

高等學校教學用書

# 有機化學實驗

Н. Д. ПРЯНИШНИКОВ 著  
龐 禮 等 譯

商務印書館

高等學校教學用書



# 有機化學實驗

Н. Д. 普力揚尼西尼可夫著  
龐禮等譯

商務印書館

本書係根據蘇聯化學出版社 (Государственное научно-техническое издательство химической литературы) 出版的普力揚尼西尼可夫 (Н. Д. Приишников) 著“有機化學實驗” (Практикум по органической химии) 1952 年版譯出。原書經蘇聯高等教育部審定為高等學校用教科書。

本書為適用於高等學校學生之有機化學實驗指導書，內容分為三部分：第一部分敘述有機化學實驗室的一般操作方法及手續；第二部分按照反應的類型，描敘了九十七個有機化合物的合成；第三部分敘述有機物質的元素分析方法（定性及定量的）。

參加本書翻譯和校對工作的為北京大學化學系田曰靈、李琬、周秀中、陳慧英、師樹簡、龐禮以及一部分同學。

## 有 機 化 學 實 驗

龐 禮 等 譯

---

★ 版權所有 ★

商 務 印 書 館 出 版

上海河南中路二一一號

（上海市書刊出版業營業許可證出字第〇二五號）

新 華 書 店 總 經 售

商 務 印 書 館 印 刷 廠 印 刷

上海天通庵路一九〇號

（54423）

---

1954年1月初版 1955年1月再版  
版面字數 192,000 (5月第4次印) 8,501—10,500

定價 (8) 一元一角

316609/24

## 編 者 的 話

普力揚尼西尼可夫教授(已故)所著的“有機化學實驗”第一版迅速銷行各地後,曾受到讀者的讚許,這也說明其無可置疑的優點。在這本篇幅較小的書裏,包括有很多數量的合成,就實驗的施行來講,這些合成都是最典型,而且是經過系統地挑選和仔細地編寫的。在本實驗指導中所涉及的理論都是在我們的化學與化工高等學校教學計劃所規定的理論課程範圍以內的。

在新版修訂時,我們曾作了一些適當的和必要的補充和修正;同時,在我們的雜誌上所發表過的,對於本書的批評中所提出的願望,也已經被考慮到了。

我們將十分感謝所有使用本書者對本書提出批評,願望和建議。

化學博士, A. E. 烏斯伯斯基教授

1463371

# 目 錄

|      |   |
|------|---|
| 編者的話 | 1 |
|------|---|

## 第一部分 一般操作方法

|                   |    |
|-------------------|----|
| I. 儀器及一般操作手續      | 1  |
| 1. 儀器的裝置          | 1  |
| 2. 加熱             | 2  |
| 3. 冷卻             | 6  |
| 4. 攪拌             | 7  |
| II. 有機化合物的分離及提純   | 9  |
| 5. 結晶             | 9  |
| 6. 提取             | 15 |
| 7. 蒸餾             | 19 |
| 8. 水蒸汽蒸餾          | 23 |
| 9. 減壓蒸餾           | 25 |
| 10. 昇華            | 30 |
| III. 有機化合物物理常數的測定 | 30 |
| 11. 熔點的測定         | 30 |
| 12. 沸點的測定         | 34 |
| 13. 比重的測定         | 34 |
| IV. 實驗的記錄         | 36 |
| V. 事故的防止          | 38 |
| VI. 發生事故時的急救      | 39 |

## 第二部分 有機化合物的合成

|           |    |
|-----------|----|
| I. 鹵代物的製備 | 40 |
| 醇的羥基被鹵素取代 | 40 |
| 1. 溴乙烷    | 40 |

