

化学实验 操作经验 集锦

● 刘宗明 主编 ●

高等教育出版社

化学实验操作经验集锦

刘宗明 主编

高等教育出版社

化学实验操作经验集锦

刘宗明 主编

高等教育出版社出版

新华书店北京发行所发行

河北省香河县印刷厂印装

开本850×1168 1/32 印张 9.25 字数 240 000

1989年6月第1版 1989年9月第2次印刷

印数31 51—5 360

ISBN7-04 000600-6/O·230

定价 2.50 元

前 言

长期以来，国内外许多化学工作者，在常规实验操作之外还创造了许多巧妙的方法，来解决化学实验中的一些实际问题，并总结和积累了相当丰富的经验。

本书围绕以如何更顺利地开展化学实验，提高实验效率，改善实验效果，节约实验费用，并考虑到在我国一般化学实验室能够实现为目标，收集选编了这方面的资料。本书主要内容包括：实验装置和操作的代用和简化；实验中常见事故和麻烦问题的预防和处理；常规实验装置和操作方法的改进；一些殊特问题的解决办法等。也拾遗补缺地系统介绍了某项操作或某种仪器。

本书资料大部分来源于国外书刊(其中有些经编者实践过，并穿插进自身的经验)，都注明了出处。为减少重复印刷，对于散见于国内刊物的实验经验，只选编了70年代以前的少部分(其中多是为便于编排对比，或经编者实践过的)，也都注明了出处。对于编者自身的经验，有的只附注了所涉及的文献，一般未注明资料来源。也有几项是现有实验经验的记录，其来源已难以查考。

由于有些经验是在特定条件下产生的，也许只适合处理某个具体问题，相信读者在选用时能结合自己的实际情况，创造出更多的好办法。

本书初稿经周科衍教授审阅，提出许多宝贵意见，编者根据这些意见进行了修改。本书的编写得到任友达教授、吕俊民教授的帮助和鼓励。在此致以深切的谢意。

本书由刘宗明主编，参加部分编写和提供实验经验的有：王壁人、刘立新、赵国良、庄敏华、艾九贤、李晶洁、王永安、许

维波、李德惠、官为民、于秀英、何仁、郭黎晓、吕俊民、孙维涛、张鸿金、吴宝庆、邱树本、陈宏博、夏金星、李忠义、高占先、陈季曹、李源满、汪允懋、宋之玉、蹇锡高、左焕培、邹云香、殷来菊、林继华、李朝恩等。

由于编者水平有限，汇编这类实验经验又无先例可循，书中错误和不当之处在所难免，恳切希望读者批评指教。

编 者

1986年8月 大连工学院

目 录

前言

一、 化学实验室的一般问题	1
1.1 如何打开固着的玻璃磨口	1
1.2 如何取出固着在瓶中的残存磨口	4
1.3 如何打开固着的干燥器	4
1.4 如何打开紧固的螺旋瓶盖	5
1.5 如何取出落入瓶内的塞子	6
1.6 如何从橡皮塞中拔出胶着的温度计	7
1.7 方便的小工具	8
1.8 简易玻璃细工灯	9
1.9 废玻璃磨口的简单利用	10
1.10 非标准磨口仪器的简易修复方法	11
1.11 玻璃管斜口的简易加工方法	12
1.12 切割粗玻璃管的简便电热装置	12
1.13 电热玻璃切割器	14
1.14 玻璃毛细管的加工	15
1.15 玻璃表面的腐蚀方法	16
1.16 用环氧树脂修补玻璃设备	17
1.17 盛碱液瓶塞的改进	18
1.18 聚乙烯管的简单加工	18
1.19 聚乙烯管简易阀门	23
1.20 小内径聚乙烯T形管的制作	24
1.21 针对污垢的性质洗刷仪器	25
1.22 用氢氟酸清洗玻璃仪器	25
1.23 如何洗净附着碳粒的烧结玻璃漏斗	26

