银	94
实验 33 锌和汞	96
实验 34 钛和钒	98

实验 35	钼和钨	100	实验 58	离子交换树脂交换容量的测定	166
实验 36	铬和锰	102	实验 59	邻二氮菲分光光度法测定铁	169
实验 37	铁、钴、镍	104	实验 60	光度法测定水中的六价铬	172
四、定量分析基本操作实验		108	实验 61	萃取光度法测定钢中的钒	174
实验 38	天平称量练习	108	实验 62	偶氮胂Ⅲ光度法测定合金钢中稀土总量	178
实验 39	重量法操作练习	109			
实验 40	滴定分析的基本操作及滴定法操作练习	111	第三部分 综合实验		
实验 41	容量分析仪器的校准	116	实验 63	从含碘废液中回收碘	182
实验 42	高锰酸钾溶液的配制与标定	120	实验 64	二草酸根合铜(Ⅱ)酸钾的制备与组成分析	183
五、定量分析基础实验		123	实验 65	过氧化钙的制备及含量的分析	187
实验 43	钡盐中钡的测定(硫酸钡重量法)	123	实验 66	三草酸根合铁(Ⅲ)酸钾的制备、性质和组成	189
实验 44	钢中镍含量的测定——丁二酮肟镍重量法	126	实验 67	无水三氯化铬的制备和组成的测定	191
实验 45	工业纯碱中总碱量的测定	129	实验 68	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备、性质和组成	194
实验 46	混合碱的组成及其含量的测定	131	实验 69	水泥中铁、铝、钙、镁的测定	196
实验 47	有机酸含量的测定	133	实验 70	石灰石中钙的测定(高锰酸钾间接滴定法)	203
实验 48	阿司匹林含量的测定	135	实验 71	大豆中钙、镁、铁含量的测定	205
实验 49	水硬度的测定	137			
实验 50	溶液中铋和铅的连续测定	141	第四部分 设计实验		
实验 51	重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量	143	实验 72	由烂板液制取氯化铜	208
实验 52	碘量法测定铜合金中铜的含量	147	实验 73	从废定影液中回收银	208
实验 53	直接碘量法测定维生素 C	151	实验 74	含铬废液的处理	209
实验 54	高锰酸钾法测定水溶液中 H_2O_2 含量	154	实验 75	酸碱滴定设计实验	210
实验 55	水中化学耗氧量(COD)的测定	155	实验 76	配位滴定设计实验	210
实验 56	溴酸钾法测定废水中的酚类	157	实验 77	氧化还原滴定设计实验	211
实验 57	氯化物中氯的测定	160	实验 78	应用型组分分析设计	

实验	211
----------	-----

第五部分 定性分析和分离鉴定实验

实验 79 离子交换层析法分离铁和钒	212
实验 80 纸上层析法分离 Ni^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Fe^{3+} 和 Cu^{2+}	214
实验 81 纸上层析法分离氨基酸	217
实验 82 离子的定性分析反应与实验方法	221
实验 83 定性分析常用仪器和定性分析操作	248

附录

附表一 弱酸在水中的解离常数 (25 °C)	255
附表二 弱碱在水中的解离常数 (25 °C)	256
附表三 配合物的稳定常数 (18~25 °C)	257

附表四 氨羧配位剂类配合物的稳定常数 (18~25 °C)	260
附表五 标准电极电位表 (18~25 °C)	261
附表六 几种常用的酸碱指示剂	263
附表七 常用酸碱混合指示剂	264
附表八 氧化还原指示剂	264
附表九 金属离子指示剂	265
附表十 化合物的相对分子质量	265
附表十一 相对原子质量 (1981 年国际原子量)	267
附表十二 常用缓冲溶液的配制	268
附表十三 本书中所使用的量和单位	269
附表十四 Grubbs 舍弃界限 T 值表	269
附表十五 数据舍弃 Q 检验法	270
附表十六 市售酸碱试剂的含量和密度	270

第一部分 化学实验基础知识

一、实验室安全知识

(1) 实验前要了解电源、消防栓、灭火器、紧急洗眼器的位置及正确的使用方法;了解实验室安全出口和紧急情况时的逃生路线。

(2) 实验时要身着长袖、过膝的实验服,不准穿拖鞋、大开口鞋和凉鞋。不准穿底部带铁钉的鞋。

(3) 长发(过衣领)必须束起或藏于帽内。做实验期间必须戴防护镜。

(4) 实验室内严禁饮食、吸烟。一切化学药品严禁入口。

(5) 水、电、煤气使用完毕后,应立即关闭。

(6) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿溅在皮肤和衣服上。用浓 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶解样品时均应在通风橱中进行操作,不准在实验台上直接进行操作。

