



化学基础实验 操作规范

梁慧锋 王秀玲 董丽丽 主编

HUAXUE JICHU SHIYAN
CAOZUO GUIFAN



化学工业出版社

化学基础实验 操作规范

梁慧锋 王秀玲 董丽丽 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

《化学基础实验操作规范》主要介绍化学基础实验中常用仪器与基本操作单元的实验要求和规范的操作过程,侧重对学生实验过程中动手能力和操作规范性的培养,使学生养成良好的实验习惯和严谨的科学态度。全书共5章,分别是常用玻璃仪器操作规范、化学实验基本操作规范、常用小型实验仪器、物理化学实验常用仪器操作规范、化工基本单元操作规范。

《化学基础实验操作规范》描述详细,通俗易懂,配有插图,有助于理解和指导操作,可作为化学、应用化学、材料、环保、制药、化工和医学等专业化学实验教学的补充教材,可供教师进行化学实验教学的参考资料,也适用于高等职业院校相关专业师生和技术人员参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

化学基础实验操作规范/梁慧锋,王秀玲,董丽丽主编.
北京:化学工业出版社,2018.2
ISBN 978-7-122-30982-2

I. ①化… II. ①梁…②王…③董… III. ①化学实验-
高等学校-教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第276580号

责任编辑:李 琰
责任校对:王素芹

装帧设计:关 飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印 装:三河市延风印装有限公司
787mm×1092mm 1/16 印张10 字数235千字 2018年2月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:28.00元

版权所有 违者必究

前言

《化学基础实验操作规范》是在我院的化学基础课团队教师的共同努力下精心编制的，实验教学中，在培养学生的实验能力、规范学生的实验操作、提高学生的实验技能、培养学生的综合素质以及应用型人才培养等方面都发挥了重要的作用。本书的主要特色有以下四点。

第一，规范性，注重学生基本操作能力和技能的培养，规范学生的实验操作，培养学生养成良好的实验习惯，确保实验安全完成；

第二，实用性，对仪器和操作单元中容易出错的地方均以注意事项的形式列出，有利于教师课堂对学生的指导和对操作难点的把握；

第三，专业性，注重层次性与系统性，注重化学实验技能的培养和训练，强化了化学知识与实验技能的联系，完整再现了将每种仪器和操作单元的操作步骤及注意事项；

第四，示范性，注重学生自学能力的培养，读者可以根据操作步骤、配合插图完成实验操作，是一本难得的自学资料。

本书主要由化学基础课教学团队的教师编写。

主编：梁慧锋、王秀玲、董丽丽。

参编：王春平、臧红霞、王峰、于玲、王彦娜、李敏、胡洁、成丽苹、霍维涛。

本书的编写参考了相关教材和期刊文献等的有关内容，在此深表谢意；同时感谢化学工业出版社给予的大力支持。

由于编者水平有限，书中疏漏和欠妥之处在所难免，恳切希望读者批评指正。

梁慧锋 王秀玲

2017年7月

目 录

1 常用玻璃仪器操作规范 / 1

1.1 常用玻璃仪器的操作规范	1	1.1.24 移液管和吸量管	20
1.1.1 烧瓶	1	1.1.25 滴定管	21
1.1.2 蒸馏头	2	1.1.26 试剂瓶	22
1.1.3 温度计接口	3	1.1.27 下口瓶	22
1.1.4 温度计	3	1.1.28 称量瓶	23
1.1.5 冷凝管	4	1.1.29 比色管	24
1.1.6 接液管	5	1.1.30 干燥器	24
1.1.7 分馏柱	5	1.1.31 表面皿	25
1.1.8 分水器	6	1.1.32 钟罩	26
1.1.9 漏斗	7	1.2 常用金属仪器的操作规范	26
1.1.10 Thiele 管（提勒管）	10	1.2.1 酒精喷灯	26
1.1.11 干燥管	11	1.2.2 热水漏斗	27
1.1.12 索氏提取器	12	1.2.3 钻孔器（打孔器）	28
1.1.13 克氏蒸馏冷凝装置（带有克氏蒸馏头的冷凝管）	12	1.2.4 铁夹	29
1.1.14 色谱柱	13	1.2.5 铁圈	29
1.1.15 水泵	14	1.2.6 十字夹	30
1.1.16 烧杯	14	1.2.7 铁架台	30
1.1.17 量筒	15	1.2.8 升降台	31
1.1.18 酒精灯	16	1.2.9 水浴锅	31
1.1.19 胶头滴管	17	1.2.10 电热套	32
1.1.20 试管	17	1.3 常用陶瓷仪器的操作规范	32
1.1.21 锥形瓶	18	1.3.1 蒸发皿	32
1.1.22 量杯	18	1.3.2 研钵	33
1.1.23 容量瓶	19	1.3.3 布氏漏斗	33