1.24	溶剂喷射式的器具洗净器	26
1.25	利用高速水流洗刷实验器具	28
1.2	简易的吸收池洗净装置	29
1.27	用洗涤剂洗刷实验仪器	29
1.28	利用红外线灯照明深色溶液	30
1.29	电吹风的热风接引管	31
1.30	简易的“耐热”烘箱玻璃门	32
1.31	简易量筒干燥架	33
1.32	玻璃仪器的快速干燥	33
1.33	用橡皮塞装配异形管件	33
1.34	利用厚壁橡皮管做夹具	34
1.35	夹取吸收池的弹簧夹	35
1.36	一种改进的铁环	36
1.37	结构简单的升降架	37
1.38	苯胺实验台面的涂刷方法	38
1.39	用手喷灯锡焊大型金属器件	39
1.40	将金属钠制成小颗粒的方法	40
1.41	简易金属钠粉碎机	40
1.42	从钠废屑中回收金属钠方法的改进	41
1.43	如何收拾洒落的汞	43
1.44	将氯化银转变为硝酸银	47

二、加热与冷却 48

2.1	自制简易电热套	48
2.2	自制简易电热器	49
2.3	快速绕制螺旋电热丝	50
2.4	白炽灯加热器	51
2.5	用外加电阻改善恒温槽的温度控制	52
2.6	用调压器提高恒温浴的精度	53
2.7	自制玻璃管电热器	55
2.8	用惰性气体搅动油浴	57
2.9	如何使烧瓶在水浴中放稳	58

2.10	悬浮式小瓶架	58
2.11	漂浮式恒温加热	59
2.12	温度计的照明装置	60
2.13	温度变化的声响指示装置	61
2.14	焊接热电偶的简易方法	62
2.15	简易恒液面水浴	63
2.16	虹吸式液面调节装置	64
2.17	简易液面调节器	64
2.18	利用塑料管冷却玻璃圆筒	65
2.19	用于 -45°C 的抗冻剂	66
2.20	以干冰为冷剂的简易冷却槽	68
2.21	氨气液化的改进	68
2.22	液氨的取用	69
2.23	容器内液氮量的简易探测器	70
2.24	取用干冰的简易方法	71
2.25	可加速冷却的搅拌	72
三、	反应装置	73
3.1	简便有效的消除有害气体的装置	73
3.2	多用共沸分水装置	75
3.3	两用水分分离器	76
3.4	利用带压力平衡管的滴液漏斗除水	77
3.5	简便的小型臭氧化装置	78
3.6	简单的光化学反应器	79
3.7	连续的固定床催化反应简易装置	81
四、	搅拌	84
4.1	保护好搅拌时用的温度计	84
4.2	自制刮壁式搅拌器	84
4.3	一种改进的刮壁式搅拌器	86
4.4	机械搅拌轴承的改进	87
4.5	水银密封装置的改进	89
4.6	高速机械搅拌的密封方法的改进	89

4.7	利用注射器的密封搅拌装置	90
4.8	不锈钢密封搅拌器	91
4.9	装取电磁搅拌转子的简便方法	94
4.10	自制简易电磁搅拌转子	95
4.11	电磁搅拌的简易调速方法	95
五、	加料、供液、物料的分装封存	97
5.1	吸湿性固体的密闭加料	97
5.2	简易滴瓶和滴管	98
5.3	滴液漏斗的代用	98
5.4	改造活塞, 精确控制滴加速度	99
5.5	用毛细管控制滴加速度	99
5.6	小规模制备实验用任意慢速加料器	100
5.7	简易协同加料器	101
5.8	简易恒速自动供液装置	102
5.9	简易恒液面供液装置	103
5.10	用于无氧无水操作的聚乙烯连通管	106
5.11	移取水银用的滴管	107
5.12	液体样品封入小安瓶的简单方法	107
5.13	少量毒性气体的液化封存	108
5.14	高真空下分装低沸点有机液体设备的改进	109
5.15	玻璃破碎封的简单制法	111
六、	物料的粉碎与干燥、溶剂精制	113
6.1	防止粉碎时物料飞散	113
6.2	提高干燥器效率的一种措施	113
6.3	干燥用氯化钙再生方法的改进	114
6.4	电子灶的实验室利用	114
6.5	简单的气体干燥装置	115
6.6	五氧化二磷干燥管	116
6.7	用分子筛干燥溶剂方法的改进	116
6.8	方便的溶剂精制装置	117
6.9	快速制取无水乙醇	118