|                    |    |
|--------------------|----|
| 2. 碘乙烷             | 43 |
| 3. 1-溴丁烷           | 44 |
| 氫原子被鹵素取代           | 45 |
| 4. 氯代乙酸            | 46 |
| 5. 溴苯              | 47 |
| 6. $\alpha$ -溴萘    | 49 |
| 7. 苯氯甲烷            | 51 |
| 8. 苯二氯甲烷           | 52 |
| 鹵素在雙鍵上的加成          | 53 |
| 9. 1,2-二溴乙烷(溴化乙烯)  | 53 |
| 羧酸的羥基被鹵素取代(氯化鹽的製備) | 58 |
| 10. 氯化苯甲鹽          | 58 |
| 11. 氯化對-硝基苯甲鹽      | 59 |
| II. 鹵代物的水解         | 61 |
| 12. 乙二醇            | 62 |
| 13. 苯甲醛            | 63 |
| III. 烷基化反應         | 64 |
| 14. 二乙醚            | 65 |
| 15. 異戊醚            | 67 |
| 16. 苯乙醚            | 68 |
| IV. 醚基化反應          | 69 |
| 用酸進行醚基化            | 70 |
| 17. 乙酸乙酯           | 70 |
| 18. 苯甲酸乙酯          | 71 |
| 19. 乙二酸二乙酯         | 72 |
| 用酸酐進行醚基化           | 74 |
| 20. 乙醚苯胺           | 74 |
| 用氯化鹽進行醚基化          | 74 |
| 21. 三苯甲酸甘油酯        | 75 |
| V. 第一醇的氧化          | 76 |
| 醚的製備               | 76 |
| 22. 乙醚             | 77 |

|                           |     |
|---------------------------|-----|
| 23. 異戊醛                   | 80  |
| 羧酸的製備                     | 82  |
| 24. 異丁酸                   | 82  |
| 25. 異戊酸                   | 83  |
| 26. 葡萄糖二酸                 | 84  |
| 27. 對-硝基苯甲酸               | 85  |
| VI. 還原                    | 87  |
| 28. 氫化肉桂酸( $\beta$ -苯基丙酸) | 88  |
| 29. 乙基苯(由苯乙酮製)            | 89  |
| 30. 磷-甲苯酚                 | 89  |
| 31. 呋喃甲醇                  | 90  |
| 32. 環己醇(催化還原)             | 92  |
| VII. 卡尼札羅和梯申科反應           | 94  |
| 33. 苯甲醇和苯甲酸(由苯甲醛製備)       | 94  |
| 34. 呋喃甲醇和呋喃甲酸(糠酸)(由呋喃甲醛製) | 95  |
| 35. 丁酸丁酯(由丁醛製備)           | 96  |
| VIII. 苯醌和對苯二酚的製備          | 97  |
| 36. 苯醌                    | 97  |
| 37. 對-苯二酚(氫醌)             | 98  |
| IX. 硝基化合物的製備              | 99  |
| 脂肪族硝基化合物                  | 100 |
| 38. 硝基甲烷                  | 100 |
| 芳香族硝基化合物                  | 101 |
| 39. 硝基苯                   | 101 |
| 40. 間-二硝基苯                | 102 |
| 41. $\alpha$ -硝基萘         | 104 |
| 42. 硝基苯酚(鄰-及對-)           | 105 |
| 43. 對-硝基乙醯苯胺和對-硝基苯胺       | 106 |
| X. 硝基化合物還原成胺              | 108 |
| 44. 苯胺                    | 109 |
| 45. 間-硝基苯胺                | 110 |
| 46. $\alpha$ -萘胺          | 111 |

|                       |     |
|-----------------------|-----|
| XI. 芳香族胺的重氮化和重氮化合物的反應 | 112 |
| 重氮基被羥基、鹵素或氰基所取代       | 113 |
| 47. 苯酚                | 113 |
| 48. 對-甲苯酚             | 115 |
| 49. 碘苯                | 115 |
| 50. 間-硝基氯苯            | 116 |
| 51. 對-甲苯甲腈            | 118 |
| 偶合反應(染料的製備)           | 119 |
| 52. 甲基橙(向日莢橙)         | 120 |
| 53. $\beta$ -萘酚橙      | 121 |
| 重氮鹽的還原(製備芳香胼)         | 121 |
| 54. 苯胼                | 122 |
| 55. 對-硝基苯胼            | 125 |
| XII. 芳香族化合物的磺酸化       | 126 |
| 56. 甲苯磺酸              | 127 |
| 57. $\beta$ -萘磺酸      | 129 |
| 58. 對-氨基苯磺酸           | 130 |
| XIII. 由磺酸製備酚          | 131 |
| 59. 對-甲苯酚             | 131 |
| 60. $\beta$ -萘酚       | 132 |
| XIV. 脂肪族胺的製備          | 133 |
| 61. 甲胺(由乙鹽胺製備)        | 134 |
| 62. 乙二胺               | 135 |
| 63. 甘氨酸(氨基-乙酸)        | 137 |
| XV. 醯胺的製備             | 138 |
| 64. 乙鹽胺               | 138 |
| 65. 丁鹽胺               | 140 |
| 66. 苯甲鹽胺              | 141 |
| XVI. 由醯胺製備脲           | 142 |
| 67. 乙脲                | 142 |
| XVII. 由羧酸和羧酸鹽的熱解製備酮   | 143 |
| 68. 丙酮                | 144 |