2 化学实验基本操作规范 / 35

2.1 一般技术操作规范	35	使用	35
2.1.1 玻璃仪器的洗涤、干燥和		2.1.2 简单玻璃工操作	38

2.1.3 塞子的配置和打孔	41	2.2 分离提纯技术	66
2.1.4 一般仪器的连接和安装	42	2.2.1 蒸馏	66
2.1.5 化学试剂、溶液浓度及 溶液配制	43	2.2.2 减压蒸馏	67
2.1.6 试管实验的操作规范	47	2.2.3 水蒸气蒸馏	69
2.1.7 气体的制备与净化	49	2.2.4 分馏	70
2.1.8 酸碱滴定分析法	60	2.2.5 回流	71
2.1.9 重量分析	62	2.2.6 萃取	73
2.1.10 熔点的测定	64	2.2.7 重结晶	75
		2.2.8 柱色谱法	76

3 常用小型实验仪器 / 78

3.1 天平	78	3.6.1 操作规范	88
3.1.1 天平的分类	78	3.6.2 注意事项	88
3.1.2 TG328A 全机械加码电光 天平	78	3.7 阿贝折光仪	88
3.1.3 电子天平	80	3.7.1 仪器结构	88
3.1.4 称量方法	81	3.7.2 工作原理	89
3.1.5 托盘天平	81	3.7.3 使用方法	90
3.2 紫外-可见分光光度计	82	3.7.4 注意事项	90
3.2.1 仪器工作原理	82	3.8 圆盘旋光仪	91
3.2.2 主要技术指标	82	3.8.1 测定原理	91
3.2.3 723 型可见分光光度计操作 规范	82	3.8.2 操作规范	92
3.2.4 T6 紫外可见分光光度计操作 规范	83	3.8.3 注意事项	93
3.3 酸度计	84	3.9 X4 型显微熔点测定仪	93
3.3.1 酸度计的测定原理	84	3.9.1 操作规范	93
3.3.2 pH5-3C 型酸度计的操作 规范	85	3.9.2 注意事项	94
3.4 水浴锅	85	3.10 循环水真空泵	94
3.4.1 技术参数	86	3.10.1 操作规范	94
3.4.2 操作步骤	86	3.10.2 注意事项	95
3.4.3 维护方法	86	3.11 恒温磁力搅拌器	95
3.5 马弗炉	87	3.11.1 操作规范	95
3.6 电热套	88	3.11.2 注意事项	95
		3.12 干燥箱	95
		3.12.1 操作规范	95
		3.12.2 注意事项	96

4 物理化学实验常用仪器操作规范 / 97

4.1 接触式温度计	97	4.6.2 使用方法	108
4.1.1 仪器结构	97	4.6.3 使用注意事项	108
4.1.2 工作原理	97	4.7 表面张力实验装置	109
4.1.3 使用方法	98	4.7.1 仪器结构	109
4.1.4 使用注意事项	98	4.7.2 使用方法	109
4.2 电导率仪	98	4.7.3 使用注意事项	110
4.2.1 仪器结构	98	4.8 数字小电容测试仪	110
4.2.2 工作原理	99	4.8.1 小电容测试仪的使用 方法	110
4.2.3 使用方法	99	4.8.2 介电常数的测定方法	110
4.2.4 使用注意事项	100	4.8.3 使用和维护注意事项	111
4.3 电泳实验装置	100	4.9 燃烧热测定仪	111
4.3.1 仪器结构	100	4.9.1 仪器原理	111
4.3.2 使用方法	101	4.9.2 仪器结构	112
4.3.3 使用注意事项	102	4.9.3 使用方法	113
4.4 双液系沸点测定仪	102	4.9.4 使用注意事项	114
4.4.1 仪器结构	102	4.10 凝固点实验装置	114
4.4.2 使用方法	103	4.10.1 仪器结构	114
4.4.3 使用注意事项	104	4.10.2 使用方法	114
4.5 恒电位仪	104	4.10.3 使用注意事项	115
4.5.1 仪器结构	104	4.11 比表面积测试仪	116
4.5.2 使用方法	105	4.11.1 仪器结构	116
4.5.3 使用注意事项	107	4.11.2 使用方法	116
4.6 离子迁移数测定装置	107	4.11.3 使用注意事项	117
4.6.1 仪器结构	107		

5 化工基本单元操作规范 / 118

5.1 雷诺演示实验	118	5.3 流体力学综合实验	120
5.1.1 流体流型演示实验仪器 结构	118	5.3.1 整体装置实验功能	120
5.1.2 使用方法	118	5.3.2 整体装置流程图	120
5.1.3 注意事项	119	5.3.3 实验装置	121
5.2 机械能转化演示实验装置	119	5.3.4 实验步骤	121
5.2.1 实验装置	119	5.3.5 注意事项	122
5.2.2 实验步骤	119	5.4 固体流态化实验装置	123
5.2.3 注意事项	120	5.4.1 实验装置	123
		5.4.2 实验步骤	123

