

为解决尾气泄漏问题的新型实验发生装置的设计及其在大学实验教学的应用

汤煜平^{1,2,†}, 周丽诗^{1,2,†}, 王书雅^{1,2}, 张乐颜^{1,2}, 胡宇翔^{1,2}, 逯彩彩^{2,3}, 林慰^{1,*}, 吴梓昊^{1,*}

¹北京师范大学自然科学高等研究院, 广东 珠海 519087

²北京师范大学未来教育学院, 广东 珠海 519087

³北京师范大学珠海校区实验教学平台, 广东 珠海 519087

摘要: 针对传统含尾气吸收实验装置在拆卸过程中普遍存在的残余尾气泄漏问题, 本研究基于压力平衡原理设计了新型实验发生装置, 可在免于拆除装置造成尾气泄漏的前提下取得有效产物, 去除反应生成的有害气体产物, 规避了在拆卸装置时可能发生的残余尾气泄漏风险。在介绍装置的设计思路、使用方法及操作步骤后, 本文以本科生化学合成实验——二苯乙二酮的制备为例, 通过实际实验对比, 新型实验发生装置相比传统实验装置, 在保证实验效果和效率的同时, 其在实验结束拆除装置过程中的二氧化氮泄漏量大幅度减少, 有助于减少尾气对实验操作者的危害, 减少环境污染, 显著提升了实验室实验教学的安全性和环保性, 进一步促进了化学实验教学中环保理念的渗透与实践。

关键词: 气体吸收; 仪器改进; 化学实验

中图分类号: G64; O6

Design of a Novel Reactor to Prevent Gas Leakage and Its Application in University Laboratory Teaching

Yuping Tang^{1,2,†}, Lishi Zhou^{1,2,†}, Shuya Wang^{1,2}, Leyan Zhang^{1,2}, Yuxiang Hu^{1,2}, Caicai Lu^{2,3}, Wei Lin^{1,*}, Zihao Wu^{1,*}

¹ Advanced Institute of Natural Sciences, Beijing Normal University, Zhuhai 519087, Guangdong Province, China.

² College of Education for the Future, Beijing Normal University, Zhuhai 519087, Guangdong Province, China.

³ Platform of Experimental Teaching, Beijing Normal University, Zhuhai 519087, Guangdong Province, China.

Abstract: Residual gas leakage is a common issue during the disassembly of traditional exhaust gas absorption experimental devices. This study designs a novel reactor based on the principle of pressure equilibrium, allowing for the effective production of materials while preventing the leakage of harmful gases. After introducing the design principles and operational procedures of the reactor, we compare the performance of the traditional and new reactors in an undergraduate chemistry laboratory course. The new reactor not only ensures experimental results and efficiency but also significantly reduces residual gas leakage during device disassembly. This advancement minimizes the exposure of laboratory operators to harmful exhaust gases, decreases environmental pollution, and markedly enhances the safety and environmental sustainability of laboratory teaching. It further promotes the integration of

收稿: 2024-08-20; 录用: 2024-09-27; 网络发表: 2024-12-13

†共同第一作者, 对本文工作同等贡献

*通讯作者, Emails: linwei@bnu.edu.cn (林慰); wuzihao@bnu.edu.cn (吴梓昊)

基金资助: 国家自然科学基金(42207423); 北京师范大学青年英才引进项目(310432105)

environmental protection concepts into chemical laboratory education.

Key Words: Gas absorption; Instrument improvements; Chemistry experiments

大学同时承担人才培养和科技进步的使命，2024年全国教育工作会议指出，要深化科教融汇、充分发挥高校科研主力军作用^[1]。就大学化学实验教学而言，科技进步带来的新方法为开拓性和创新性思维的培育提供支持的同时也带来了挑战，教学仪器需要根据方法的革新进行相应的改进。

化学实验教学中有毒气体的逸出给师生安全和周边环境带来了风险，如在二苯乙二酮制备实验中，用浓硝酸氧化安息香的方法会释放大量的二氧化氮(NO_2)；1-溴丁烷的制备实验中，正丁醇与溴化钠、过量的浓硫酸共热制得1-溴丁烷，同时释放出有害气体溴化氢^[2,3]。为防止这些气体逸出，通常需要在反应容器末端安装尾气吸收装置。旧有尾气吸收装置存在设计上的缺陷，在教学实验过程中发现吸收不完全、废气逸出、吸收液容易倒吸等情况，已无法满足新增实验教学内容要求。此外，尾气吸收装置也仅仅能处理逸出的有毒气体，而对实验结束残留在装置内的有毒气体则难以完全清除，在装置拆除时仍无法避免泄漏。即便相关实验安排在通风橱内进行，逸出的有害气体也会污染教学区域周边环境。