|                                |     |
|--------------------------------|-----|
| 69. 庚酮-4                       | 146 |
| XVIII. 烴的合成                    | 146 |
| 70. 正-辛烷                       | 147 |
| 71. 乙苯                         | 148 |
| 72. 聯苯                         | 149 |
| XIX. 格氏反應                      | 150 |
| 73. 苯甲酸                        | 151 |
| 74. 苯乙酸                        | 153 |
| 75. $\alpha$ -萘甲酸              | 154 |
| 76. 二苯甲醇                       | 155 |
| 77. 二甲基乙基甲醇(2-甲基丁醇-2)          | 156 |
| 78. 三苯甲醇                       | 157 |
| XX. 傅瑞德-克萊富特反應                 | 159 |
| 79. 苯乙酮                        | 159 |
| 80. 二苯酮                        | 161 |
| 81. 二苯甲烷                       | 161 |
| XXI. 酯縮合作用                     | 162 |
| 82. 乙鹽乙酸乙酯                     | 164 |
| 83. $\alpha$ -氧基丁二酸二乙酯         | 165 |
| 84. 苯甲鹽丙酮                      | 167 |
| XXII. 利用丙二酸酯的合成                | 168 |
| 85. 丁酸                         | 169 |
| XXIII. 羰基化合物的縮合反應              | 173 |
| 86. 肉桂酸                        | 174 |
| 87. 酚酞                         | 175 |
| 88. 螢光紅                        | 177 |
| 89. 曙紅                         | 178 |
| 90. 孔雀綠                        | 179 |
| XXIV. 芳香族羥基醛的合成                | 181 |
| 91. 水楊醛                        | 181 |
| 92. $\beta$ -萘基- $\alpha$ -萘甲醛 | 182 |
| XXV. 斯克勒潑合成法                   | 183 |

|                          |     |
|--------------------------|-----|
| 93. 噻琳·····              | 183 |
| XXVI. 破裂氧化·····          | 185 |
| 94. 己二酸·····             | 186 |
| 95. 壬二酸·····             | 187 |
| XXVII. 分子內部重排作用·····     | 189 |
| 93. 聯苯胺·····             | 189 |
| 97. 片吡啶·····             | 190 |
| XXVIII. 根據文獻資料合成化合物····· | 193 |

### 第三部分 有機化合物的分析

|                       |     |
|-----------------------|-----|
| I. 元素的定性分析·····       | 196 |
| 1. 碳和氫的檢定·····        | 196 |
| 2. 氮的檢定·····          | 197 |
| 3. 鹵素的檢定·····         | 198 |
| 4. 硫的檢定·····          | 198 |
| 5. 其他元素的檢定·····       | 199 |
| II. 元素的定量分析·····      | 199 |
| 6. 碳和氫的測定·····        | 200 |
| 7. 氮的測定·····          | 210 |
| 8. 鹵素和硫的測定·····       | 215 |
| 附表·····               | 219 |
| I. 硫酸溶液的比重·····       | 219 |
| II. 硝酸溶液的比重·····      | 220 |
| III. 鹽酸溶液的比重·····     | 220 |
| IV. 氫氧化鈉溶液的比重·····    | 221 |
| V. 一些元素的實用原子量·····    | 221 |
| VI. 在不同溫度時水的蒸汽壓力····· | 222 |
| 索引·····               | 223 |