5.4.3 注意事项	123	5.12.2 实验步骤	135
5.5 空气-蒸汽给热系数测定实验		5.12.3 注意事项	135
装置	124	5.13 串联流动反应器停留时间	
5.5.1 实验装置	124	分布的测定	135
5.5.2 实验步骤	124	5.13.1 实验装置	135
5.5.3 注意事项	125	5.13.2 实验步骤	136
5.6 恒压过滤实验装置	126	5.13.3 注意事项	136
5.6.1 实验装置	126	5.14 管式反应器流动特性测定	
5.6.2 实验步骤	126	实验	137
5.6.3 注意事项	127	5.14.1 实验装置	137
5.7 流量计的校核	128	5.14.2 实验步骤	137
5.7.1 实验装置	128	5.14.3 注意事项	138
5.7.2 实验步骤	128	5.15 吸收解吸操作实训装置	138
5.7.3 注意事项	128	5.15.1 实验装置	138
5.8 填料塔吸收传质系数的测定 ..	129	5.15.2 实验步骤	138
5.8.1 装置流程	129	5.15.3 注意事项	141
5.8.2 主要设备	129	5.16 精馏操作实训装置	141
5.8.3 实验步骤	130	5.16.1 实验装置	141
5.8.4 注意事项	130	5.16.2 实验步骤	141
5.9 填料塔吸收流体力学性能测定		5.16.3 注意事项	143
实验	131	5.17 传热操作实训装置	144
5.9.1 实验装置	131	5.17.1 实验装置	144
5.9.2 实验步骤	131	5.17.2 实验步骤	145
5.9.3 注意事项	132	5.17.3 注意事项	146
5.10 流化床干燥实验装置	132	5.18 二氧化碳临界状态观测及 p - V - t	
5.10.1 实验装置	132	测定实验装置	146
5.10.2 实验步骤	132	5.18.1 实验装置	146
5.10.3 注意事项	133	5.18.2 实验步骤	147
5.11 纳滤反渗透膜分离实验装置	133	5.18.3 注意事项	148
5.11.1 实验装置	133	5.19 气体定压比热测定实验	
5.11.2 实验步骤	133	装置	148
5.11.3 注意事项	134	5.19.1 实验装置	148
5.12 超滤微滤膜分离实验装置	134	5.19.2 实验步骤	149
5.12.1 实验装置	134	5.19.3 注意事项	149

1

常用玻璃仪器操作规范

化学实验课是化学、化工及相关专业的基础实验课之一，是进行实验基本操作训练的开始。化学实验具有其特殊性，实验涉及的化学试剂大部分是易燃易爆甚至是有毒的，所用到的仪器大多是玻璃的，常用的仪器设备都有其适用范围，操作过程带有一定的危险性。如果实验操作不规范或超出仪器设备的适用范围，就可能会发生危险，发生安全事故。实验室潜藏着诸多危险性因素，掌握实验仪器设备的正确操作不仅可以提高教师实验教学的效率、学生的操作能力，而且可以预防实验事故的发生。

化学实验涉及的仪器非常多，化学实验室经常用到的仪器，按材质分为四个大类，分别是玻璃仪器、金属仪器、陶瓷仪器和小型金属设备。玻璃仪器包括玻璃漏斗、索氏提取器、分水器、冷凝管、干燥管等，金属仪器包括酒精喷灯、热水漏斗、水浴锅、电热套等，陶瓷仪器包括布氏漏斗、研钵、蒸发皿等，每种玻璃仪器将从规格型号、基本用途、操作规范和注意事项四方面进行较为详细的阐述，以此为将要学习化学实验的学生提供参考。

1.1 常用玻璃仪器的操作规范

1.1.1 烧瓶

部分烧瓶示意图见图 1-1。

1.1.1.1 规格型号

烧瓶根据形状分为圆底烧瓶、梨形烧瓶、平底烧瓶和蒸馏烧瓶（瓶颈处有一略向下伸出的细玻璃管，可用于引流）。根据口颈个数，圆底烧瓶又可分为单颈烧瓶、两颈烧瓶、三颈烧瓶和四颈烧瓶。根据容量分为 50mL、100mL、250mL、500mL、1000mL，实验室常用的是 50mL、100mL、250mL 烧瓶。



(a) 单颈烧瓶 (b) 平底烧瓶 (c) 蒸馏烧瓶 (d) 二颈烧瓶 (e) 三颈烧瓶

图 1-1 烧瓶

(a) — 单颈烧瓶；(b) — 平底烧瓶；(c) — 蒸馏烧瓶；
(d) — 二颈烧瓶；(e) — 三颈烧瓶

1.1.1.2 基本用途

烧瓶是用于试剂量较大同时又有液体物质参加反应的容器，圆底烧瓶耐热、耐压，可作为合成实验的反应容器，也可作为蒸馏和减压蒸馏的实验中盛装液体的容器或作为接收器。多颈烧瓶可连接温度计、滴液漏斗、搅拌器、冷凝管等，一般用于反应条件严格的实验。根据实验条件不同选择合适的烧瓶。

1.1.1.3 操作规范

化学实验室常用的烧瓶为圆底烧瓶（索氏提取器装置中配套的烧瓶是平底烧瓶）。

若实验用酒精灯加热，先将铁圈固定在铁架台上，在铁圈上放一个石棉网。取一个洁净的圆底烧瓶，用铁夹夹住（若是多颈烧瓶，用铁夹夹住其上/中颈）并固定在铁架台上，使烧瓶底部恰好与石棉网接触。在烧瓶内加入 2~3 粒沸石，然后通过漏斗加入试剂（烧瓶中试剂的总量不超过容积的三分之二）。连接好装置，进行加热。若实验中需要用电热套或水浴锅加热，则可将烧瓶用铁夹固定在电热套或水浴锅内。连接装置，调节温度，进行实验。