(7) 使用乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等易燃有机溶剂时,要远离火焰和热源,且用后应倒入回收瓶(桶)中回收,不准倒入水槽中,以免造成污染。

(8) 使用易燃、易爆气体(如氢气、乙炔等)时,要保持室内空气流通,严禁明火,应防止一切火星的发生。例如,由于敲击、电器的开关等所产生的火花,有些机械搅拌器的电刷极易产生火花,应避免使用,禁止在此环境内使用移动电话。

(9) 开启存有挥发性药品的瓶塞和安瓿时,必须先充分冷却后再开启(开启安瓿时需要用布包裹);开启时瓶口须指向无人处,以免液体喷溅而遭致伤害。如遇到瓶塞不易开启时,须注意瓶内贮物的性质,切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞。

(10) 汞盐、钡盐、铬盐、 As_2O_3 、氰化物以及 H_2S 气体毒性较大,使用时要特别小心。由于氰化物与酸作用放出的 HCN 气体有剧毒,因此,严禁在酸性介质中加入氰化物!

(11) 分析天平、分光光度计、酸度计等化学实验室中常用的精密仪器,使用时应严格按照规定进行操作。用后应拔去电源插头,并将仪器各部分旋钮恢复到原来位置。

(12) 割伤是实验中最常见的事故之一。为了避免割伤应注意以下几点:玻璃管(棒)切断时不能用力过猛,以防破碎。截断后断面锋利,应进行熔光;清扫桌面上碎玻璃管(棒)及毛细管时,要仔细小心;将玻璃管(棒)或温度计插入塞子或橡皮管中时,应先检查塞孔大小是否合适;并将玻璃管(棒)或温度计上沾点水或用甘油润滑,再用布裹住后逐渐旋转插入;拿玻璃管的手应靠近塞子,否则易使玻璃管折断,从而引起严重割伤。发生割伤事故要及时处理,取出伤口内的玻璃碴,用水洗净伤口,涂以碘酒或红汞药水,或用创可贴贴紧,严重者要送医院治疗。

(13) 如发生烫伤,可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏。严重者应立即送医院治疗。

(14) 实验室如发生火灾,应根据起火的原因有针对性的灭火。酒精及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时,用沙土扑灭,此时绝不能用水,否则反而扩大

燃烧面;导线和电器着火时,应首先切断电源,不能用水和二氧化碳灭火器,应使用 CCl_4 灭火器灭火;衣服着火时,忌奔跑,应就地躺下滚动,或用湿衣服在身上抽打灭火。

(15) 使用煤气灯时应先将空气孔关闭,再点燃火柴。然后一边打开煤气开关,一边点火。不允许先打开煤气灯,再点燃火柴。点燃煤气灯后,调节好火焰,用后立即关闭。

(16) 使用电器设备时,切不可用湿润的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不要使用,以免触电。

二、玻璃器皿的洗涤

化学实验中使用的器皿应洗净,其内壁被水均匀润湿而无条纹、不挂水珠。

1. 用去污粉、洗涤剂洗。实验室中常用的烧杯、锥形瓶、量筒等一般的玻璃器皿,可用毛刷蘸些去污粉或合成洗涤剂刷洗。

去污粉是由碳酸钠、白土、细沙等混合而成的。将要刷洗的玻璃仪器先用少量水润湿,撒入少量去污粉,然后用毛刷擦洗。利用碳酸钠的碱性去除油污,细沙的摩擦作用和白土的吸附作用增强了对玻璃仪器的清洗效果。玻璃仪器经擦洗后,用自来水冲掉去污粉颗粒,然后用蒸馏水洗3次,去掉自来水中带来的钙、镁、铁、氯等离子。

洗干净的仪器倒置时,仪器中存留的水可以完全流尽而仪器不留水珠和油花。出现水珠或油花的仪器应当重新洗涤。洗净的仪器不能用纸或抹布擦干,以免将脏物或纤维留在器壁上而玷污了仪器。仪器倒置时应放在干净的仪器架上(不能倒置于实验台上)。锥形瓶、容量瓶等仪器可倒挂在漏斗板或铁架台上。小口径的试管可倒插在特别干净的支架上。

