

· 高职高专实验实训规划教材 ·

无机化学实验

WUJI HUAXUE SHIYAN

主编 邓基芹



冶金工业出版社
Metallurgical Industry Press

高职高专实验实训规划教材

无机化学实验

主 编 邓基芹
副主编 李玉清 解旭东
主 审 穆念孔

北 京
冶 金 工 业 出 版 社
2009

内 容 提 要

本书为与高职高专规划教材《无机化学》配套的实验教材。全书分为4章:第1章为无机化学实验基本知识,第2章为无机化学基本操作技术,第3章为无机化学基本实验,第4章为无机化学综合实验。在具体实验编排方面,按照循序渐进的原则,实验内容与高职高专规划教材《无机化学》内容安排基本一致。

本书可作为高职高专院校实验课教材,也可供非化学专业大学生参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/邓基芹主编. —北京:冶金工业出版社,
2009.9

高职高专实验实训规划教材

ISBN 978-7-5024-4986-5

I. 无… II. 邓… III. 无机化学—化学实验—高等学校:
技术学校—教材 IV. O61-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2009)第133894号

出 版 人 曹胜利

地 址 北京北河沿大街嵩祝院北巷39号,邮编100009

电 话 (010)64027926 电子信箱 postmaster@cnmip.com.cn

责任编辑 宋良 贾玲 美术编辑 李新 版式设计 张青

责任校对 栾雅谦 责任印制 牛晓波

ISBN 978-7-5024-4986-5

北京印刷一厂印刷;冶金工业出版社发行;各地新华书店经销

2009年9月第1版,2009年9月第1次印刷

787mm×1092mm 1/16;6.5印张;170千字;95页;1-3000册

18.00元

冶金工业出版社发行部 电话:(010)64044283 传真:(010)64027893

冶金书店 地址:北京东四西大街46号(100711) 电话:(010)65289081

(本书如有印装质量问题,本社发行部负责退换)

前 言

化学实验教学是整个化学教学过程中必不可少的环节,其作用不仅是验证理论课学习的理论知识,更重要的是希望通过科学实验方法和技能的训练,使学生学会对实验现象进行观察、分析和归纳总结,培养学生严谨的科学态度和良好的实验素养,提高独立分析问题、解决问题的能力,为后续课程和专业学习、技能培训打下坚实的基础。

无机化学实验是大学实验系列课程中的第一门实验课程,大多数学生在中学阶段受到的化学实验训练十分有限,大学阶段需要进行严格扎实的系统性实验工作训练,改变原来可能形成的不良习惯,因此在编写过程中注意到实验知识和实验内容的基础性和系统性,这对于学生形成良好的实验习惯、提高对化学实验的兴趣具有重要作用。

本书实验内容较多地涉及实验知识和技能的综合运用,探讨了实验内容的多样性、实用性和趣味性,“注意事项”和“思考题”部分有助于学生了解实验的重点,启迪学生思维,以便学生能更好地进行预习和实验工作。

书中大部分实验安排了自行设计实验内容。设计实验要求学生进行文献资料查阅、实验方案和用品选择、产物分析鉴定,有助于提高学生分析问题、解决问题的综合能力。

不同院校可以根据专业需要、实验室条件和教学学时,选择安排具体实验内容。

本书由山东工业职业学院邓基芹主编,山东铝业职业学院李玉清、山东工业职业学院解旭东任副主编。参加编写工作的还有张娜、赵启红、田华、陈久标、赵文泽、巩恩辉、孙亚南、孙永红。本书由山东工业职业学院穆念孔主审。

编写过程中参考了有关教材和专著,书后列出了主要参考文献,在此谨向这些作者表示感谢。

限于编者水平和时间,书中难免有不足与疏漏之处,恳请读者批评指正。

编 者

2009 年 4 月

目 录

0 绪论	1
1 无机化学实验基本知识	2
1.1 无机化学实验目的和要求	2
1.2 无机化学实验内容和基本研究方法	2
2 无机化学基本操作技术	6
2.1 常用玻璃仪器的洗涤与干燥	6
2.2 加热与冷却	10
2.3 化学试剂的使用	13
2.4 称量	14
2.5 溶液的配制	18
2.6 试纸的使用方法	22
3 无机化学基本实验	23
3.1 分析天平的使用	23
3.2 酸碱滴定	27
3.3 化学反应速率和化学平衡	28
3.4 弱酸电离常数的测定—pH 值测定法	31
3.5 缓冲溶液的配制与 pH 值的测定	34
3.6 离解平衡和沉淀反应	36
3.7 由粗食盐制备试剂级氯化钠	38
3.8 氧化还原反应	39
3.9 缓冲作用和氧化还原性的验证	41
3.10 配合物	41
3.11 牛奶酸度和钙含量的测定	45
3.12 s 区元素的性质	46
3.13 锡、铅、铋和铊	49
3.14 氮、磷、碳、硅和硼重要化合物的性质	52
3.15 过氧化氢及硫的化合物	55
3.16 卤素	59
3.17 以废铝为原料制备氢氧化铝	62