1.1.1.4 注意事项

- ① 烧瓶不可用酒精灯直接加热。
- ② 用酒精灯或电热套加热时，烧瓶外壁不能有水珠。
- ③ 加热前要加入沸石，若加热前忘记加入，待烧瓶中溶液冷却后再加入。
- ④ 烧瓶内液体总量不得少于其容积的 1/3，也不得多于其容积的 2/3。
- ⑤ 加热时，烧瓶底部不可紧贴石棉网、电热套或水浴锅锅底，防止因其局部过热而炸裂。

1.1.2 蒸馏头

部分蒸馏头见图 1-2。

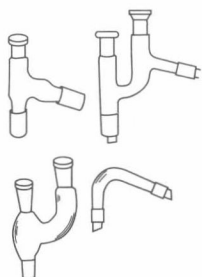


图 1-2 蒸馏头

1.1.2.1 规格型号

蒸馏头根据形状和用途分为玻璃弯头、一般蒸馏头和克氏蒸馏头；根据口径分为 14#、19# 两种型号。

1.1.2.2 基本用途

蒸馏头是蒸馏装置的组成部分，它可将蒸馏用的烧瓶、温度计和冷凝管连接起来。蒸馏头用于常压蒸馏，克氏蒸馏头用于减压蒸馏。克氏蒸馏头可减少由于液体暴沸而进入冷凝管的可能性。

1.1.2.3 操作规范

将圆底烧瓶固定于铁架台上，其上端接上蒸馏头，安装时，左右旋转一下蒸馏头，使之与烧瓶连接紧密，以防漏气（在使用前应应对磨口进行涂凡士林等密封工作）。如果实验需要控制温度，可在蒸馏头上口接上温度计（若用克氏蒸馏头，其上口接一根毛细管，在带有支管的一端上口接温度计），调整温度计的位置，使温度计水银球上沿恰在蒸馏头支管口下沿。若实验不需要控制温度，则在其上口塞上一个橡胶塞或磨口玻璃塞。蒸馏头的支管与冷凝管相连，安装冷凝管时，为了防止漏气，也将冷凝管稍微旋转一下，使之与蒸馏头连接紧密。

1.1.2.4 注意事项

- ① 在安装温度计时，要注意温度计水银球的位置，过高或过低均会影响实验结果。
- ② 待实验结束，装置冷却后，若蒸馏头不容易拔下，可在磨口周围涂上少量润滑剂，然后用吹风机把接口吹热，这样就容易将蒸馏头拔下。

1.1.3 温度计接口

1.1.3.1 规格型号

实验室常用的温度计接口适用于内径为 1.5cm 的磨口玻璃仪器，更大口径的仪器则需要转换接口。

1.1.3.2 基本用途

许多化学实验需要控制温度，除了使用带孔橡胶塞外，实验室常用温度计接口来固定温度计。温度计接口是磨口的，适用于磨口玻璃仪器。

1.1.3.3 操作规范

将温度计接口上的塑料帽拧下来，取一根合适量程合适粗细的温度计，左手持帽，右手握住温度计的上端从塑料帽的内部穿进其孔，然后将塑料帽拧上但不拧紧，接在蒸馏头上口，调整温度计到合适的位置，再拧紧塑料帽。实验完毕，将温度计同接口一起取下，拧下塑料帽，将温度计小心拔出放好。

1.1.3.4 注意事项

- ① 温度计水银球部位的玻璃很薄容易破碎，所以安装时应使其上端先插入温度计接口的塑料帽内。
- ② 塑料帽内的胶垫时间长了容易老化，会使温度计与塑料帽连接不紧密而漏气，可以换一个稍粗一点的温度计，或在安装温度计时垫一层纸，以提高其气密性。
- ③ 温度计接口一定和温度计固定好，以防温度计脱落造成温度计和烧瓶损坏。

1.1.4 温度计

1.1.4.1 规格型号

- ① 按其内填充的材质不同可分为酒精温度计、水银温度计、煤油温度计、气体温度计、电阻温度计、温差电偶温度计、辐射温度计、光测温度计和双金属温度计。实验室常用水银温度计和酒精温度计。
- ② 按其形状和用途分为玻璃棒式温度计、贝克曼温度计、圆盘指针式温度计。
- ③ 按其量程不同可分为 100℃、200℃、300℃ 和 360℃ 温度计。

1.1.4.2 基本用途

化学实验中经常需要控制反应温度，温度计可用来测量实验过程中的温度。有机实验室经常用的是酒精温度计、水银温度计。

1.1.4.3 操作规范

若实验装置用的是标准接口仪器，可将温度计通过温度计接口与装置连接起来。
若实验装置用的是普通接口仪器，可将温度计插入大小合适的带孔橡胶塞中从而与装

置连接起来。插入温度计时，左手持橡胶塞，右手捏住温度计的一端，使温度计对准塞孔，稍微用力转动温度计，使温度计插入孔中。转动过程中，右手捏住温度计的位置距橡胶塞的位置要保持 2cm 左右。调整温度计的位置，塞上橡胶塞使水银球在装置的合适位置。实验完毕，将温度计从橡胶塞上缓慢旋出。