2. 铬酸洗液。滴定管、移液管、容量瓶等具有精确刻度的仪器,常用铬酸洗液浸泡15 min左右,再用自来水冲净残留在器皿上的洗液,然后用蒸馏水润洗3次。

铬酸洗液的配制:在台秤上称取10 g工业纯 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (或 $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 置于500 mL烧杯中,先用少许水溶解,在不断搅动下,慢慢注入200 mL浓硫酸(工业纯),待 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 全部溶解并冷却后,将其保存于带磨口的试剂瓶中。所配的铬酸洗液为暗红色液体。因浓硫酸易吸水,用后应将磨口玻璃塞子塞好。

使用洗液应按以下顺序操作:

(1) 用洗液洗涤前,凡能用毛刷刷洗的仪器必须先用自来水和毛刷刷洗,倾尽水,以免洗液被稀释后降低洗涤效果。

(2) 洗液用过后倒回原磨口瓶中,以备下次再用。当洗液变为绿色而失效时,可倒入废液桶中,绝不能倒入下水道,以免腐蚀金属管道。

(3) 用洗液洗涤过的仪器,应先用自来水冲净,再以蒸馏水润洗内壁3次。

洗液为强氧化剂,腐蚀性强,使用时特别注意不要溅在皮肤和衣服上。

必须指出:洗液不是万能的,以为任何污垢都能用它洗去的说法是不对的。例如,被 MnO_2 玷污的器皿,用洗液是无效的,此时可用草酸、盐酸或酸性 Na_2SO_3 等还原剂洗去污垢。

3. 用其他溶剂洗。光度法中所用比色皿,是由光学玻璃制成的,不能用毛刷刷洗。通常视玷污的情况,选用铬酸洗液、盐酸-乙醇、合成洗涤剂浸泡后,用自来水冲洗净,再用蒸馏水润洗。

(1) NaOH-KMnO₄ 水溶液。称取 10 g KMnO₄ 放入 250 mL 烧杯中,加入少量水使之溶解,再慢慢加入 100 mL 10% NaOH 溶液,混匀即可使用。该混合液适用于洗涤油污及有机物。洗后在器皿中留下的 MnO₂·nH₂O 沉淀物可用 HCl-NaNO₂ 混合液、酸性 Na₂SO₃ 或热草酸溶液等洗去。

(2) KOH-乙醇溶液。适合于洗涤被油脂或某些有机物玷污的器皿。

(3) HNO₃-乙醇溶液。适合于洗涤油脂或有机物玷污的酸式滴定管。使用时先在滴定管中加入 3 mL 乙醇,沿壁加入 4 mL 浓 HNO₃,盖住滴定管管口,利用反应所产生的氧化氮洗涤滴定管。

三、仪器的干燥

1. 加热干燥。常用电热干燥箱、气流烘干器等干燥玻璃仪器。先把玻璃仪器中的水倒净,然后放入电热干燥箱中或倒扣在气流烘干器出气杆上烘干。电热干燥箱温度一般控制在 100 ℃ 左右,沾有有机溶剂的玻璃仪器不能用电热干燥箱干燥,以免发生爆炸。气流烘干器对干燥锥形瓶、试管等非常方便。

蒸发皿、烧杯等也可以在石棉网上小火加热进行干燥,试管也可直接用小火烤干。

2. 晾干和吹干。不急用的仪器,在洗净后,可以放置在洁净的实验柜内自然晾干。带有刻度的仪器,如用加热的方法来干燥会影响仪器的精密度,常用一些易挥发的有机溶剂(如乙醇等)加到仪器中,转动仪器使水与有机溶剂混溶,然后倒出,少量残留在仪器中的有机溶剂很快挥发而干燥。

有些玻璃仪器也可以用电吹风吹热风进行干燥。

四、加热方法

加热是实验室中常用的实验手段,这里主要介绍用煤气灯、水浴、沙浴、电加热套、电炉、管式炉和马福炉加热。

(一) 煤气灯加热

1. 煤气灯的构造。煤气灯是实验室中不可缺少的实验工具,种类虽多,但构造原理基本相同。最常用的煤气灯如图 0-1 所示。

煤气灯由灯座和灯管组成。灯座由铁铸成,灯管一般是铜管。灯管通过螺口连接在灯座上。空气的进入量可通过灯管下部的几个圆孔来调节。灯座的侧面有煤气入口,用胶管与煤气管道的阀门连接,在另一侧有调节煤气进入量的螺旋阀(针),顺时针关闭。根据需要量大小可调节煤气的进入量。