鉴于此，本文在总结现有装置的缺陷基础上，设计并制作新型实验发生装置，并且进行了试点教学，成功实现有毒气体排放量显著降低，有效避免了实验过程中和拆除装置时有毒气体逸出造成的健康和环境风险。本文将教学仪器的改进与实验教学相结合，既可丰富实验教学内容，也可拓展学生的创新思维和实践动手能力，优化了实验教学课程体系，也为实验设计提供了新的思路。

1 现有装置存在问题

目前普遍使用的带尾气吸收的加热回流装置是通过反应装置上的回流冷凝管连接一导气软管，软管另一端连接玻璃漏斗，从而将尾气通过导管引入漏斗，与烧杯中液体充分接触，从而实现尾气吸收的目的(图1)。玻璃漏斗略微倾斜，漏斗口一半浸没在水面下，一半露在水面上，以达到既能吸收废气又能防止水流倒吸的效果^[4,5]。此类装置在反应进行过程中对尾气有一定的吸收效果，但是这种传统的尾气吸收装置存在两个缺点：(1) 漏斗有一半露在水面上，尾气在被排入吸收装置时难以避免会有部分泄漏，特别是气体产生量较大时；(2) 该吸收装置在防倒吸这一方面需要的操作要求较高，漏斗可能在重力作用下完全浸入溶液而导致倒吸，故通常需要额外固定方法防止漏斗下沉。

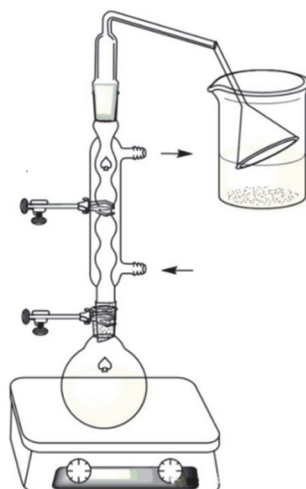


图1 传统带尾气吸收的加热回流装置

为克服传统装置的缺陷，相关工作者设计了一些改进装置。刘成等^[3]设计了一种新型尾气吸收装置(图2a)。该装置的特点是可以防止倒吸现象的产生，溶有废气的液体不断被排出也增大了废气吸收容量；史崇瑛等^[6]也设计了一种可以有效防止倒吸现象的装置(图2b)，对于有毒有害气体进行尾气吸收实验时，3个防倒吸通孔完全或部分露出液面，使空气进入漏斗头内，从而平衡防倒吸漏斗内外大气压，由于防倒吸漏斗头空心圆锥体内的吸收液受自身重力作用自然流回到盛放有吸收液的玻璃器皿内，达到防倒吸目的。

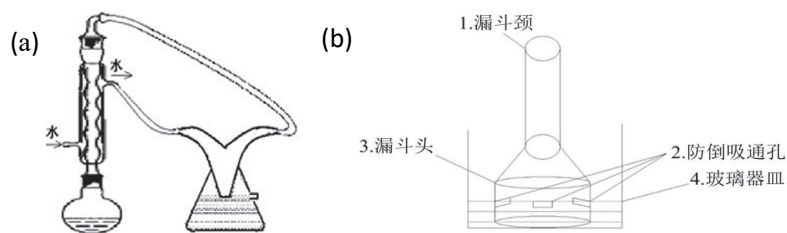


图2 现有尾气吸收改进方案

(a) 利用回流管的尾气吸收装置；(b) 防倒吸装置

上述改进装置可在一定程度上解决传统装置存在的倒吸、吸收效果差、气体泄漏等问题，但是在实际应用及尾气吸收效果方面仍然存在一定的局限性。改良装置存在的共性问题主要是无法充分处理吸收残留在反应发生装置中的尾气，在反应刚开始时，反应持续进行不断产生气体推动尾气进入后面的吸收装置中，但是当反应停止不再产生气体时，尾气失去了推动力，导致大量尾气停留在反应装置内未能被充分吸收。此时拆除实验装置取发生装置内的产物时，尾气就会逸散到空气中对学生的健康产生危害。目前亟需一种能够解决发生装置内残余尾气泄漏问题，实现尾气吸收效率进一步提高的改进装置。