1.1.4.4 注意事项

- ① 温度计使用前需要校正。最简单的校正方法是：用冰水测量 0°C ，用沸水测量 100°C ，计算每一度的误差即可。
- ② 读数时，不能将温度计拿出。
- ③ 温度计不能用作搅拌棒来搅拌液体。
- ④ 不能用温度计测量超过其量程的温度。
- ⑤ 待温度计示数稳定后再读数。
- ⑥ 水银球部位的玻璃很薄，在放入盒内时要特别小心。
- ⑦ 测液体温度时，水银球要浸没在液体中，但不能触碰容器底部或器壁。
- ⑧ 使用过的温度计要慢慢冷却，特别是温度较高时，切不可用冷水冲洗，否则温度计会破裂。

1.1.5 冷凝管

常用冷凝管如图 1-3 所示。

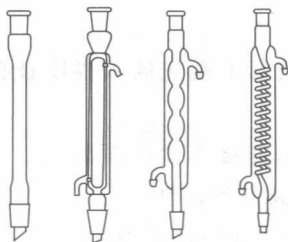


图 1-3 冷凝管

1.1.5.1 规格型号

根据形状不同可将冷凝管分为空气冷凝管、直形冷凝管、球形冷凝管和蛇形冷凝管。

1.1.5.2 基本用途

冷凝管常用于蒸馏实验或回流实验，均用来将蒸气冷凝为液体。根据被冷凝物质的沸点不同，选取不同的冷凝管。沸点高的选择空气冷凝管，沸点低的选择蛇形冷凝管，按照冷凝液体沸点逐渐降低冷凝管的选用顺序是空气冷凝管、直形冷凝管、球形冷凝管和蛇形冷凝管。空气冷凝管常用于冷凝沸点高于 140°C 的液体，直形冷凝管和球形冷凝管常用于冷凝沸点低于 140°C 的液体，蛇形冷凝管常用于沸点低、易挥发的有机物。蛇形冷凝管和球形冷凝管常用于回流装置。

1.1.5.3 操作规范

除了空气冷凝管使用时不用通水，其他三种冷凝管均需要通水。水的流向一般和气体的流向相反（冷凝效果较好）。

对于空气冷凝管，将其与蒸馏头相连并在同一平面上，用铁夹夹住距冷凝管上口 $1/3 \sim 1/2$ 处，用十字夹固定在铁架台上即可。

对于其他三种冷凝管，先把冷凝管放于左手手掌中，用拇指、食指和中指固定住冷凝管的一个支管口。右手取一个橡胶管，将其中一头用水沾湿，套在支管口上。冷凝管的另一支支管口同样套上一个橡胶管。将冷凝管用铁夹夹住，调整位置，使其轴线与所连仪器的轴线重合，移动冷凝管与仪器相连并在同一平面上，然后用铁夹夹住距冷凝管上口的 $1/3 \sim 1/2$ 处，用十字夹固定在铁架台上，使上支管口朝上，下支管口朝下。将与冷凝管下支管

口相连的橡胶管接在水龙头上，与上支管口相连的橡胶管通入水槽（最好接一小节玻璃管，以防通水后跳出水槽）。开始实验时要先通水再加热。实验结束后，先停止加热，再停止通水。拆下冷凝管，将冷凝管橡胶管内的水倒出，内管用水冲洗干净放好。

1.1.5.4 注意事项

- ① 冷凝管使用前要先干燥。
- ② 装置加热前冷凝管内要先通水。
- ③ 冷凝管使用时一定要用铁夹固定。
- ④ 蛇形冷凝管和球形冷凝管不可斜着安装，只能直立使用。
- ⑤ 连接橡胶管时，一定要用手指固定住冷凝管支管，否则支管易断裂。
- ⑥ 水要从冷凝管的下支管口进，上支管口出，否则会影响冷凝效果。

1.1.6 接液管

部分接液管示意图见图 1-4。

1.1.6.1 规格型号

常用的接液管有一般接液管和真空接液管。

1.1.6.2 基本用途

接液管常用于蒸馏实验中，一般接液管没有支管，用于常压蒸馏。真空接液管有支管，在实验过程中，可将体系中的有毒气体通过支管用吸收装置吸收，真空接液管既可用于常压蒸馏也可用于减压蒸馏，一般接液管只能用于常压蒸馏。

1.1.6.3 操作规范

将冷凝管固定好后，取一个洁净的接液管与冷凝管相连，连接时要稍微转动一下，使之连接紧密，其下端连一个接收器，接液管要与其他装置在同一平面。若体系存在易挥发的有毒物质，可用一个胶管与接液管支口相通通到室外或用气体吸收装置吸收。若体系需要减压，则选用真空接液管，将减压装置与真空接液管支口相连使体系压力降低。