2. 煤气灯的使用。煤气灯的点燃:向下旋转灯管,关闭空气入口;先擦燃火柴,后打开煤气灯开关,将煤气灯点燃。

煤气灯火焰的调节:调节煤气的开关或螺旋针,使火焰保持适当的高度。这时煤气燃烧不完全并且产生炭粒,火焰呈黄色,温度

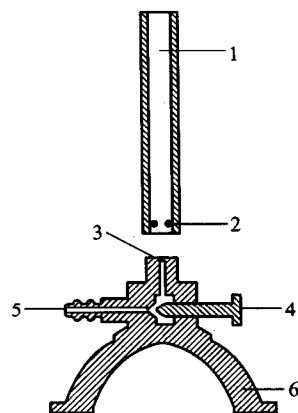


图 0-1 煤气灯的构造

1—灯管;2—空气入口;
3—煤气出口;4—螺旋针;
5—煤气入口;6—灯座

不高。向上旋转灯管调节空气进入量,使煤气燃烧完全,这时火焰由黄变蓝,直至分为三层,称为正常火焰(见图 0-2)。

焰心(内层):煤气和空气混合并未燃烧,颜色灰黑,温度低,约为 300°C 。

还原焰(中层):煤气燃烧不完全,火焰含有炭粒,具有还原性,称为还原焰。还原焰火焰呈淡蓝色,温度较高。

氧化焰(外层):煤气完全燃烧,过剩的空气使火焰具有氧化性,称为氧化焰。氧化焰火焰呈淡紫色,温度高,可达 $800\sim 900^{\circ}\text{C}$ 。

煤气灯火焰的最高温度处在还原焰顶端的上部。实验时,一般用氧化焰来加热,根据需要可调节火焰的大小。

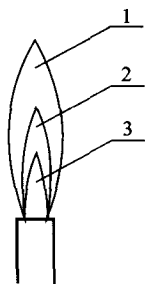


图 0-2 分层火焰
1—氧化焰;2—还原焰;3—燃心

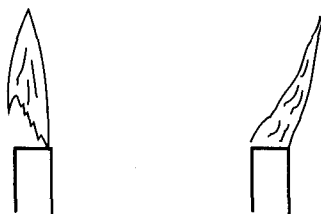


图 0-3 不正常火焰
(临空火焰和侵入火焰)

当空气或煤气的进入量调节不合适时,会产生不正常火焰,如图 0-3 所示。当空气和煤气进入量都很大时,火焰离开灯管燃烧,称为临空火焰。当火柴熄灭时,火焰也立即熄灭。当空气进入量很大而煤气量很小时,煤气在灯管内燃烧,管口上有细长火焰,这种火焰称为侵入火焰。侵入火焰会把灯管烧得很热,应注意,以免烫手。遇到不正常火焰,要关闭煤气开关,待灯管冷却后重新调节再点燃。

3. 煤气灯加热。煤气灯直接加热试管中液体或固体时,用试管夹夹在试管的中部偏上的位置,试管略倾斜,管口不要对着人,小火缓慢加热,注意安全。

用煤气灯加热烧杯、锥形瓶、烧瓶等玻璃器皿中的液体时,必须放在石棉网上,所盛液体不应超过烧杯的 $1/2$ 或锥形瓶、烧瓶的 $1/3$ 。

加热蒸发皿时,放在石棉网或泥三角上,所盛液体不要超过其容积的 $2/3$ 。

用煤气灯灼烧坩埚或加热固体时,坩埚要放在泥三角上,用氧化焰灼烧。先用小火加热,然后逐渐加大火焰灼烧。注意不要让还原焰接触坩埚底部,以防结炭以致破裂。高温下取坩埚时,要用坩埚钳。先将坩埚钳预热再去夹取坩埚,用后要将坩埚钳的尖端向上平放在实验台上。