3.18 铜、银、锌、镉、汞及其化合物的性质	63
3.19 铬、锰、铁、钴、镍及其重要化合物的性质	67
4 无机化学综合实验	70
4.1 硫代硫酸钠的制备	70
4.2 工业碳酸钠的制备与分析	71
4.3 无水四氯化锡的制备	73
4.4 高锰酸钾的制备	74
4.5 硫酸亚铁铵的制备与限量分析	75
4.6 由铬铁矿制备重铬酸钾和产品分析	76
4.7 离子交换法测定硫酸钙的溶度积	78
4.8 物质鉴别及混合离子的分离鉴定	80
4.9 牛乳中掺淀粉和掺盐的测定	80
4.10 Fe^{3+} 与磺基水杨酸配合物的组成和稳定常数的测定	81
4.11 邻菲罗啉分光光度法测定铁的含量	85
附 录	87
附表1 化学试剂分级及标志	87
附表2 一些常用酸碱指示剂的性状、变色范围及配制方法	87
附表3 常见酸、碱、盐溶解度表(293K)	87
附表4 弱酸、弱碱的电离平衡常数 $K^{\ominus}$ (298K)	88
附表5 常见难溶电解质的溶度积 $K_{\text{sp}}^{\ominus}$ (298K)	90
附表6 常用缓冲液的配制方法	92
附表7 鉴定阳离子的主要化学反应表	93
附表8 两酸两碱系统分离鉴定离子示意图	94
参考文献	95

0 绪 论

化学是一门以实验为基础的学科,许多化学理论和规律是对大量实验资料进行分析、概括、综合和总结而形成的。实验又为理论的完善和发展提供了依据。

化学实验是化学教学中的一门独立课程,其目的不仅是传授化学知识,更重要的是培养学生的实验技能和提高学生的素质。通过化学实验课,学生应获得下列技能:掌握基本操作,正确使用仪器,取得正确实验数据,正确记录和处理实验数据以及总结实验结果;认真观察实验现象进而进行分析判断、逻辑推理和得出结论;正确设计实验(包括选择实验方法、实验条件、所需仪器、设备和试剂等)和解决实际问题;通过查阅手册、工具书和其他信息源获得信息。教师应把培养学生实事求是的科学态度、勤俭节约的优良作风、相互协作的精神和勇于开拓的创新意识始终贯穿于整个实验教学中。

1 无机化学实验基本知识

1.1 无机化学实验目的和要求

无机化学实验是学习和掌握无机化学知识和技能的重要环节,其研究对象可概括为:以实验为手段来研究无机化学的重要理论、典型元素及其化合物的变化。通过实验达到如下目的:

(1)通过实验使学生获得关于元素及其化合物的感性认识,进一步验证、巩固和充实课堂上讲授的理论和概念,并适当地扩大知识面,从而对无机化学的基本理论、基本概念有更深入的了解。

(2)通过严格的基本操作、基本技能训练,使学生正确掌握无机化学基本操作技能,学会正确使用一些常用仪器设备,学会观察现象,测定数据并加以正确的处理和概括。

(3)通过实验了解无机化合物的制备、分离、提纯和鉴定的方法。

(4)通过实验培养学生独立工作、独立思考的能力,培养学生的科学精神、创新思维和创新能力,为后续课程的学习打下良好基础。

(5)通过实验培养学生严肃的科学态度、严谨的工作作风和优良的科学素质以及分析问题、解决问题的独立工作能力,收集和处理化学信息的能力,文字表达实验结果的能力以及团结协作的精神,使学生逐步掌握科学研究的方法,并树立勇于探索、敢于创新的科学态度。

1.2 无机化学实验内容和基本研究方法

无机化学实验是学生进入高校的第一门化学基础实验课,它既有启蒙教育的作用,又需要达到一定的高度。学生通过手脑并用、反复训练,既要达到正确掌握无机化学的基本操作方法和技能,又要通过实验获得大量的物质变化的第一手感性认识资料,在巩固、验证所学理论和元素性能的过程中学会一些无机化学实验的基本研究方法,学会驾驭理论与技能的思维方法,培养学生独立思考和独立工作的能力,养成认真观察、仔细思考、准确无误的记录等良好的工作作风和习惯。

1.2.1 无机化学实验的基本操作

无机化学实验的基本操作包括以下几个部分:

