

【实验创新】

溴苯制备装置的创新设计

曹桂祯 龚孟增 饶慧伶

【摘要】溴苯制备实验内涵丰富,极具学科价值和教育意义。但现有文献对该实验的研究不够深入,设计的实验装置存在诸多不足。基于此,根据溴苯制备实验需达成的预期目标,研制溴苯制备的创新装置。该装置优点是:使用“加料瓶”,能很好地满足实验要求;使用“单向阀”,防倒吸、防污染;使用“鼓气球”,可连续鼓入空气,增加气体流动性。

【关键词】溴苯;制备装置;创新设计

溴苯制备实验,从学科知识的角度证明了苯与溴在铁(实为溴化铁)作为催化剂的条件下能发生取代反应,并从实验技能的角度展示冷凝回流、洗气、防倒吸、防污染装置的设计方式及物质检验、分离提纯(过滤—洗涤—分液—干燥—蒸馏)等实验方法。该实验有助于发展学生的宏观辨识与微观探析能力,体现在:从微观角度分析反应过程,理解所观察到的宏观现象;变化观念与平衡思想——使用催化剂加速反应,溴化氢逸出有利于反应向正向进行;证据推理与模型认知能力——检测出溴化氢,证明该反应是取代反应;科学探究与创新意识——运用创新装置,展开物质制备、提纯、检验等科学探究活动;科学态度与社会责任等学科核心素养。基于此,溴苯制备实验成了高考化学试题中的“常客”。

1995年出版的人教版教材(旧人教版教材),在介绍苯与溴反应时给出了如图1所示的实验装置。然而,新人教版教材及鲁科版教材中均未对该实验进行介绍,仅在苏教版教材中有所提及。像溴苯制备这样内涵丰富、极具学科价值和教育价值的有机实验,为什么在现行的3个主流版本教材中鲜有提及呢?

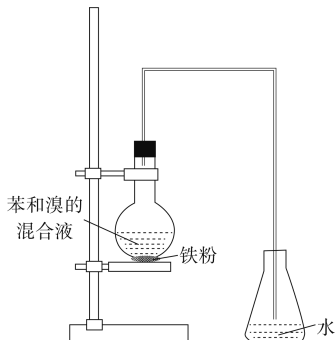


图1 旧人教版教材中的溴苯制备装置

笔者经反复实验及查阅相关文献后发现,该实验最大的问题是污染难以解决,会危害师生健康,因此原实验不适于在课堂中进行演示。

该实验的污染主要发生在两个环节:一是将液溴从瓶中取出,使之与苯混合时;二是反应结束后,取下圆底烧瓶的瓶塞,将反应后的混合溶液倒入盛水的烧杯中时。为此,笔者对现有溴苯制备研究中的优劣进行总结,创新性地制作实验仪器,从中总结出溴苯制备中调控反应进程、防止倒吸、防止污染的关键方法,以期给实验创新改进带来有益的启示。

一、研究现状

苏教版教材中给出的溴苯制备实验装置如图2所示,该装置借助冷凝管让溴蒸气、苯蒸气充分冷凝回流,加入的过量氢氧化钠溶液也能吸收溴蒸气,最后残留在装置内的气态污染物较少,基本上解决了污染问题。但该装置也带来了另外一个问题,那就是制备反应结束后,当加入氢氧化钠溶液时,三颈烧瓶内会产生氢氧化铁沉淀,影响到反应产物的观察,同时也给后续的分离提纯带来了困难。上海二期课

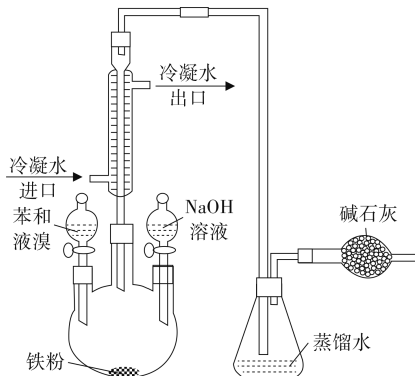


图2 苏教版教材中制取溴苯装置

改教材中也能见到图3所示的溴苯制备装置,该装置无法证明溴蒸气是否已被四氯化碳完全吸收,同时打开胶塞时装置内蒸气会逸出,造成污染等问题。

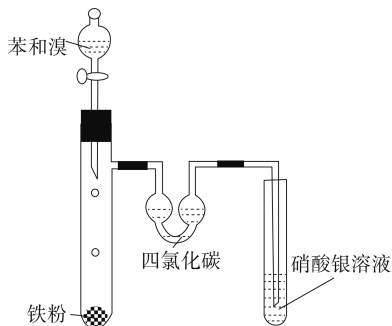


图3 上海二期课改教材中制取溴苯装置

笔者查阅相关文献发现,有关溴苯制备装置改进的文章较少。王晓珍提出图4所示的改进装置^[1],该装置能很好地控制反应进程,巧妙地设计了除去溴蒸气、检验HBr和尾气处理装置,但也存在溴蒸气无法被四氯化碳完全吸收的问题,且该装置对实验操作的要求比较高,如往广口瓶中注水时要求动作迅速,否则容易造成瓶内蒸气逸出。吴根亮设计了如图5所示的装置^[2],该装置用冰毛巾降温减少苯和溴的挥发,用磁铁控制反应的进程,又用湿润的淀粉KI试纸检验溴是否已完全除去,但也存在干燥管上端蘸取NaOH溶液的棉花和壁上的两种试纸容易脱落、干燥管内试剂过多导致难以操作等不足。