(二) 水浴和沙浴加热

1. 水浴加热。当被加热物质要求受热均匀而温度不超过 100°C 时,采用水浴加热。它是通过热水或水蒸气加热盛在容器中的物质。

水浴可以用煤气灯直接加热水浴锅,被加热的容器放在水浴锅的铜圈或者铝圈上。用烧杯

盛水并加热至沸代替水浴锅进行水浴加热更为方便(见图 0-4)。

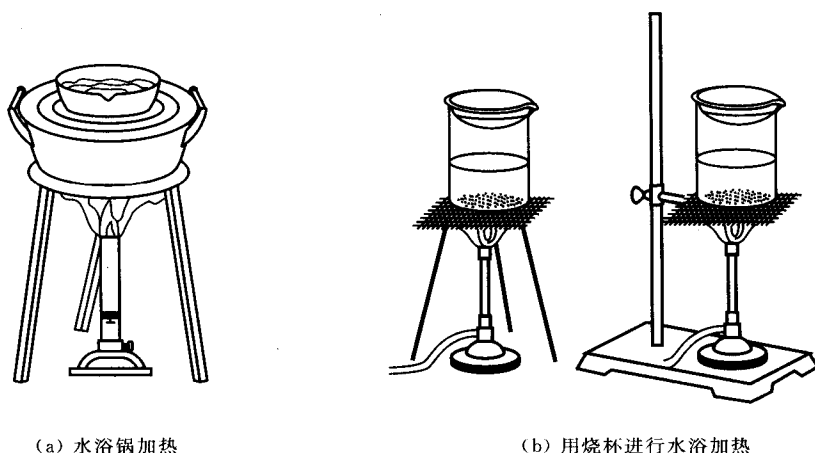


图 0-4 水浴加热方法

实验室常用恒温水浴箱水浴进行加热。恒温水浴箱用电加热,可自动控制温度、同时加热多个样品。水浴箱内盛水不要超过 $2/3$,被加热的容器不要碰到水浴箱底。

2. 油浴和沙浴加热。当被加热物质要求受热均匀,温度又高于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,可用油浴或沙浴。油浴加热与水浴加热方法相似。沙浴是在铁制沙盘中装入细沙,将被加热容器下部埋在沙中,用煤气灯或电炉加热沙盘。沙浴温度可达 $300\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

(三) 电加热

实验室常用电炉、管式炉、马福炉(图 0-5)等进行电加热。

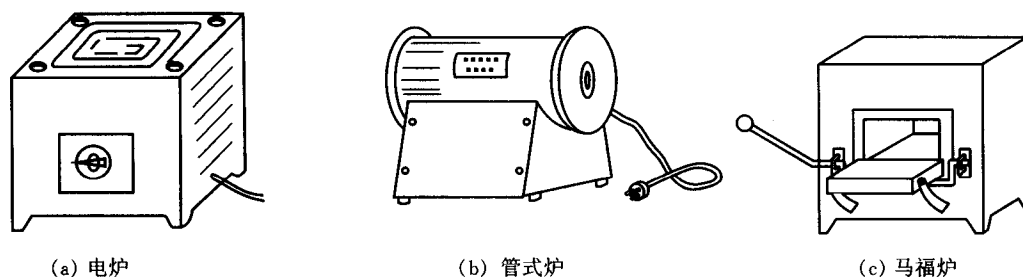


图 0-5 电加热仪器

电炉可代替煤气灯加热容器中的液体,如果电炉是非封闭式的,应在容器和电炉之间垫一块石棉网,以便溶液受热均匀和保护电热丝。

管式炉利用电热丝或硅碳棒加热,温度可分别达到 $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。炉膛中放一根耐高温的石英玻璃管或瓷管,管中再放入盛有反应物的瓷舟,使反应物在空气或其他气氛中受热。

马福炉也是利用电热丝或硅碳棒加热的高温炉,炉膛呈长方体,很容易放入要加热的坩埚或

其他耐高温的容器。

管式炉和马福炉的温度用温度控制仪连接热电偶来控制,热电偶是将两根不同的金属丝一端焊接在一起制成的,使用时把未焊接的一端连接在毫伏计正负极上,焊接端伸入炉膛内。温度愈高,热电偶热电势愈大,由毫伏计指针偏离零点远近指示出温度的高低。

五、玻璃工操作与塞子钻孔

玻璃硬而脆,没有固定的熔点,加热到一定温度开始发红变软。玻璃的热导率小,冷却速度慢,因而便于加工。

在化学实验中经常自制一些滴管、搅拌棒、弯管等,要进行玻璃管的截断、拉细、弯曲和圆口操作。所以,学会玻璃管的简单加工和塞子打孔等基本操作是非常必要的。

(一) 玻璃管的简单加工

1. **截断。**将玻璃管平放在实验台上,左手按住要截断处的左侧,右手用锉刀的棱在要截断的位置锉出一道凹痕。锉刀应该向一个方向锉,不要来回拉,锉痕应与玻璃管垂直,这样才能保证断后的玻璃管截面是平整的。然后,手持玻璃管凹痕向外用拇指在凹痕后面轻轻加压,同时食指向外拉,使玻璃管断开,见图 0-6。