(1)基本操作部分。包括玻璃仪器的洗涤与干燥,酒精灯、电炉等热源的使用,不同加热方法(直接加热、间接加热等)的选择及操作,化学药品及试剂的取用方法等。

(2)试管反应操作。包括试剂的加入,试管的震荡与加热,滴管的使用。

(3)离子检出基本操作。包括溶液的转移,沉淀的生成、洗涤,离心机的使用,试纸(包括 pH 试纸、醋酸钾试纸、淀粉碘化钾试纸、高锰酸钾试纸等)的使用,颜色反应等操作。

(4)溶液配制。包括用于一般溶液配制的量筒、台秤、温度计、密度计等的使用以及用于标准浓度溶液配制的移液管、吸量管、容量瓶的使用,滴定管的选择与使用,天平的使用等。

(5)无机合成基本操作。包括固体的溶解、过滤(含常压过滤、减压过滤等)、蒸发与浓缩、结晶,气体的产生、净化及收集等。

(6)托盘天平、光电分析天平、电子天平、pHS-25 型酸度计等仪器的使用。

1.2.2 无机化学实验的基本研究方法

(1)试管反应(定性研究)。包括反应及反应试剂的选择,反应条件的选择及控制(浓度、温度、加入顺序、用量以及溶剂等);现象的观察(怎样改变条件使现象更明显,怎样进行对照比较等),反应和产物的确定(气、液、固物质的鉴定),主反应和副反应、连续反应和平行反应的识别,观察事实和理论的联系,化学反应的描述(包括化学反应方程式、反应现象的记录、产物的性质和状态等),能进行类比、对称、嫁接和转移性的实验设计。

(2)离子的检出(对化学反应进行分析判断的又一层次)。包括单个离子的是非判断,混合离子的分离及检出,特别是反应的选择性和方法的灵敏度等。

(3)合成及鉴定。包括提出方案(从材料的收集、筛选开始,经分析、比较和综合,最后提出具体方案),组织实施(根据方案进行实验,由结果确定、修改原方案)及产品鉴定(包括产率计算、质量评定等)等一系列过程。

(4)参数测定。利用相应的参数方程求参数(包括模型的建立,数据的收集及整理,误差分析及误差的预防等),能够用同一技术求不同的参数,或用不同的模型(技术)求同一参数。

1.2.3 无机化学实验的学习方法

要达到上述目的,不仅要有正确的学习态度,还需要有正确的学习方法。做好无机化学实验必须掌握如下几个环节:

1.2.3.1 预习

实验前的预习是保证做好实验的一个重要环节。预习应达到下列要求:

- (1)阅读实验教材和教科书中的有关内容;
- (2)明确实验的目的;
- (3)了解实验内容、有关原理、步骤、操作过程和实验时应注意的事项;
- (4)认真思考实验前应准备的问题;
- (5)写好预习报告。

1.2.3.2 实验

学生应遵守实验室规则,接受教师指导,根据实验教材上所规定的方法、步骤和试剂用量来进行操作,并应做到下列几点:

- (1)认真操作,细心观察,把观察到的现象或实验数据如实地详细记录在实验报告中。
- (2)如果发现实验现象和理论不符合,应认真检查其原因,并细心地重做实验。
- (3)实验中遇到疑难问题而自己难以解释时,可请教师解答。
- (4)在实验过程中应该保持肃静,严格遵守实验室工作规则。

1.2.3.3 实验报告

做完实验后,应解释实验现象,并作出结论,或根据实验数据进行处理和计算,独立完成实验报告,交指导教师审阅。若有实验现象、解释、结论、数据等不符合要求,应重做实验或重写报告。实验报告书写时应字迹端正,简明扼要,整齐清洁。

1.2.4 实验室工作规则

进入实验室后,一切都要遵照实验室工作规则,应做到:

- (1) 遵守纪律,保持肃静,集中思想,认真操作。
- (2) 仔细观察各种现象,并如实地详细记录在实验报告中。
- (3) 实验时应保持实验室和桌面清洁整齐,废纸、火柴梗和废液等应倒在废物缸内,严禁倒入水槽内,以防水槽淤塞和腐蚀,碎玻璃应放在废玻璃箱内回收。
- (4) 爱护公共财物,小心使用仪器和实验室设备,注意节约水和电。
- (5) 使用药品时应注意下列几点:
 - 1) 药品应按规定量取用,如果书中未规定用量,应注意节约,尽量少用。
 - 2) 取用固体药品时,注意勿使其撒落在实验台上。
 - 3) 药品自瓶中取出后,不应倒回原瓶中,以免带入杂质而引起瓶中药品变质。
 - 4) 试剂瓶用过后,应立即盖上塞子,并放回原处,以免和其他瓶上的塞子搞错,混入杂质。
 - 5) 同一滴管在未洗净时,不应在不同的试剂瓶中吸取溶液。
 - 6) 实验教材中规定在实验做过后要回收的药品,都应倒入回收瓶中。
- (6) 使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行操作,细心谨慎,避免粗枝大叶而损坏仪器。如发现仪器有故障,应立即停止使用并报告指导教师,及时排除故障。
- (7) 实验后,应将仪器洗刷干净,放回规定的位置,整理好桌面,把实验台擦净,并打扫地面,最后检查水龙头是否关紧,电插头或闸刀是否拉开。实验室内一切物品(仪器药品和产物等)不得带离实验室。