1.1.6.4 注意事项

- ① 接液管使用前要干燥。
- ② 接液管有一定的弧度，安装时不要太用力，以防将其折断。
- ③ 使用真空接液管时，连接的装置要密闭不漏气，否则影响实验结果。
- ④ 实验完毕，将接收器取下时，也要将接液管取下，否则接液管易从冷凝管上脱落。
- ⑤ 用一般接液管时，其下端与接收瓶不能紧密相连，否则会形成封闭体系，蒸汽压过高容易爆炸。
- ⑥ 如果真空接液管的内管坏了，在减压蒸馏时就不能继续使用。

1.1.7 分馏柱

分馏柱示意图见图 1-5。

1.1.7.1 规格型号

按柱内构造不同可分为 Vigreux 柱、Dufton 柱和 Hempel 柱。

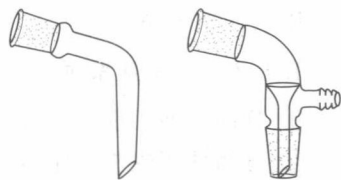


图 1-4 接液管



图 1-5 分馏柱

1.1.7.2 基本用途

分馏柱常用于分馏实验，主要用来分离几种沸点相近的液体混合物。Vigreux 柱结构简单，分馏效率低，适用于分离少量沸点相差较大的液体。Hempel 柱在柱内填充了许多惰性填料，增加了气液交换面积，分离效果较好，可分离沸点相近的几种混合液体。Duffon 柱分离效果介于两者之间。

1.1.7.3 操作规范

取一根干燥的分馏柱，接在蒸馏瓶上，用铁夹将距其上端 $1/3$ 处固定在铁架台上，其上端再接一个蒸馏头连接其他装置。在安装时，均要稍微转动一下，使各仪器连接紧密。缓慢加热使蒸气慢慢进入分馏柱，待蒸气在柱内回流一段时间形成明显的温度梯度后，调节加热温度以保持一定的回流比，使馏出液以 $2\sim 3$ 秒/滴为宜。实验结束，待分馏柱冷却后，用水冲洗干净。

1.1.7.4 注意事项

- ① 分馏柱使用前必须是干燥的。
- ② 分馏柱用铁夹固定时不可夹得太紧。
- ③ 实验结束时分馏柱是热的，切不可用水冲洗，以防破裂。
- ④ 控制加热速度，使馏出液以 $2\sim 3$ 秒/滴为宜，若加热太快达不到分馏效果。

1.1.8 分水器

分水器示意图见图 1-6。

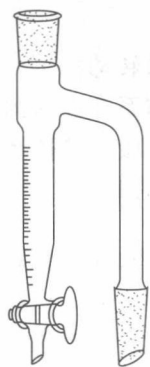


图 1-6 分水器

1.1.8.1 规格型号

分水器按盛水量的不同可分为 5mL、10mL、15mL、20mL 等。实验室常用的分水器规格是 20mL。

1.1.8.2 基本用途

化学反应通常是可逆的，我们可以通过减少一种生成物的量来增加反应产率。分水器通过分出反应中生成的水来提高反应产率。

1.1.8.3 操作规范

① 检漏

分水器在使用前需要检漏。将分水器下端的活塞关闭，倒入适量的水，静置几分钟，观察其下端是否有水滴出。若分水器漏水，可在活塞上涂抹少量凡士林，塞在塞孔里沿一个方向转动至透明即可。

② 实验

取一个圆底烧瓶，加入反应液和沸石，固定在铁架台上。将分水器支管口连在烧瓶上口然后固定，用滴管在分水器内注满水（分水器中水的液面略低于支管口），然后从下端放 0.5mL 的水于干燥的量筒中。分水器上端连接冷凝管，通水加热回流，待分水器内水满时，从其下端放出 0.5mL 的水于量筒中，继续加热回流直至分水器内水位不再上升，此时表示反应已完成，停止加热。将分水器内的水放入量筒，测量水量。