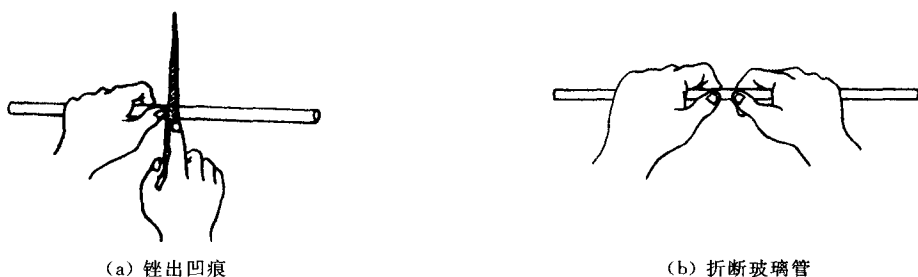


图 0-6 截断玻璃管

2. **圆口。**玻璃管和玻璃棒的断面很锋利,容易把手划破。锋利断面的玻璃管也难于插入塞子的圆孔内。所以,必须把玻璃管和玻璃棒的断面进行圆口。操作时,把截面斜插入煤气灯氧化焰中,缓慢转动玻璃管使熔烧均匀,直到圆滑为止。

热的玻璃管和玻璃棒应按顺序放在石棉网上冷却,不要用手触摸玻璃管热的部位,避免烫伤。

3. **拉细。**如图 0-7 所示,双手持玻璃管,把要拉的位置斜放入氧化焰中,尽量增大玻璃管的受热面积,缓慢转动玻璃管。当玻璃管被烧到足够红软时,离开火焰稍停 1~2 s,沿着水平方向边拉边旋转,拉到所需要的细度时,一手持玻璃管使其竖直下垂冷却,然后按顺序放在石棉网上冷却至室温。

待玻璃管冷却后,在拉细部分截断,即得到带有尖头的玻璃管。圆口时,粗的一端烧熔后立刻垂直在石棉网上轻轻按压出沿状,冷却后安上胶头即成滴管;细的一端要小心加热圆口,避免烧结。

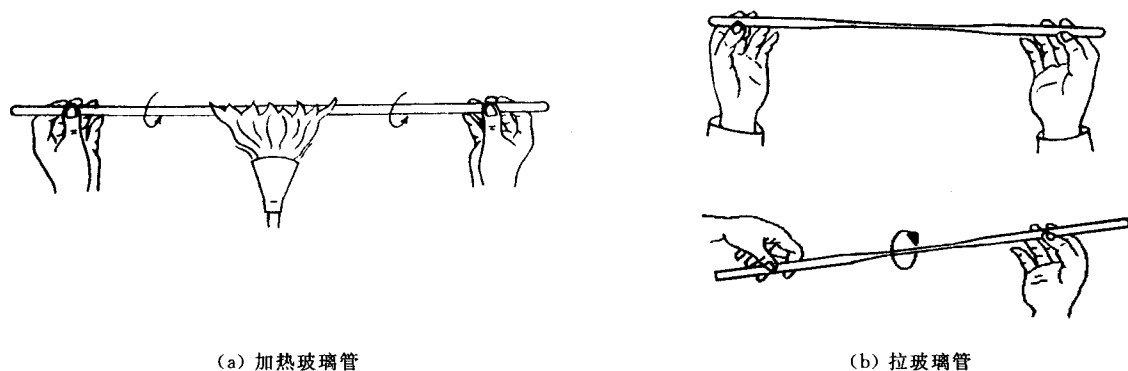


图 0-7 加热玻璃管和拉玻璃管

4. 弯曲。根据需要玻璃可弯成不同的角度,弯管的方法可分为慢弯法和快弯法。

慢弯法:玻璃管在氧化焰上加热(与拉玻璃管加热操作相同),当被烧到刚发黄变软能弯时,离开火焰,弯成一定角度。弯管时两手向上,玻璃管弯成 V 形(图 0-8)。120°以上的角度可一次弯成,较小的角可分几次弯成。先弯成一个较大的角,以后的加热和弯曲都要在前次加热部位稍偏左或偏右处进行,直到弯成所需要的角度,不要把玻璃管烧得太软,能弯就弯,一次不要弯得角度太大。