1.2.5 实验室工作中的安全操作

在实验过程中,每个人都应注意安全,具体做到:

- (1) 一切有毒气体或有恶臭的物质的实验,都应在通风橱中进行。
- (2) 一切易挥发或易燃物质的实验,都应在离火较远的地方进行,并应尽可能在通风橱中进行。
- (3) 使用酒精灯,应随用随点,不用时盖上灯罩。不要用已点燃的酒精灯去点燃别的酒精灯,以免酒精溢出而失火。
- (4) 加热试管时,不要将试管口指向自己或别人,也不要俯视正在加热的液体,以免溅出的液体把人烫伤。
- (5) 在闻瓶中气体的气味时,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的鼻孔。
- (6) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿使其溅在衣服、皮肤、尤其是眼睛上。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢地注入水中,并不断搅动,切勿将水注入浓硫酸中,以免局部过热,使浓硫酸溅出,引起灼伤。
- (7) 每次实验后,应把手洗净方可离开实验室。

1.2.6 实验中意外事故的处理

在实验中如果不慎发生意外事故,不要慌张,应沉着、冷静,迅速处理。具体如下:

- (1) 烫伤:可用高锰酸钾或苦味酸溶液冲洗灼烧处,再擦上凡士林或烫伤油膏。
- (2) 受强酸腐蚀受伤:应立即用大量水冲洗,然后擦上碳酸氢钠油膏或凡士林。

(3) 受浓碱腐蚀受伤:应立即用大量水冲洗,然后用柠檬酸或硼酸饱和溶液洗涤,再擦上凡士林。

(4) 割伤:应立即用药棉揩净伤口,擦上龙胆紫药水,再用纱布包扎。如果伤口较大,应立即到医务室医治。

(5) 火灾:如酒精、苯或醚等引起着火时,应立即用湿布或沙土等扑灭;如火势较大,可使用 CCl_4 灭火器或 CO_2 泡沫灭火器,但不可用水扑救,因水能和某些化学药品(如金属钠)发生剧烈的反应而引起更大的火灾。如遇电气设备着火,必须使用 CCl_4 灭火器,绝对不可用水或 CO_2 泡沫灭火器。