1.1.8.4 注意事项

- ① 分水器安装要垂直。

- ② 分水器使用前要先检漏和干燥。
- ③ 分水器支管易断裂，使用时要注意。
- ④ 反应中的有机物应与水不互溶且密度比水小，才可以使用分水器分出水层。

1.1.9 漏斗

部分漏斗示意图见图 1-7。

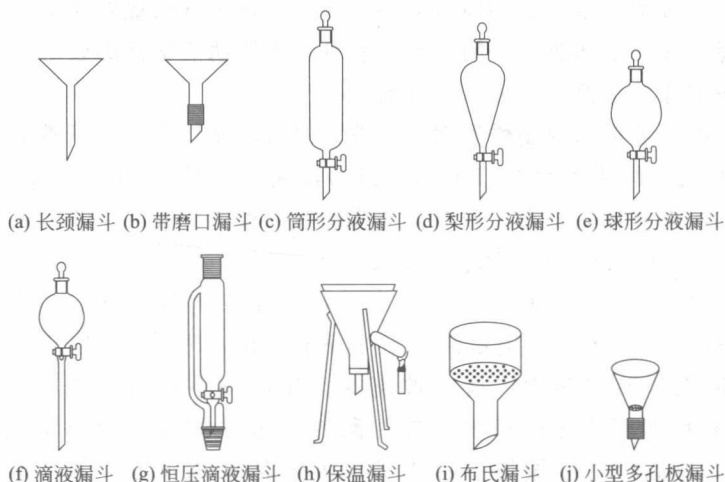


图 1-7 漏斗

1.1.9.1 规格型号

漏斗的种类很多，常用的有普通玻璃漏斗、铜质热水漏斗、高压漏斗、分液漏斗和安全漏斗等。实验室常用分液漏斗。分液漏斗分为球型、梨型和筒型等多种样式，球型分液漏斗的颈较长，多用作制气装置中滴加液体的仪器，梨型分液漏斗的颈比较短，常用做萃取操作的仪器。漏斗按其用途不同可分为分液漏斗、滴液漏斗、恒压滴液漏斗、玻璃漏斗。其中玻璃漏斗可分为长颈玻璃漏斗和短颈玻璃漏斗。有机实验室常用的分液漏斗有玻璃的和塑料的，玻璃分液漏斗规格有 1000mL、500mL、250mL、125mL，学生做实验经常用 125mL 规格的玻璃分液漏斗；由于使用标准磨口仪器，合成时需要使用恒压滴液漏斗滴加液体反应物。

1.1.9.2 基本用途

分液漏斗主要用于液体有机化合物的提取、分离或纯化。有些实验需要边反应边滴加反应液，可将反应液加入滴液漏斗或恒压滴液漏斗中，在反应过程中缓慢滴加到反应器中。长颈玻璃漏斗用于常温下过滤固液混合物；短颈玻璃漏斗用于热过滤，也可用作加液器，将液体加入小口径的容器内。

1.1.9.3 操作规范

(1) 分液漏斗萃取时操作规范

分液漏斗洗涤、干燥、检漏后，倒入混合液，加入溶剂。用右手食指将分液漏斗上端玻璃塞按住，其他手指握住分液漏斗上部；左手的食指和中指夹住分液漏斗的下端玻璃管（活塞以下），将活塞竖直，使拇指、食指和中指控制活塞旋钮，将分液漏斗放倒且右手比

左手低些,使分液漏斗处于倾斜状态,振摇。在振摇的过程中玻璃塞和活塞均要夹紧,上下轻轻振摇分液漏斗,每隔几秒钟将分液漏斗倾斜,下口向上并指向无人无明火处,开启活塞,放出产生的气体,使分液漏斗内外压力平衡。如果使用易挥发的萃取溶剂或洗液如乙醚、苯等,或用碳酸钠溶液中和酸时,振荡后必须随时放气。然后关闭活塞,振荡、放气,重复操作2~3次。把分液漏斗重新放回铁圈上,静置、分层。当液体分成清晰的两层后,打开分液漏斗上口的塞子或旋动塞子使塞子上的凹槽对准分液漏斗颈部的小孔从而与大气相通。慢慢旋动活塞,小心地将下层液体放出置于三角烧瓶或烧杯中,当上下两层液体的界面下降到接近活塞时,关闭活塞,静置,再旋动活塞仔细放出下层液体,然后将上层液体从分液漏斗的上口倒入另一个容器中。

以乙醚从醋酸溶液中萃取醋酸为例,分液萃取时,操作步骤如下所示。

① 选择容积较液体体积大1~2倍以上的分液漏斗,把活塞擦干,在活塞上均匀涂上一层凡士林,使凡士林均匀分布,看上去透明即可。检查分液漏斗的顶塞与活塞处是否渗漏(用水检验),确认不漏水时方可使用。

② 先将一个铁架台放到实验台的中央,用十字夹将铁圈固定在铁架台适当的高度,铁圈用以固定分液漏斗。用量筒量取10mL冰醋酸和水的混合液和30mL无水乙醚,分别先后加在分液漏斗中,盖上玻璃塞。先用右手食指的末节将漏斗上端的玻璃塞顶住,再用大拇指及食指和中指握住漏斗,这样漏斗转动时可用左手的食指和中指蜷握在活塞的柄上,使振摇过程中玻璃塞和活塞均夹紧。上下轻轻振摇分液漏斗,每隔几秒钟将漏斗倒置,小心打开活塞,放出部分气体(朝无人处)使内外气压平衡,重复操作2~3次,使乙醚与醋酸水溶液两种不相溶的液体充分接触,用以提高萃取率。

③ 将分液漏斗放到铁圈上,使分液漏斗颈部紧靠锥形瓶内壁,静置,当溶液分成两层后,小心旋开活塞,放出下层水溶液于锥形瓶中(用碱滴定算出萃取率),把分液漏斗中的乙醚和醋酸混合液从上口倒到小烧杯中。