2 装置改进

鉴于现有实验装置在尾气处理效能上的明显缺陷，本研究针对性地设计了一种改良型实验发生装置，具体结构如图3所示。该装置的核心创新点在于其瓶体设计，其中，瓶体上端一侧有一个进水口2，而下部则安装了可调节的活塞3。此设计的核心优势在于，通过操作底部的活塞3，能够在不中断实验流程或拆解装置结构的前提下，直接提取出反应过程中生成的有价值产物液体，此举不仅简化了操作步骤，还提升了实验的整体效率与连续性。



图3 新型实验发生装置主要部件

更为关键的是，当产物液体通过活塞缓缓流出时，瓶内剩余液体自动在流出点上方构建了一层稳定的液封屏障，阻止装置内有害气体通过活塞3逸出；同时，由于气压平衡，液体流出产生的负压确保气流方向为从外向内，阻止了装置内有害气体通过上方冷凝管逸出。此装置可有效地阻止反应过程中及反应结束后可能产生的有害气体向外泄漏，确保了实验环境的安全性与稳定性。

此外,为彻底消除装置拆除时的尾气泄漏污染隐患,本装置还充分利用了顶部进水口2的功能性。在实验结束后,可通过该进水口向瓶内注入专门设计的尾气处理试剂。这些试剂与残留的尾气发生高效化学反应,将其转化为无害或低毒物质,从而实现了尾气的完全吸收与处理,避免了尾气直接排放至大气中可能造成的环境污染问题。

利用该装置进行实验的操作步骤如下:

1) 装置组装、反应(图4):口2上接一装有吸收液(吸收有害气体)的恒压滴液漏斗,口1接球形冷凝管,后接连有安全瓶的尾气吸收装置。

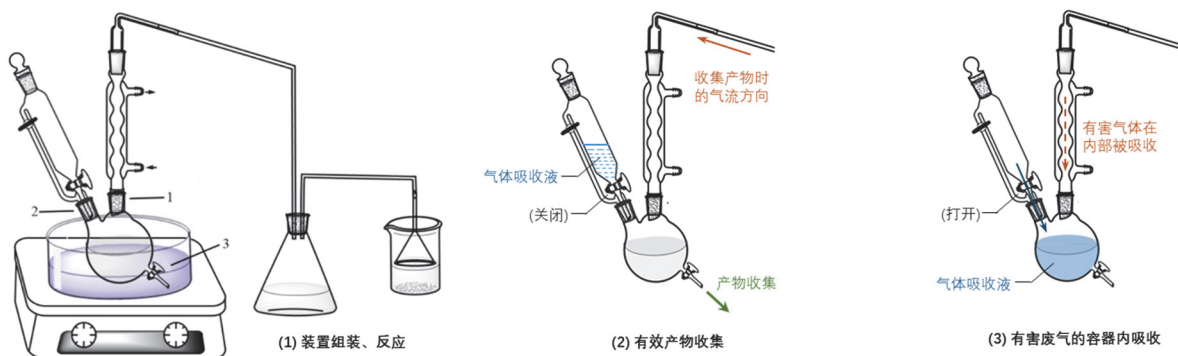


图4 新型实验发生装置操作步骤

2) 有效产物收集:反应过程中恒压滴液漏斗关闭,待反应结束后,打开活塞3,通过口3收集反应产物。收集过程中无需拆除装置,同时因气压平衡,气流方向为外部进入内部,尾气始终留存在装置内部。

3) 有害废气的容器内吸收:打开恒压滴液漏斗2,让吸收液流入装置内与尾气充分反应,待尾气被充分吸收后再拆除实验装置。

该装置可提高学生实验的安全可操作性和环保性,减少对环境的污染和对人体的危害,同时作为教学实验装置与传统装置对比,可以培养学生的环保意识,提高实验教学效果,具有一定的推广应用价值。

3 装置应用效果分析及优化

3.1 二苯乙二酮制备过程 NO_2 吸收效果对比

二苯乙二酮的制备是本科化学合成实验课程的必修实验,实验通过安息香与浓硝酸反应,生成所需产物二苯乙二酮和副产物 NO_2 气体。将该实验发生装置应用于二苯乙二酮制备实验中,检验装置的可行性和有效性。同时,我们也采取了传统的实验装置进行二苯乙二酮的制备实验,并在实验结束后拆除装置时分别吸取发生装置附近的气体。

装置规格如下:瓶体容积100 mL,进水口内径19 mm。

具体步骤及效果如下:

1) 在100 mL改进装置中加入6.0 g安息香和20.0 mL浓硝酸,混合均匀。并在改进装置上接一球型冷凝管,冷凝管上端连接一导气软管,导气软管另一端连接一安全瓶防止氢氧化钠溶液倒吸进发生装置内,后接一个玻璃漏斗置于盛有氢氧化钠溶液的烧杯中(图5)。在另一口接入装有氢氧化钠溶液的恒压滴液漏斗。