(6) 遇有触电事故,首先应切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

2 无机化学基本操作技术

2.1 常用玻璃仪器的洗涤与干燥

2.1.1 常用玻璃仪器

无机化学实验常用仪器之一如图 2-1 所示,无机化学实验常用仪器之二如图 2-2 所示,无机化学仪器之三如图 2-3 所示。

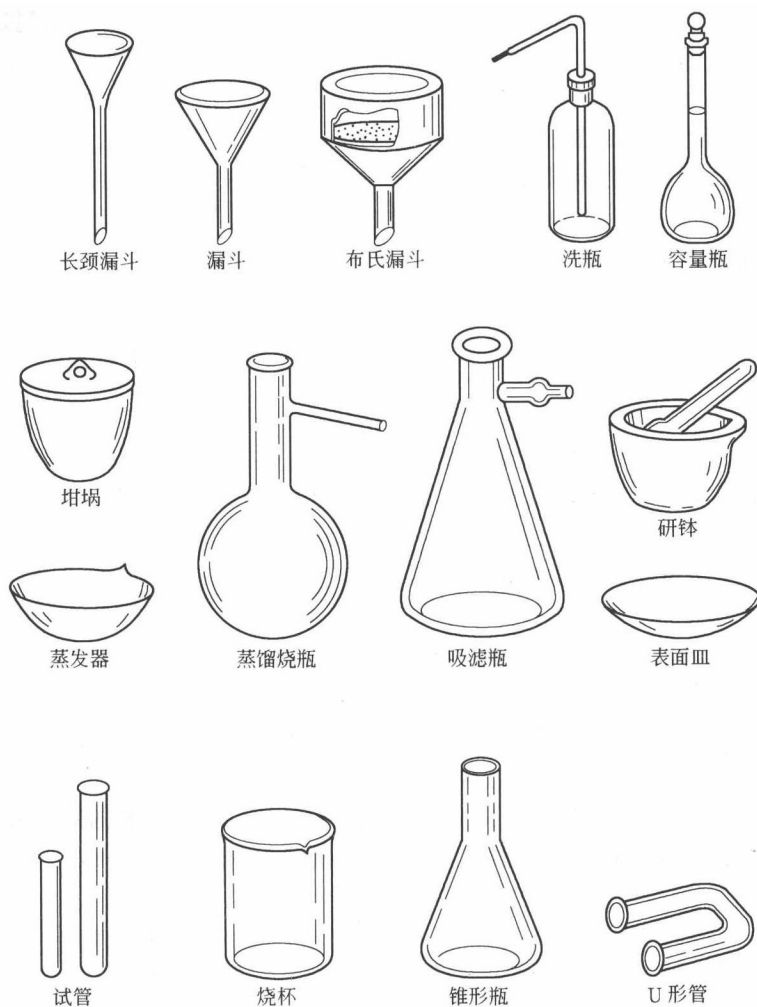


图 2-1 无机化学实验常用仪器之一

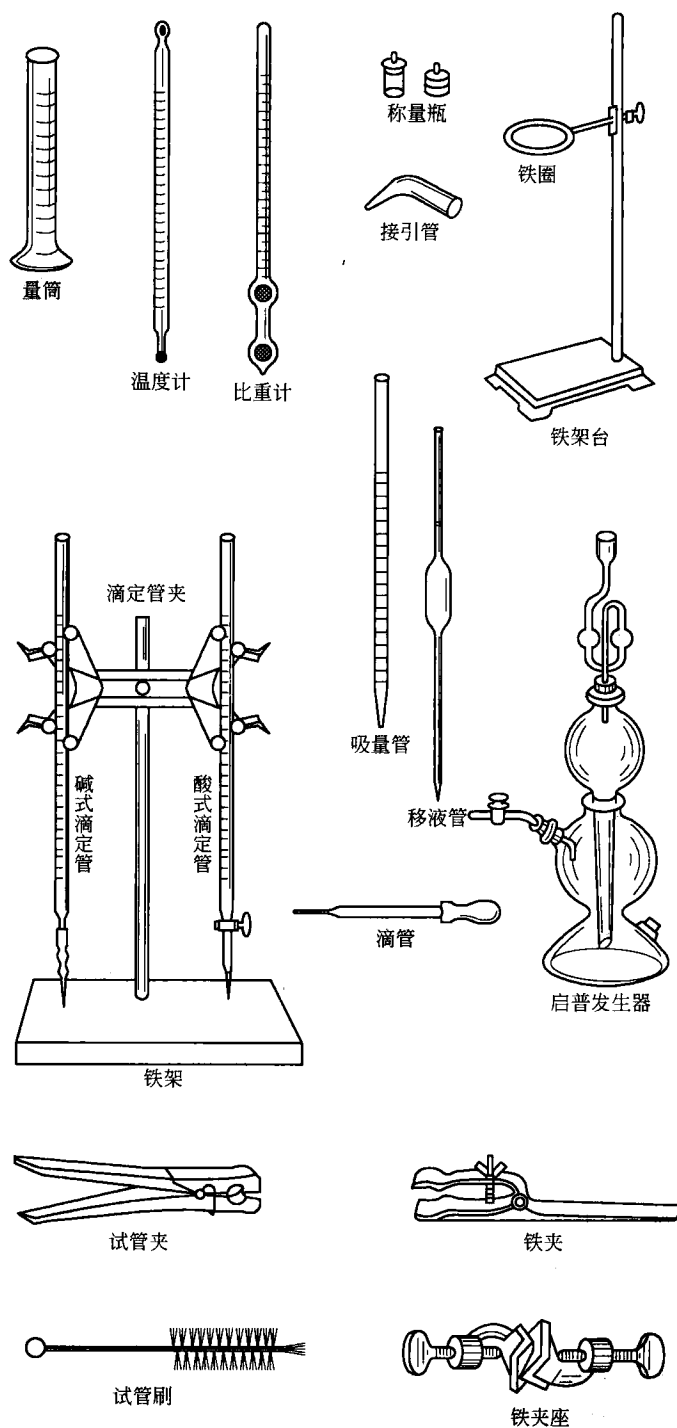


图 2-2 无机化学实验常用仪器之二

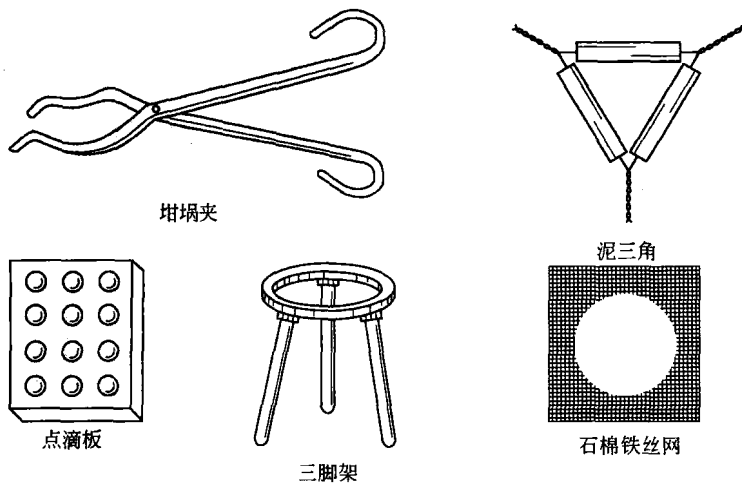


图 2-3 无机化学实验常用仪器之三

2.1.2 玻璃仪器的洗涤

2.1.2.1 仪器的洗涤

化学实验中经常使用各种各样的玻璃仪器,用不干净的仪器进行实验时,必然会影响实验结果的准确性,因此必须保证仪器的“干净”。但世界上没有绝对“干净”的东西,化学上“干净”的含义主要是指“不含有妨碍实验准确性的杂质”的意思。对于不同类型的实验,对于“干净”的定义也不尽相同。

黏附在仪器上的污物,主要包括尘土及其他不溶物、可溶物、油污和其他有机物等三类,刷洗时应根据实验的具体要求、污染物的性质以及污染的程度来选用不同的方法:

(1) 直接使用自来水刷洗。用自来水冲洗对于水溶性物质以及附在仪器上的尘土及其他不溶物的除去有效,但难以除去油污及某些有机物。

(2) 对于某些有机污染物,则应选取相应的有机溶剂洗涤。