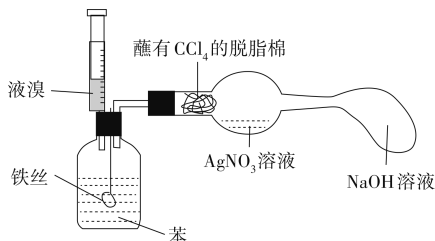


图4 王晓珍设计的制取溴苯装置

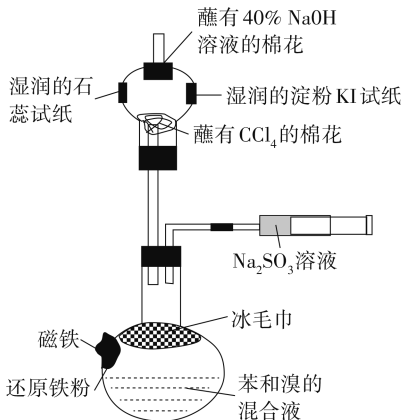


图5 吴根亮设计的制取溴苯装置

二、创新装置

(一) 预期目标

溴苯制备装置的创新设计需要达成3个目标:一是能制得溴苯并将其与反应后的混合物排放到水中,便于后续的分液提纯;二是需除去溴蒸气并确保其已除尽,能检测出溴化氢,以证明该反应是取代反应;三是应使反应后的气态污染物被完全吸收,确保实验过程绿色化。

(二) 装置构成

为达到预期目标,笔者设计了如图6所示的溴苯制备创新装置,该装置由制备装置(A)、水洗装置(B)、洗气装置(C)、检测装置(D)、吸收装置(E)和鼓气球6个部分构成。用到的实验仪器和器材主要有“加料瓶”、广口瓶、玻璃管、烧杯、单向阀、鼓气球、铁质燃烧匙、硅胶塞和全氟管等;用到的实验试剂和用品主要有苯、溴、铁粉、四氯化碳、硝酸银溶液、水、淀粉试纸和石蕊试纸等。

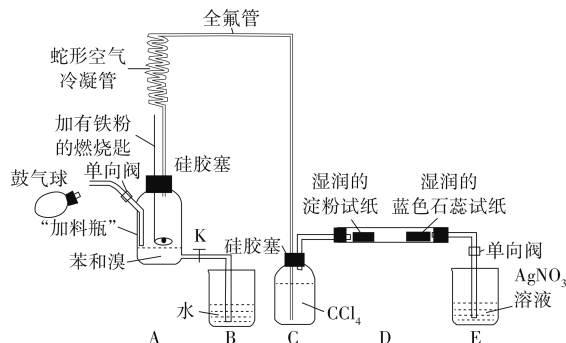


图6 溴苯制备创新装置

(三) 设计思路

(1) 为避免再次打开瓶塞时溴和苯蒸气逸出,同时为防止反应开始后,因来不及塞紧制备装置中“加料瓶”上口的硅胶塞而导致的污染,笔者设计了穿过硅胶塞,且可拉动的铁质燃烧匙(内装有铁粉),即将盛有铁粉的燃烧匙压入苯和溴的混合液中引发反应。

(2) 反应发生后,固体、液体留在反应容器中静置处理。为使苯和溴的蒸气充分冷凝、回流到容器中继续反应,可将蒸气通过蛇形空气冷凝管进行冷凝,还可在蛇形空气冷凝管上覆盖冰湿巾以加速凝结。

(3) 溴蒸气会影响溴化氢的检验,故应通过四氯化碳吸收除去,同时为了证明溴蒸气已除尽,可将除溴后的气体通过湿润的淀粉试纸进行检测。

(4) 用湿润的石蕊试纸检验 H^+ ,用 $AgNO_3$ 溶液检验 Br^- ,从而证明苯与溴的反应为取代反应。

(5) 溴化氢极易溶于水,既要确保其完全吸收,又要防止液体倒吸,因此需设置防倒吸装置,可在通

入 AgNO_3 溶液的玻璃管前连接 1 只单向阀。

(6) 当反应后的混合物流入水中时, 必须要在密封状态下完成, 这就要求在反应容器的底部设计 1 个带活塞的出口, 而容器的上方需设计 1 个进气口, 同时还得有 1 个气态产物的出气口。为解决问题, 笔者从所搜集的资料中找到了 1 种叫“加料瓶”的生物学实验仪器, 该仪器恰好满足这些要求。