# 第一部分 一般操作方法

## I. 儀器及一般操作手續

### 1. 儀器的裝置

進行反應所用的儀器應該非常細心的來裝置。在反應混合物加熱到沸騰的溫度下進行操作時，應當用堅固的圓底燒瓶，因其能耐溫度的變化和經常伴隨液體沸騰所發生的湍沸振動。

燒瓶的大小應該是使所盛的液體不超過其容積的  $\frac{2}{3}$ 。塞子應恰與燒瓶的頸口適合，並且保證冷凝器，溫度計或儀器其他部分的連接嚴密和安全。有時橡皮塞可被液體的蒸汽（如乙醚，苯，烴的鹵代物等）溶蝕而脹大，這時就應當用軟木塞。把軟木塞裝到儀器（燒瓶，冷凝管等）上之前，或在鑽孔之前，先在壓塞器內壓緊一下是很必要的。鑽孔時，要用鋒利的鑽孔器，其口徑應略小於所裝管子的口徑。爲便予玻璃管或溫度計插進塞子的孔內，可塗一點甘油或凡士林。用圓銼將塞子的孔稍微修光一下也很有益處。

爲使塞子對於腐蝕性蒸汽或氣體（硝酸蒸汽，氧化氮，溴，氯氣等等）的作用，具有高度抵抗力，需要經過以下的處理。將 3 份動物膠，5 份甘油和 100 份水組成的溶液加熱到  $50^{\circ}$ ，把軟木塞浸在此溶液中放置約 15—20 分鐘；然後取出晾乾，再在由 25 份凡士林和 75 份石臘熔成的混合液內浸過。橡皮塞可用下法處理：把橡皮塞浸在  $100^{\circ}\text{C}$  的熱石臘中，時間不得超過一分鐘。使用氯氣的操作中所用的橡皮管，也可

用上述方法處理。

連接儀器各部分所用的玻璃管應當是彎得很圓滑而無裂縫及破洞。玻璃管的彎製最好是在把火焰調節得扁寬了的燈上操作(即在普通煤氣燈上附加一個稱作“燕尾”的燈罩)。將玻璃管一邊轉動,一邊燒熱直到紅軟,然後移出火焰,彎成所需角度。玻璃管口應該很好的燒圓。當把玻璃管或溫度計插到塞子孔內時,要儘可能用手拿着靠近所要插入的一端,否則玻璃管容易被折斷,使手受傷。

正確而仔細的作好儀器的裝置將在極大的程度上保證實驗的成功。若裝置的不夠嚴密時,不僅可能損失一部分的物質或溶劑,還可能因揮發性液體的蒸氣燃燒起來,造成火災或危險的爆炸。

必須注意儀器內外永遠保持空氣自由流通,以免由於加熱或有氣體發生而使其中壓力增大。在必要情況下,為避免反應物質受空氣中濕氣的作用,儀器內外空氣交流處,應裝一氯化鈣管,使空氣先經過氯化鈣而變得乾燥。因為在潮濕空氣的作用下,氯化鈣常易潮解而堵塞管道,因此在實驗之前,需要檢查空氣是否能自由地通過氯化鈣管。假若在實驗時,發現氯化鈣已開始潮解,應該更換一新的氯化鈣管。

## 2. 加熱

每一化學反應的速度決定於它進行時的條件。反應物質的濃度和溫度是這些條件中最主要的。雙分子反應的速度  $v$  與濃度的關係可用下式表示:

$$v = k \cdot C_A \cdot C_B$$

$C_A$ ——反應物 A 的濃度;

$C_B$ ——反應物 B 的濃度;

$k$ ——速度常數,決定於反應物的性質和溫度。

上式指出在一定溫度下,雙分子反應的速度與反應物濃度之乘積成正比。

在室溫下，有機物間的反應（甚至在高濃度下）一般進行的很慢。爲了增加反應的速度，可以增高溫度，使反應在加熱下進行。大多數的化學反應在溫度增高  $10^{\circ}$  時，速度約增加兩倍。因此在室溫下需要進行十小時的反應，在  $100^{\circ}$  時，2—3 分鐘內即可完成。