用去污粉、肥皂或合成洗涤剂刷洗。首先用自来水浸泡润洗,加入少量去污粉,用毛刷刷洗污处,最后再用自来水冲洗干净,必要时用蒸馏水冲洗 2~3 次。

注意:使用毛刷刷洗试管时,应将毛刷顶端的毛顺着伸入到试管中,用食指抵住试管末端,来回抽拉毛刷进行刷洗,不可用力过大,也不要同时抓住几只试管一起刷洗。

(3) 用洗液洗。在进行精确定量实验时,或所使用的仪器口径小、管细、形状特殊时,应该用洗液洗涤。洗液(见 2.1.2.3 洗涤液的配制)具有强的酸碱性、强氧化性、去油污和有机的能力较强的特性,但对衣物、皮肤、桌面及橡皮的腐蚀性也较强,使用时应小心。

具体做法是:先将仪器用自来水刷洗,倒净其中的水,加入少量洗液,转动仪器使内壁全部为洗液所浸润,一段时间后,将洗液倒回原瓶。仪器先用自来水冲洗,再用蒸馏水冲洗 2~3 次。使用洗液时注意:1) 洗液为强腐蚀性液体,应注意安全;2) 洗液吸水性强,用完后应立即将洗液瓶子盖严;3) 洗液可反复使用,但是若洗液变为绿色即失效,不能再使用。

(4) 用蒸馏水淋洗。经过上述方法洗涤的仪器,仍然会黏附来自自来水的钙、镁、氯、铁等离子,因此必要时应该用蒸馏水淋洗内部 2~3 次。

洗涤仪器时,应注意按照少量多次原则,尽量将仪器洗涤干净;洗涤干净的仪器内外壁上不

应附着不溶物、油污,仪器可被水完全湿润,将仪器倒置水即沿器壁流下,器壁上留下一层既薄又均匀的水膜,不挂水珠。

在实验中应根据实际情况和实验内容来决定洗涤程度,如在进行定量实验中,由于杂质的引进会影响实验的准确性,因此对仪器的洁净程度要求较高。对于一般的无机制备实验或者定性实验等,对仪器的洁净程度的要求相对较低,只要洗刷干净,一般不要求不挂水珠,也没有必要用蒸馏水洗涤。