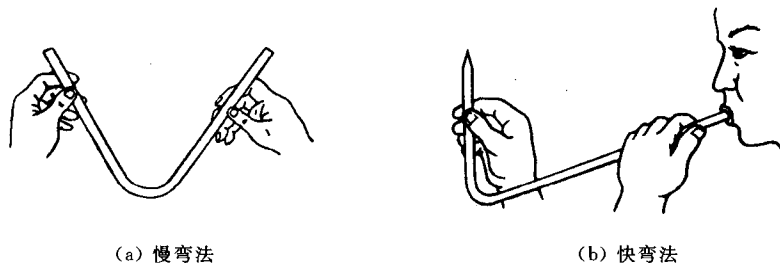


图 0-8 弯玻璃管

快弯法:先将玻璃管拉成尖头并烧结封死,冷却后在氧化焰中将玻璃管欲弯曲部位加热到足够红软时,离开火焰。如图 0-8 所示操作,左手拿玻璃管从未封口一端用嘴吹气,右手持尖头的一端向上弯管,一次弯成所需要的角度。这种方法要求煤气的火焰宽些,加热温度要高,弯成的角比较圆滑。注意吹的时候用力不要过大,以免将玻璃管吹漏气或变形。

通过慢弯法和快弯法的操作,弯出 120°,90°,60°角的弯管各一支,作为成品交给老师检查是否合乎要求。

(二) 塞子钻孔

实验室常用的塞子有玻璃塞、橡胶塞、软木塞、塑料塞。玻璃塞一般是磨口的,与瓶配合紧密,但带有磨口塞的玻璃瓶不适合于装碱性物质。软木塞不易与有机物质作用,但易被碱腐蚀。胶塞可以把瓶塞紧又可以耐碱腐蚀,但易被强酸和某些有机物质所侵蚀。

当塞子上需要插入温度计或玻璃管时,就需要钻孔。实验室经常用的钻孔工具是钻孔器,它

是一组粗细不同的金属管。钻孔器前端很锋利,后端有柄可用手握,钻后进入管内的橡胶或软木用带柄的铁条捅出。具体步骤叙述如下。

1. 钻孔。在胶塞上钻孔,要选择一个比欲插入的玻璃管稍粗的钻孔器(若软木塞则要用略细的钻孔器)。先将塞子面积大的一面放在实验台上,用一手按住塞子,另手握钻孔器的柄,在要求钻孔的位置上,用力向下压并向同一方向旋转钻孔器。当钻孔器进入塞子的深度大于塞子厚度一半时,将钻孔器反向旋转拔出,再把塞子翻过来,在大面的同一位置上,用钻孔器钻到两面相通为止。

钻孔时钻孔器必须保持与塞子的底面垂直,以免将孔钻斜,为了减少摩擦力可在钻孔器上涂上甘油。对于软木塞,需先用压塞机压实,或用木板在实验台上压实,其余操作如前所述。

橡胶的摩擦力较大,为胶塞钻孔时一般用力较大,应注意安全,避免受伤。

2. 安装玻璃管。孔钻好后,将玻璃管前端用水润湿,转动下把管插入塞中合适的位置。注意手握管的位置应靠近塞子,不要用力过猛,以免折断玻璃管把手扎伤。可用毛巾等把玻璃管包上,防止扎伤。如果玻璃管很容易插入,说明塞子的孔过松不能用。若塞子的孔过小时可先用圆锉将孔锉大,然后再插入玻璃管。

六、天平的使用方法和称量方法

分析天平是指称量精度为 0.0001 g 的天平。分析天平是精密仪器,使用时要认真、仔细,按照天平的使用规则操作,做到准确快速完成称量而又不损坏天平。常用分析天平有电光分析天平和电子天平。

(一) 电光分析天平的构造

电光分析天平也称半自动电光分析天平,其构造如图 0-9 所示。

(二) 电光分析天平的使用方法

1. 称量前的检查与准备。拿下防尘罩,叠平后放在天平箱上方。检查天平是否正常,天平是否水平,称盘是否洁净,圈码指数盘是否在“000”位,圈码有无脱位,吊耳有无脱落、移位等。