七、回流、蒸发、蒸馏及水蒸气蒸馏	120
7.1 防止暴沸的变通方法	120
7.2 简便的回流冷凝器	121
7.3 如何使烧瓶内壁析出的结晶溶解	122
7.4 少量溶液的脱溶剂装置	122
7.5 简便的减压蒸发装置	123
7.6 利用注射器自制简易旋转蒸发器	124
7.7 利用滑轮装配简易旋转蒸发器	126
7.8 简便的无水无氧条件下蒸馏	126
7.9 自动供液的蒸馏装置	127
7.10 回流式水蒸气蒸馏装置	129
7.11 水蒸气蒸馏装置的一种改进	130
7.12 固体物质的水蒸气蒸馏	131
7.13 用冷凝管改装分馏柱	134
八、减压及减压蒸馏	136
8.1 保护水泵的小措施	136
8.2 水泵的简易防倒吸装置	136
8.3 利用晒衣夹观察减压情况	138
8.4 简单安全的水银压力计	138
8.5 双U形管水银真空计	139
8.6 用普通蒸馏烧瓶进行减压蒸馏	142
8.7 氮气流下减压蒸馏的简单方法	142
8.8 少量不稳定物质的简易减压蒸馏法	142
8.9 减压自动调节器	143
8.10 控制负压的简便方法	145
九、萃取与洗涤	150
9.1 分液漏斗的代用	150
9.2 利用有支管试管分液	150
9.3 如何消除乳化状态	151
9.4 简易循环萃取器	152
9.5 低沸点轻溶剂的连续萃取装置	153
9.6 高沸点轻溶剂的连续萃取装置	155

9.7	高沸点轻溶剂的萃取器.....	156
9.8	低沸点重溶剂的连续萃取装置.....	157
9.9	高沸点重溶剂的萃取装置.....	158
9.10	液-液连续萃取装置的改进	160
9.11	可改变容量的液-液连续萃取装置	161
十、	过滤和升华	162
10.1	简单方便的过滤架.....	162
10.2	简单的自动过滤装置.....	162
10.3	处理少量沉淀的过滤管.....	165
10.4	自制简单的玻璃过滤器.....	166
10.5	做一个“过滤接引管”	167
10.6	烧结玻璃滤板的制作.....	167
10.7	烧瓶中纤维或沉淀的倾出法.....	169
10.8	微量物料的加压过滤.....	170
10.9	一种简单的电热保温过滤装置	171
10.10	滤纸的新折叠法	172
10.11	简单的升华装置	173
10.12	无氧无水条件下的简易升华装置	174
10.13	在减压下升华少量物质	175
十一、	有关气体的实验	176
11.1	启普装置的合理使用法	176
11.2	启普装置使用方法的改进	177
11.3	利用水泵的鼓风装置	177
11.4	压缩空气的简易除水装置	179
11.5	简易单向通气管	180
11.6	呼吸式洗气管和鼓泡器	181
11.7	惰性气体系统的安全液封管	18
11.8	惰性气体系统的安全水银封管	18 ³
11.9	简易自动压力报警器	184
11.10	气瓶接减压阀的简易夹具	185
十二、	定量移液操作	187
12.1	平头吸球改制成方便的移液吸球	187

12.2	用注射器和三通活塞进行安全移液	187
12.3	利用外加套管改进移液操作	188
12.4	利用三通管改进移液操作	189
12.5	利用玻璃珠阀改进移液操作	191
12.6	自制简易方便的移液工具	192
12.7	一种改进的移液吸球	194
12.8	套管式移液吸球	195
12.9	自动调刻度的移液管	196
12.10	操作简便的移液管	197
12.11	无氧无水条件下的精确移液装置	198
12.12	注射器的防滑装置	198
12.13	水银移液管	199
12.14	移液管洗涤干燥装置	200
十三、	滴定、称量及其他分析操作	202
13.1	如何使滴定管更好用	202
13.2	滴定管读数的辅助工具	203
13.3	当滴定管被凡士林堵塞的时候	204
13.4	如何快速排除滴定管中的气泡	205
13.5	如何自制规整的玻璃珠	205
13.6	简易自动调节液面的滴定管	206
13.7	利用干冰产生 CO_2 气氛的滴定分析法	207
13.8	简易的样品称量-转移工具	208
13.9	圆底烧瓶的称量支托	208
13.10	高分子物质的称量容器	209
13.11	使电极处于可用状态的贮存装置	210
13.12	隔绝空气的试剂溶解装置	210
13.13	溶解氧的简易比色定量	212
13.14	一种有效的清洗离子选择电极的方法	213
十四、	物性测定及物化实验	215
14.1	如何除去测定比重时的气泡	215
14.2	简便的溶解度测定装置	216