(7) 为防止四氯化碳倒吸, 要求空气能自主补充到装置内, 同时又要保证装置内气体不会外逸造成污染。因此, 应在“加料瓶”的左端进气口连接 1 只单向阀, 实现“内气不从此口出, 外气能从此口进”的效果。

(8) 在拆除装置前, 为避免装置内残留气态污染物, 可用鼓气球将该残留气体引出装置外, 实现定向排出。

(9) 为避免苯蒸气和溴蒸气腐蚀橡胶塞、橡胶管, 可用硅胶塞、全氟管代替橡胶塞、橡胶管。

(四) 实验步骤

(1) 连接好如图 6 所示装置, 并检查装置的气密性。

(2) 在图 6 所示的装置 B、C、D、E 中加入相应的试剂, 放入试纸, 重新连接好装置。

(3) 打开装置 A 中“加料瓶”上口的硅胶塞, 用注射器抽取适量苯和溴的混合液, 待注射端靠近“加料瓶”底时, 缓缓推动活塞使苯和溴的混合液流出, 而后塞紧硅胶塞。

(4) 将装有铁粉的铁质燃烧匙插入苯和溴的混合液中。

(5) 观察实验现象。

(6) 调节铁质燃烧匙高度, 使之与苯和溴的混合液接触或分离以调节反应速率。

(7) 待“加料瓶”内反应完成后, 打开活塞 K, 使反应后的混合液流入装置 B 盛水的烧杯中。

(8) 关闭活塞 K, 将鼓气球与装置最左端的导管相连, 挤压鼓气球, 从而向装置内压入空气。

(9) 根据需要拆除装置或进行后续实验。

(五) 注意事项

(1) 实验证明, 乳胶管和硅胶管都很容易被腐蚀, 硅胶管甚至可能在实验过程中断裂, 因此, 应换用更耐腐蚀的全氟管(或氟胶管)。但硅胶塞仍可保留, 因其比较厚实且只有一端与溴接触, 故腐蚀程度较低。

(2) 选用能耐溴腐蚀且密封性好的全氟活塞作为装置中的活塞 K, 也可定制“加料瓶”与活塞连为一体的专用装置。

(3) 宜改用加有铁粉的铁质燃烧匙, 可在燃烧匙的边沿切开 1 个小口, 以便铁粉与苯和溴的混合液

接触。

(4) 苯和溴的体积比宜为 2:1 (苯太多, 则反应速率过慢; 溴太多, 会导致反应速率过快, 造成溴大量挥发并混入产物中)。

(5) 为减少溴挥发引发污染, 实验前应在实验室的通风橱中配置好苯和溴的混合液。配制时, 可使用如图 7 所示装置, 通过推拉注射器活塞, 将液溴在密封状态下抽入苯中。

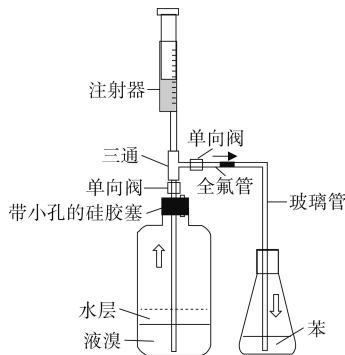


图 7 转移液溴与苯混合

三、结语

化学实验创新, 包括原理创新、装置创新、试剂创新和操作创新等, 在教学中大有可为。溴苯制备创新性装置有几点“新”值得总结: 一是使用“加料瓶”, 因其有上下 2 个支管且上口径较大, 能很好地满足实验要求; 二是使用“单向阀”, 实验装置左端的单向阀可让空气进入保持于装置内, 则保持装置内压强基本恒定, 既防倒吸, 又防装置内气体逸出造成污染, 右端的单向阀可防液体逆流及倒吸; 三是使用“鼓气球”, 它有别于洗耳球, 其作用相当于 1 支打气筒, 可以连续鼓入空气, 使装置内气态污染物向右流动而被吸收; 四是使用“硅胶塞”和“全氟管”, 这是由硅胶和全氟管的化学性质比乳胶材料稳定、不易腐蚀所决定的。教师在教学过程中应积极探索新思路, 让创新精神贯穿于教学始终。

参考文献:

- [1] 王晓珍. 由溴苯制备装置的变迁看绿色化学的发展[J]. 化学教与学, 2014(9): 91-92, 97.
- [2] 吴根亮. 一种新的溴苯制备实验的改进装置[J]. 教学仪器与实验, 2015, 31(10): 45.

【作者简介】曹桂祯、龚孟增、饶慧伶, 福建省厦门集美中学(福建 厦门 361021)。

【原文出处】《实验教学与仪器》(长沙), 2024. 3. 77~79