加熱時，化學反應速度的增加決定於 (1) 反應物分子碰撞次數的增加（在單位時間內）。(2) 活化分子數目的增加。

根據分子運動學說計算結果，並非所有分子間的相互碰撞均可導致化學反應：伴生化學反應的碰撞在整個碰撞次數中只佔較小的百分比。現在認爲能夠導致化學反應的只是那些具有較大儲藏能（活化能）的分子。這些分子被稱爲活化分子。

活化分子是由普通分子藉助於分子間能量的重新分配而產生的。在同一溫度下，一定容積內氣體或溶液的每一分子的動能並不是均等的，而是按照幾率的規律分配的。如活化分子的動能較其平均能量愈高時，則具有一定儲藏動能的分子數目愈少。

當溫度升高時，不僅增加分子的平均動能，而且增加具有足夠導致化學反應能量的分子數目，即活化分子的數目。由此可知加熱是決定化學反應速度最重要的因素之一。

升高溫度來使反應加快並不是永遠可行的：有時升高溫度可使產品分解，也可使副反應增強。此外，在可逆反應中，平衡常數隨溫度而改變，加熱能夠促使平衡移向非所希望的一方。

反應進行時，不要用直接燈焰加熱反應器，因爲這樣玻璃器皿容易破裂；另外由於局部過熱的結果，可能發生部分物質的分解。需加熱到  $100^{\circ}$  時，可用沸水浴；只需加熱到較低的溫度時，則將容器浸入水浴中（不要使其觸到水浴底上）並小心地加熱保持所需溫度。應該注意的是：由於不可避免的散熱，反應器皿中液體的溫度將比水浴溫度要稍微低一些。

若需加熱到  $100^{\circ}$  以上時，可將反應器皿在石棉網上加熱；爲了保證加熱均勻，可用油浴或石臘浴（但溫度不要高過  $250^{\circ}$ ，因爲溫度再高，油即將強烈地發煙）。若需保持更高的溫度時，宜採用熔點低的合金浴。在操作完畢後，應先將燒瓶由合金中取出，再讓合金冷凝；否則燒瓶可能破裂。

需加熱超過  $100^{\circ}$  時，也可以有效地利用空氣浴和電熱燒瓶，電熱

燒瓶須附有電阻器，以便調節溫度。若使用普通平面電爐時，應隔一塊中央切有圓洞的石棉板，將燒瓶放在圓洞上，以防止未被液體掩蓋的燒瓶壁發生過熱。加熱的強度可變動燒瓶底與電熱板之間的距離來加以調節。

某些反應的進行，需要將反應物加熱到遠超過其沸點的溫度。在這種情形下，加熱須在密閉的器皿中來進行。加熱時，隨容器內蒸汽壓力的增加而液體的沸點亦增高。這種方法稱為“壓力下加熱”。

假若壓力增加不大時，加熱可在能支持幾個大氣壓的厚壁瓶內進行（如裝香檳酒的瓶子）。盛有反應物的瓶子用橡皮塞塞緊，並用繩或金屬絲把橡皮塞牢固地繫在瓶口上。在水浴中進行加熱時，在瓶底應放一支架，以避免瓶與水浴底部直接接觸，而遭受火焰的直接加熱。不要把瓶子立刻放入熱水中，須先將其放在冷水或溫水中，然後加熱到所需溫度。因為由於加熱的不均勻和壓力的增加，瓶子破裂的可能性就不能絕對避免，所以在操作時，務必特別謹慎：加熱必須在通風櫥內進行，眼睛一定要用防護眼鏡加以保護，並戴上手套。反應終了時，瓶子留在水浴中直到完全冷卻，從水浴中取出瓶子，立刻用毛巾包裹起來。若反應物不會與金屬作用時，最好用熟鐵製的燒瓶。

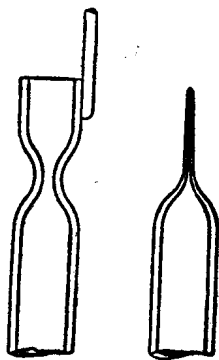
在壓力下加熱相當量的物質時，可以用各種構造的壓熱器。壓熱器的加熱常在油浴中進行，因此。一般都把壓熱器作成具有兩層壁，兩層壁間裝以油。用磁燒杯盛反應物質，放在壓熱器內。凡加熱後生成的蒸汽與壓熱器壁和蓋可以發生反應的物質，都不應在壓熱器內加熱。只有在完全冷卻後才可以把壓熱器打開，首先由活塞放出聚集在其中的氣體，只有當壓熱器內部壓力等於大氣壓後。才可以打開壓熱器蓋。因此必須仔細地注意每一壓熱器上的氣壓計是否可用和準確。