2) 接通冷凝水后将其置于沸水浴中加热搅拌10–12 min,待反应完全。

3) 打开装置下端的出液口,将反应液放出至150 mL圆底烧瓶。在装有反应液的150 mL圆底烧瓶中加入冷水,有黄色晶体析出。在冰水浴中冷却,使晶体析出完全后抽滤,用冷水充分洗涤,得到粗产物用乙醇重结晶,得到黄色针状晶体。

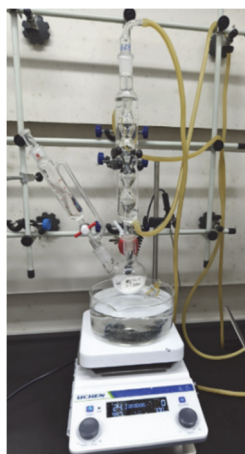
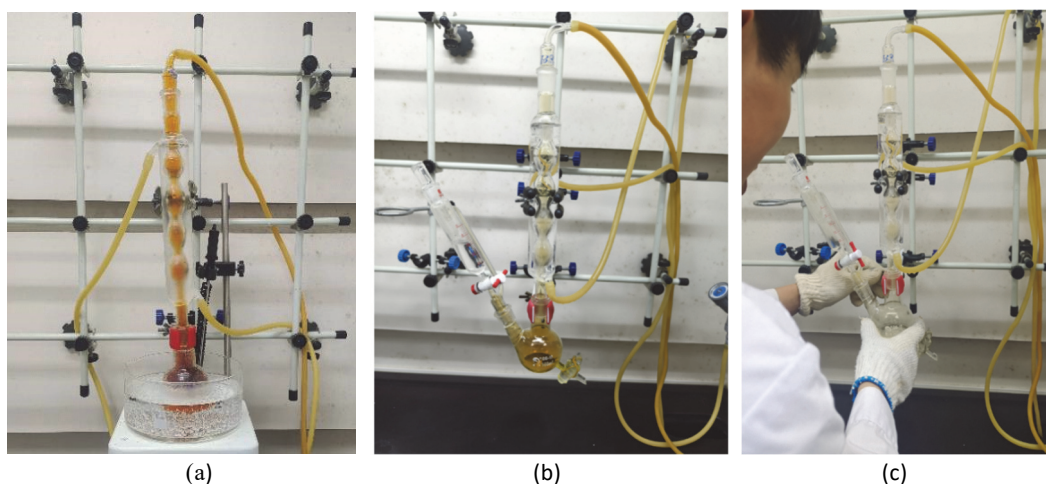


图5 新型实验发生装置用于二苯乙二酮的制备实验

4) 打开上端的滴液漏斗活塞，加入氢氧化钠溶液充分吸收二氧化氮气体。在实验中发现，在反应完成后，传统装置与新型装置的烧瓶中均仍充满红棕色的二氧化氮气体(图6a、6b)，而新型装置在从滴液漏斗加入氢氧化钠溶液后，瓶内红棕色明显变淡，效果如图6c所示。

图6 传统与新型装置对NO₂吸收效果

(a) 传统装置反应结束后装置内充满NO₂；(b) 反应结束、收集产物后NO₂均留于新型装置内；
(c) NO₂在新型装置内部被完全吸收，可安全拆除装置

本实验同时采取了传统的实验装置进行二苯乙二酮的制备实验，在实验结束后拆除装置时分别吸取反应装置附近的气体(图7)，图7a为采用新型装置的实验组，图7b为采用传统装置的对照组。可明显看出，传统的实验装置在实验结束后拆除装置的过程中会有NO₂泄漏，而改进的装置由于在装置内部已完成NO₂的吸收，故拆除装置时几乎不存在NO₂泄漏。

该改进装置在使用过程中，操作简便，尾气被氢氧化钠溶液几乎完全吸收，即使在拆除装置时也基本无逸出，实验更为环保，并且仪器制作也相对较为简单，适合实验室仪器的大规模使用。

3.2 其他实验的装置适配性优化

本研究在实验过程中发现，由于装置制作过程中下端出口3活塞不够紧密，在加热过程中发生热胀冷缩，进而导致轻微漏液。因此，该装置可直接用于常温常压实验，而对于需要加热反应的实验，本文对此装置进行了一定的优化。