④ 实验完毕后,拆除装置,将仪器清洗干净,在活塞处垫上纸片。

(2) 分液漏斗洗涤时操作规范

分液漏斗洗涤、干燥、检漏以后,倒入混合物,加入洗涤剂。用右手食指将分液漏斗上端玻璃塞按住,其他手指握住分液漏斗上部;左手的食指和中指夹住分液漏斗的下端玻璃管(活塞以下),活塞的旋钮向上,拇指在内侧,其他手指在外侧,将分液漏斗放倒且右手比左手低些,使分液漏斗处于倾斜状态。在振摇的过程中玻璃塞和活塞均要旋紧,上下轻轻振摇分液漏斗,每隔几秒钟将分液漏斗倾斜,下口向上并指向无人无明火处,开启活塞,放出产生的气体,使分液漏斗内外压力平衡。如果使用易挥发的萃取溶剂或洗液如乙醚、苯等,或用碳酸钠溶液中和酸时,振荡后必须随时放气。然后关闭活塞,振荡、放气,重复操作2~3次。把分液漏斗重新放回铁圈上,静置、分层。当液体分成清晰的两层以后,打开分液漏斗上口的塞子或旋动塞子使塞子上的凹槽对准分液漏斗颈部的小孔从而与大气相通。慢慢旋动活塞,小心地将下层液体放出置于三角烧瓶或烧杯中,当上下两层液体的界面下降到接近活塞时,关闭活塞,静置,再旋动活塞仔细放出下层液体,然后将上层液体从分液漏斗的上口倒入另一个容器中。如果有有机层在上层,可以直接加洗涤液连续进行。

要点:①洗涤、干燥、检漏;②手握姿势振摇方法;③放气方向;④重复次数;⑤上

下层液体收集方法。

(3) 滴液漏斗、恒压滴液漏斗操作规范

漏斗检漏、干燥后，倒入待滴加溶液，塞上塞子，连接在三口烧瓶的中间口颈。若滴加的溶液沸点低易挥发，选用滴液漏斗，将其颈部插入反应液中，防止反应液未反应就被蒸气带出去；若反应液不易挥发，选用恒压滴液漏斗，因漏斗内压力与反应器内的压力平衡，可使反应液以恒定的速度滴加。将其他仪器连接好，开始实验。

(4) 长颈玻璃漏斗操作规范

先将铁圈固定在铁架台上，把漏斗放在铁圈内。取一张圆形滤纸，其半径应略小于漏斗壁长，将滤纸对折形成半圆，再对折一次，此时有四层滤纸叠在一起，将其中一层与其他三层分开形成漏斗形状，通过调整三层滤纸重叠的面积来调整漏斗口径的大小，使其能紧贴玻璃漏斗内壁。在玻璃漏斗下方放一个烧杯，调整铁圈高度，使漏斗下端紧靠烧杯内壁。过滤时，左手持玻璃棒，靠在玻璃漏斗的三层滤纸上，玻璃棒应低于滤纸高度，将盛混合物的容器靠在玻璃棒上，然后倾倒引流。漏斗内混合物的高度应低于滤纸漏斗的高度。

(5) 短颈玻璃漏斗操作规范

作为加液器时，将短颈玻璃漏斗洗净干燥，放在小口容器上，用玻璃棒引流即可。

热过滤时，取一张圆形滤纸，将滤纸对折，形成半圆；再将滤纸对折后展开，在半圆滤纸中间形成一条折痕；将半圆的直边的 $1/2$ 分别与此折痕对折、展开，形成两条新的折痕；此时半圆滤纸被折痕分为 4 等份；将紧挨的折痕两两对折、展开，半圆滤纸被折痕分为 8 等份；将滤纸翻转过来，使背面朝上，再将紧挨的折痕两两对折、展开，半圆滤纸被分为 16 等份；将滤纸展开，其中有两个紧挨的折痕方向在同侧，可将其反向对折一下，既得菊花形滤纸。把干燥烘热的短颈玻璃漏斗放入预热好的热水漏斗内，菊花形滤纸放入短颈漏斗内，用热溶剂润湿菊花形滤纸，然后用玻璃棒引流进行热过滤。过滤时，滤液不能超过滤纸边缘也不得滤干，过滤完毕，可用少量热的溶剂洗一下滤纸，使滤纸上析出的晶体溶解。

1.1.9.4 注意事项

- ① 分液漏斗、滴液漏斗和恒压滴液漏斗在使用前需要检漏。
- ② 混合液体倒入分液漏斗，将分液漏斗置于铁圈上静置。
- ③ 打开分液漏斗活塞，再打开旋塞，使下层液体（水）从分液漏斗下端放出，待油水界面与旋塞上口相切即可关闭旋塞。
- ④ 用分液漏斗分液时要先通大气。
- ⑤ 把上层液体（油）从分液漏斗上口倒出。注意：若用梨形分液漏斗进行萃取操作，振荡时，活塞的小槽应与漏斗口侧面小孔错位封闭塞紧。分液时，下层液体从漏斗颈流出，上层液体要从漏斗口倾出。
- ⑥ 分液漏斗在放气时不能对着人或火源，以免发生危险。
- ⑦ 过滤时玻璃棒下端要低于滤纸。
- ⑧ 过滤时，倒入的溶液不得超过滤纸的上缘。
- ⑨ 菊花形滤纸折好后，可将其翻转过来使用，避免手接触的一面被弄脏，污染滤液。
- ⑩ 在热过滤时，先用热溶液将滤纸润湿，再倒溶液。溶液在过滤过程中不能有滤干现象。