检查和调整天平的空盘零点。这一操作应使每个同学都会做,掌握用平衡螺丝(粗调)和投影屏调节杠(细调)调节天平零点,这是分析天平称重练习的基本内容之一。

2. 称量。当要求快速称量,或怀疑被称物可能超过最大载荷时,可用托盘天平(台称)粗称。一般不提倡粗称。

将待称量物置于天平左盘的中央,关上天平左门。按照“由大到小,中间截取,逐级试重”的原则在右盘加减砝码。试重时应半开天平,观察指针偏移方向或标尺投影移动方向,以判断左右两盘的轻重和所加砝码是否合适及如何调整。注意:指针总是偏向质量轻的盘,标尺投影总是向质量重的盘方向移动。先确定克以上砝码(应用镊子取放),关上天平右门。再依次调整百毫克组和十毫克组圈码,每次都从中间量(500 mg 和 50 mg)开始调节。确定十毫克组圈码后,再完全开启天平,准备读数。

3. 读数。砝码确定后,全开天平旋钮,待标尺停稳后即可读数。称量物的质量等于砝码总

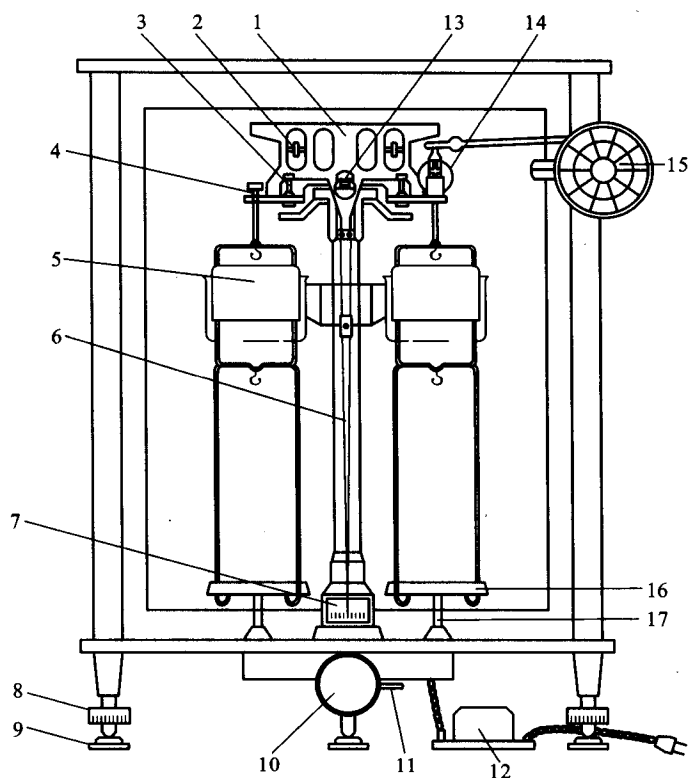


图 0-9 电光分析天平

1—横梁;2—平衡螺丝;3—支柱;4—蹬;5—阻尼器;6—指针;7—投影屏;8—螺旋足;9—垫脚;10—升降旋钮;
11—调屏拉杆;12—变压器;13—刀口;14—圈码;15—圈码指数盘;16—秤盘;17—盘托

量加标尺读数(均以克计)。标尺读数在 9~10 mg 时,可再加 10 mg 圈码,从屏上读取标尺负值,记录时将此读数从砝码总量中减去。

4. 复原。称量数据记录完毕,即应关闭天平,取出被称量物质,用镊子将砝码放回砝码盒内,圈码指数盘退回到“000”位,关闭两侧门,盖上防尘罩,并在天平使用登记本上登记。

5. 使用天平的注意事项。

(1) 开、关天平旋钮,放、取被称量物,开、关天平侧门以及加、减砝码等,动作都要轻、缓,切不可用力过猛、过快,以免造成天平部件脱位或损坏。

(2) 调节零点和读取称量读数时,要留意天平侧门是否已关好;称量读数要立即记录在实验报告本或实验记录本上。调节零点和称量读数后,应随手关好天平。加、减砝码或称量物必须在天平处于关闭状态下进行(单盘天平允许在半开状态下调整砝码)。砝码未调定时不可完全开启天平。

(3) 对于热的或冷的称量物应置于干燥器直至其温度同天平室温度一致后才能进行称量。

(4) 天平的前门仅供安装、检修和清洁时使用,通常不要打开。

(5) 在天平箱内放置变色硅胶作干燥剂,当变色硅胶失效后应及时更换。

(6) 必须使用指定的天平及天平所附的砝码。如果发现天平不正常,应及时报告指导教师