为了避免有些污物难以洗去,要求当实验完毕后立即将所用仪器洗涤干净,养成一种用完即洗净的习惯。

2.1.2.2 沉淀垢迹的洗涤

一些不溶于水的沉淀垢迹经常牢固的黏附在仪器的内壁,需要根据沉淀的性质选用合适的试剂,用化学方法除去。表 2-1 介绍了几种常见垢迹的处理方法。

表 2-1 常见垢迹的化学处理方法

垢迹类别	处理方法
MnO_2 , $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 或碱土金属的碳酸盐	盐酸 (MnO_2 需用浓盐酸)
银、铜等	硝酸
难溶银盐	一般用硫代硫酸盐, Ag_2S 可用热浓硝酸
不溶于水及酸碱的有机物	相应有机溶剂
煤焦油	煮沸石灰水
KMnO_4	浓碱浸泡
硫 磺	稀草酸溶液

2.1.2.3 洗涤液的配制

(1) 铬酸洗涤液(简称洗液)。将 $25\text{gK}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶于 50mL 水中,冷却后向此溶液中慢慢加入浓硫酸至 1000mL 。

(2) 碱性高锰酸钾洗涤液。将 4g 高锰酸钾溶于 5mL 水中,再加入 95mL , 10% 的氢氧化钠溶液混合。

2.1.3 仪器的干燥

仪器干燥的方法很多,但要根据具体情况,选用具体的方法:

(1) 晾干。不急用的仪器(或每次实验完毕后),将洗涤干净的仪器倒置于干燥的仪器柜中或仪器架上任其自然干燥。

(2) 烤干。将洗涤干净的烧杯、蒸发皿等放置于石棉网上,用小火烤干;试管可直接烤干,在烤干试管过程中,开始要将试管口向下倾斜,以免水滴倒流导致试管炸裂,火焰也不要集中于一个部位,先从底部开始加热,慢慢移至管口,反复数次直至无水滴,最后将管口向上将水汽赶干净。

(3) 吹干。利用电吹风吹干。

(4) 烘干。将干净的仪器尽量倒干水后放入电热烘干箱烘干(控温 105°C 左右),放入烘箱的仪器口朝上,或在烘箱下层放一瓷盘,接受滴下的水珠。注意木塞、橡皮塞不能与玻璃仪器一同干燥,玻璃塞也应分开干燥。

(5) 有机溶剂快速干燥。带有刻度的计量仪器不能用加热的方法干燥,因此和一些急需用

的仪器一样,采用有机溶剂快速干燥法干燥:将易挥发的有机溶剂(如乙醇、丙酮等)少量加入到已经用水洗干净的玻璃仪器中,倾斜并转动仪器,使水与有机溶剂互溶,然后倒出,同样操作两次后,再用乙醚洗涤仪器后倒出,自然晾干或用电吹风吹干。

2.2 加热与冷却

2.2.1 热源

实验室中常用的热源有酒精灯、酒精喷灯、电炉以及马弗炉等。

2.2.1.1 酒精灯与酒精喷灯

(1)酒精灯(图2-4)。酒精灯是实验室最常用的加热灯具,其供给温度为 $400 \sim 500^{\circ}\text{C}$ 。酒精灯由灯罩、灯芯和灯壶三部分组成,灯罩上有磨口。使用时注意:1)添加酒精时应将灯熄灭,利用漏斗将酒精加入到灯壶内,添加量最多不超过总容量的 $2/3$ 。2)应使用火柴点燃酒精灯,决不能用点燃的酒精灯来点燃。3)熄灭酒精灯时,不要用嘴吹,将灯罩盖上即可,但注意当酒精灯熄灭后,要将灯罩拿下,稍作晃动赶走罩内的酒精蒸汽后盖上,以免引起爆炸(特别是在酒精灯使用时间过长时,尤其应注意)。4)在酒精灯不用时应盖上灯罩,以免酒精挥发。

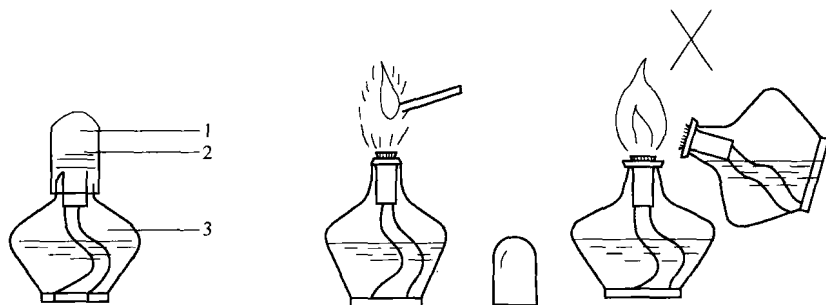


图2-4 酒精灯及正确点燃方法

1—灯罩;2—灯芯;3—灯壶

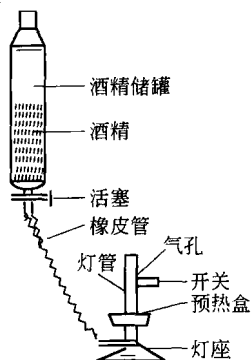


图2-5 酒精喷灯

(2)酒精喷灯。酒精喷灯的构造如图2-5所示,其温度可达 $700 \sim 1000^{\circ}\text{C}$,用于需较高温度的时候。使用时首先打开活塞,并在预热盒中加入酒精,点燃酒精加热灯管,待预热盒内酒精接近燃完时,将燃着的火柴移至灯口,同时开启开关,使酒精从灯座进入灯管,并受热汽化,与进气孔的空气混合并被点燃,调节开关,可控制火焰的大小。使用完毕,关闭开关、酒精喷灯及活塞,火即被熄灭。