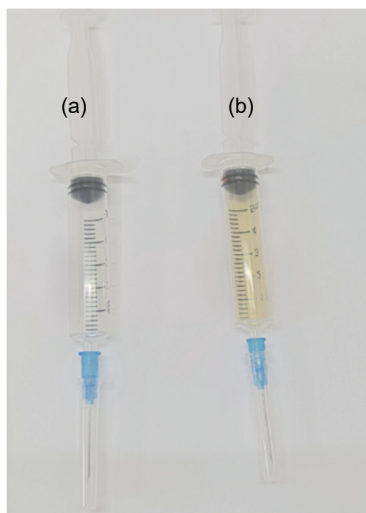


图7 实验结束时，新型装置(a)与传统装置(b)拆除过程中附近气体收集对比

图8所示的三颈烧瓶上，口1仍接球型冷凝管，口2接装有吸收液的恒压滴液漏斗，口3接一带孔塞子，插入一弯曲的带活塞的玻璃管，管子结构为插入内部的一侧细，另一侧稍粗(图8中所示为左细右粗)，在用洗耳球从粗端吸取产物时，插入内部的较细的管子可以使管内液面更容易上升，从而使装置内液体较少时也能方便地取出产物(等体积液体在更细的管径内液面上升更高)。

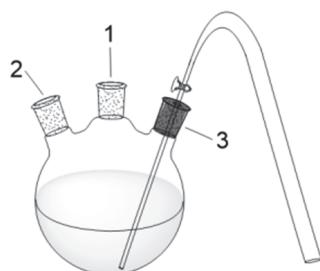


图8 适用于加热实验的优化装置

在反应进行过程中，口3上方活塞关闭，防止气体泄漏。玻璃管位于液面以上，反应结束后，撤去加热装置，将口3中玻璃管插至装置底端并打开活塞，用洗耳球将液体从容器内吸出。

产物收集完毕后关闭玻璃管上活塞，打开滴液漏斗放入吸收液吸收尾气，待尾气充分吸收后再拆除装置。

该装置在使用时烧瓶中产物从玻璃管中吸出并收集，烧瓶中的尾气被滴液漏斗中的吸收液所吸收，基本无逸出，该装置适用于类似二苯乙二酮的制备、1-溴丁烷的制备等在加热条件下产生有害气体的实验，在大学实验课程中可广泛应用。

3.3 学生评价反馈

为了评价新型装置应用于实验教学的实际效果，我们邀请曾经使用传统装置做过二苯乙二酮的制备实验的学生使用新型装置再次开展了一次实验教学，并在实验结束后进行了反馈调查。所有学生均能明显感觉到新型装置使用过程中气体散逸的显著减少，并且学生能够明白新型装置的设计意图，也更加理解绿色化学的意义；同时，部分学生也提出了实验过程中的问题：如果未及时从下端收集产物，产物冷却凝固会导致排液口堵住，难以顺利收集所有产物。

4 结语

本实验通过对传统实验装置的使用缺陷分析及现有改进装置的深入研究,就传统装置及现有改进装置普遍存在的装置残留尾气在装置拆除时的泄漏问题进行了改进。两种装置均适用于常温常压下进行的实验,而优化后的装置还可适用于需要加热进行的实验。但在部分化学实验教学中,产物冷却后流动性会变差,因此使用新型装置排出液体时,可能会存在堵住排液口的情况。针对这一问题,未来我们将进一步研究改进,优化装置设计,解决排液口堵塞问题。总体而言,这两种实验装置结构简单,操作方便,实验表明:改进装置相比传统装置来说能充分地吸收实验装置内残余尾气,最大程度确保实验人员的安全和减轻环境污染,这一新型装置的使用也有助于引导学生思考增加该实验操作的意义,有助于提高学生的环保意识,对本科化学实验具有重要的应用价值与实践意义。

参 考 文 献

- [1] 教育部. 2024年全国教育工作会议召开. [2024-12-13]. http://www.moe.gov.cn/jyb_zzjg/huodong/202401/t20240111_1099814.html
- [2] 秦川丽, 范乃英, 王岩, 王彬, 张国, 郑冰, 屈宜春, 孙治尧, 安光辉. *大学化学*, **2024**, *39* (2), 234.
- [3] 刘成, 王怀通, 常永康, 王怀表, 周雄. *科教导刊*, **2013**, No.19, 173.
- [4] 韩冬梅, 宋树芹, Gewirtz, O., Martin, A., 黄希哲. *基础化学实验*. 广州: 中山大学出版社, 2017.
- [5] 南京大学化学实验教学组. *大学化学实验*. 第3版. 北京: 高等教育出版社, 2018.
- [6] 史崇瑛, 王涵, 陈新茹, 霍佳琦, 陈鹏帆, 户敏. *河南化工*, **2024**, No. 2, 63.