14.3	对空气敏感物质的溶解度测定装置.....	217
14.4	溶液中吸附测量的简便仪器.....	218
14.5	Victor-Meyer装置的简单改进.....	219
14.6	使吸附管死体积保持一定的简便方法.....	220
14.7	Ostwald粘度计的改进.....	221
14.8	Ubbelohde 稀释粘度计的溶液吸上和混合装置.....	222
14.9	膨胀计的改进.....	223
十五、	纸色谱法、薄层色谱法和柱色谱法.....	225
15.1	几种简便的纸色谱法.....	227
15.2	测量色谱图上 R_f 值的橡皮尺.....	228
15.3	点数样品的简易方法.....	225
15.4	制备薄层色谱连续点样的简便方法.....	229
15.5	简易的分离用薄层色谱.....	230
15.6	简易的薄层层析槽.....	232
15.7	薄层分离谱的斑点再分析的方法.....	233
15.8	记录保存薄层色谱的简易方法.....	233
15.9	防止柱色谱表层扰动的方法.....	234
15.10	柱色谱的简易加压装置.....	235
15.11	柱色谱的快速分离方法.....	236
15.12	可用于分离无色混合物的色谱柱.....	236
十六、	气相、液相色谱及分光光度分析.....	238
16.1	一种不能打碎的气相色谱用微量进样器.....	238
16.2	气相色谱用过的固定相短时间取出的方法.....	239
16.3	氢火焰检测器用简易氢气发生装置.....	239
16.4	维修氢气发生器的一点经验.....	240
16.5	防止高温气相色谱仪垫片“流失”的方法.....	241
16.6	气相制备色谱用简易收集器.....	242
16.7	气-液色谱收集样品的简易方法.....	243
16.8	教学用高效液相色谱溶剂——甲醇的简便制备方法.....	243
16.9	清除液相色谱试样中固体悬浮物的前置过滤器.....	244
16.10	高效液相色谱仪常见故障的排除.....	245

16.11	阳离子分光分析用金属盐丸片的改进	246
16.12	对温度和湿气敏感物质的分光光度测定装置	250
十七、 红外吸收光谱		251
17.1	制作KBr试样片剂的装置	251
17.2	自制简易长光程池子	255
17.3	用于测定水溶液样品的便宜的红外池子	256
17.4	KBr片剂简易液膜法测定油状物质	257
17.5	制备固体样品的一种快速方法	257
17.6	用于红外光谱测定的一种快装池架	258
17.7	KBr压片法粒度大小的掌握	259
17.8	湿式研磨方法	280
17.9	用于远红外测定样品的简易制法	260
17.10	NaCl盐片简易抛光技术	261
十八、 核磁共振波谱法		262
18.1	几种洗涤NMR样品管的方法	262
18.2	制备对空气和湿气敏感物质的NMR样品的方法	265
18.3	制作NMR样品管用聚乙烯毛细移液管	266
18.4	一种改善同轴NMR样品管的方法	267
18.5	NMR波谱用氟仿的精制	268
18.6	NMR样品的脱气技术	270

一、 化学实验室的一般问题

1.1 如何打开固着的玻璃磨口

当玻璃仪器的磨口部分，因固着而打不开时，可采用以下几种方法进行处理。

(一) 敲 击

用木器敲击固着的磨口部件的一方，使固着部位因受震而逐渐松动脱离。对于固着的试剂瓶、分液漏斗的盖子等，可将仪器的塞子与瓶口卡在实验台或木桌的棱角处，用木锤或木块沿与仪器轴线成的 70° 角的方向，进行轻轻敲击，如图1-1所示，同时间歇地转动仪器。当转过一、二圈后，可试试能否打开。如不成功，此操作可重复几次，对于固着程度不严重的磨口，一般可以打开。