2.2.1.2 电炉与马弗炉

根据需要,实验室还经常用到电炉、马弗炉等加热设备,电炉(图2-6)是一种利用电阻丝将电能转化为热能的装置,使用温度的高低可通过调节外电阻来控制,为保证容器受热均匀,使用时反应容器与电炉间利用石棉网相隔离。马弗炉是利用电热丝或硅碳棒加热的密封炉子,炉膛是利用耐高温材料制成,呈长方体。一般电热丝炉最高温度为 950°C ,硅碳棒炉为 1300°C ,炉内温度是利用热电偶和毫伏表组成的高温计测量,并使用温度控制器控制加热速度。使用马弗炉时,被加热物体必须放置在能够耐高温的容器(如坩埚)中,不要直接放在炉膛上,同时不能超过最高允许温度。

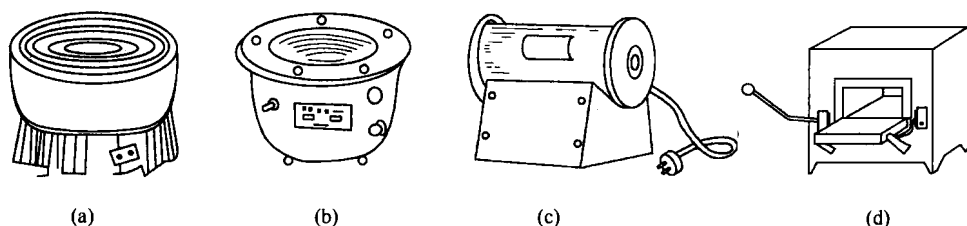


图 2-6 常用高温电加热器

(a) 电炉; (b) 电加热套; (c) 管式电炉; (d) 马弗炉

2.2.2 加热方法

2.2.2.1 直接加热

当被加热的样品在高温下稳定而不分解,又无着火危险时,可使用直接加热法。使用烧杯、烧瓶加热液体样品时,容器外的水应擦干,同时在火源与容器之间应放置石棉网。在加热过程中,应适时搅拌,以防爆沸。在高温下加热固体样品时,可将固体样品放置于坩埚中。

用氧化焰灼烧(图 2-7(a))。具体做法是:开始用小火烘烤坩埚,使其受热均匀,然后加大火焰,根据实验要求控制灼烧温度和时间,灼烧完毕后移去热源,冷却后(或用干净的坩埚钳夹着坩埚,放置于石棉网上冷却)备用。实验室进行灼烧实验时经常用到马弗炉或管式电炉。

2.2.2.2 用热浴间接加热

当被加热的样品易分解,温度变化易引起不必要的副反应时,就要求加热过程中受热均匀,而又不超过一定温度,使用特定热浴间接加热可满足此要求。如果要求反应温度不超过 100°C 时,可利用水浴加热,有特制的电热水浴锅。在一般实验中,常使用大烧杯来代替水浴锅(图 2-7(d))。

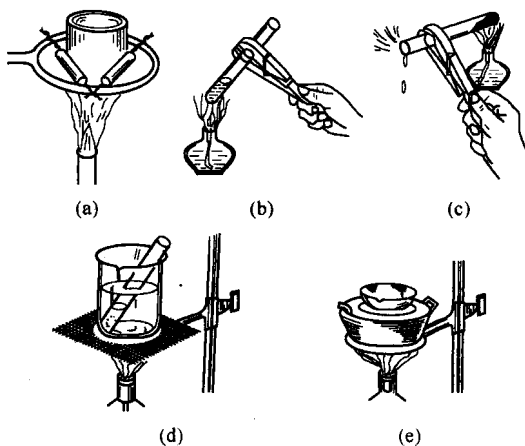


图 2-7 加热方式

使用水浴锅时应注意:

- (1) 被加热容器不要触及水浴的底部;
- (2) 水浴中水的总量不要超过总容量的 $2/3$;
- (3) 勿使水浴中水烧干(在水浴表面加入少量石蜡油可有效地阻止水分的快速蒸发)。