(二) 加 热

对于不便敲击或敲击无效的固着磨口，可采取加热固着部位外层的方法。让外层先受热膨胀较大，而内层受热较少膨胀较小，使固着处相互脱离。加热的方法有以下几种：

(1) 用浸过沸水的布对固着处进行“热敷”。

(2) 用电吹风加热固着部位。

(3) 用内径3~4 mm的玻璃管，导出水蒸气，喷射固着部位。

(4) 用小的游动火焰（不供空气，有黑烟的火焰）燎烤固着部位。游动火焰可由酒精灯或关闭空气门的煤气灯产生，也可

由一端拉细的玻璃管作灯管来提供。后者更适用于处理内部盛有物料，不便于横放和倾斜的固着磨口，如图1-2所示。用游动火焰烘烤磨口部位时，须不断转动瓶体，使之受热均匀，以免仪器炸裂。当受热部位附上一层烟黑时，就可以尝试扭转磨口（烫手！最好戴手套操作），看是否能打开，如不行，可再烤几次。这种方法成功的几率最大。

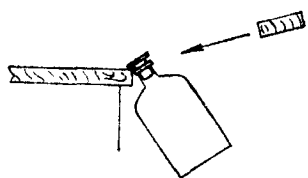


图1-1

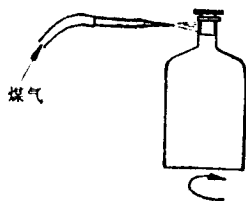


图1-2

（5）当有较多的固着磨口仪器（如学生实验室用的滴瓶、分液漏斗等），要同时处理时，可把这些仪器一起放入沸水中煮一会儿，并轮番尝试能否打开，打不开的再煮，最终绝大部分都能打开，个别打不开的再用其他方法处理。但也有经过敲击和烘烤处理无效，放在沸水中煮一段时间后打开的。

事实证明，加热和敲击两种方法交替使用，更容易奏效。

（三）浸 渗

由于碱、磷酸或水蒸气长时间对磨口处的作用，可形成类似水玻璃状的物质，使磨口固着。这种情况下受热可能会固着得更加牢固。还有些不宜敲击和加热的固着磨口，如结构较复杂或贵重的，内部盛有易挥发、易燃、剧毒物质的容器等。此时最好采用溶剂浸渗的办法，就是在固着的两部分的缝隙间，滴加几滴渗透力强的液体，使之渗透浸润到固着的部位而便于脱离。可以用作浸渗的液体有以下几种：

(1) 有机溶剂：苯、乙酸乙酯、石油醚、煤油等。

(2) 稀薄的表面活性剂水溶液：如渗透剂OT（琥珀酸二辛酯磺酸钠）等。

(3) Bredemann溶液：水合三氯乙醛 10份、甘油 5份、25%盐酸 3份、水 5份。

(4) 用水或稀盐酸进行浸泡。

用浸渗的方法有时可在几分钟内将固着的磨口打开，但有时需要几天才能见效。

(四) 其 他

有的固着磨口塞子，本来单靠用力扭转就可打开，但因有手汗发滑或不便把握，使不上劲而不能如愿。这时可将玻璃塞的上端用软布包裹或衬垫上橡皮，小心地用台钳夹住，再用不太大的力量扭转瓶体，就能打开。对于有平面槽的磨口塞，只要用布将其平面部分衬垫，再用活搬手卡住，以适度力量扭转，就能打开。这种扭转的方法，成功的几率很高。有的资料^[2,3]还介绍了用于打开固着磨口塞的专用工具。

总之，在处理固着的磨口时，要有耐心，多种方法配合使用，往往能收到意外的效果。同时还要注意安全，要预防仪器因敲击或加热不当而破损时受到伤害。学生应在有经验的教师或实验室工作人员指导下进行。对于盛有毒害性物料的容器更须小心处理，事先要有万一容器破损的应急措施。

对于个别固着“顽固”的磨口（如长期被四氯化硅固着），无法打开时，只好进行“斩首”处理。此时最好采用电热丝切割的方法，在瓶颈处切断，再将物料转移。

参 考 资 料

【1】神原 周，化学と工業，8,488（1955）。

【2】绪芳 章、菟田太郎、新延信吉共著（下记绪芳 章等），化