腐蝕金屬的物質，應用封閉的玻璃管來加熱。為此，可用直徑 20—30 毫米，壁厚 2—3 毫米的玻璃管，將一端封閉起來。這種管子可以支持相當高的壓力（至 20—30 大氣壓）。如果反應中產生氣體產物時，則

在取用反應物質的用量時，應估計使所生成的氣體不致於產生危險的壓力。在任何情況下，管子不可裝滿到一半以上。

在裝管之前，先將管子小心地烘乾，把所有的物質——固體（先研成粉末）或是液體——用長頸漏斗裝入。小心地把漏斗取出，注意勿使與管壁接觸，並且不要留下微粒或液滴在管壁上。

裝完後，將管封閉。把玻璃管的開端先在噴燈的還原焰上不斷轉動加熱，等玻璃全部燒熱後，移到強烈的氧化焰上加熱直到玻璃軟化，整個時



間內保持玻管約  $45^\circ$  的傾斜度。當玻璃開始軟化

時，把一端預先加熱過的粗玻璃棒與其銲接，再在銲接處底下一部分開始加熱（圖1）。在火焰中慢慢轉動玻璃管，由這面到那面，加熱直到玻璃軟化，開始陷入時為止。這時管子這部分的內徑縮小，管壁加厚。當管子的加熱部分的外徑縮小到約8毫米時，把它從火焰中取出，拉長成一口徑不太小的厚壁毛細管（直徑約3毫米）。在噴燈的微弱火焰上封閉毛細管，並注意使封閉的一端（約長40毫米）拉的筆直，如果不能一下作成這樣，可用玻璃棒銲接毛細管之一端以拉長毛細管，重新封閉。

只有在幾次實際操作之後才能掌握怎樣正確地封閉玻璃管。在未開始封閉裝有物質的玻璃管之前，應當先用相同直徑的小段玻璃管作練習。玻璃管在長時間加熱時（特別是在封閉曾經使用過的管子時），常常呈現玻璃的結晶現象，即所謂“透明消失”，或“反玻璃化”。為了避免這種現象，封管前可在管端外面塗以食鹽水。

為了使被封閉的玻璃管不致於由於迅速而不均勻地冷卻，在玻璃中產生張力，可以把它先放在燈的燭焰中加熱一段時間，然後放在不受風吹的地方冷卻。

封閉玻管的加熱操作可以在一種特製的爐內進行，這種爐是用煤氣或電來加熱的。不直接把管子放在爐內加熱，而是放在一個作為防

護用的鐵製厚壁悶熱管內。爐子傾斜放着，封閉玻管放在悶熱管內，使毛細管端向上，管端伸出悶熱管少許。應該注意在任何時候不要讓管內液體進到毛細管內。把管子放入爐內後，把爐子前面的爐門關上，這樣可以攔阻玻管萬一爆炸時產生的碎片飛出。

封閉的玻管**只有在完全冷卻後**才可以打開。開始時，先不要從悶熱管中取出玻管，應先把煤氣燈拿到毛細管的末端來加熱，使玻璃軟化。管中氣體衝破毛細管出來時，常有吹滅火焰的力量。當管內氣體壓力等於大氣壓時，再從爐內取出玻管，並將玻管圓端截斷。在接近圓端欲切處，用銼刀刻一條深的短痕，在痕的兩邊放上幾層用水濕潤過的濾紙條。紙條應有 10 毫米寬，刻痕兩邊紙條之間的距離應為 5 毫米。將紙條間的這部分管子用噴燈的小火焰加熱，玻管的圓底即順利的裂開，不致裂成碎片。

在封閉玻管的操作中，必須戴上防護眼鏡以保護眼睛。

### 3. 冷卻

放熱反應進行時，常常產生巨量的熱，可以使反應物質過熱，因而或引起易揮發化合物的損失，或引起物質的分解。在這種情況下，必須設法除去過剩的熱。最簡單的方法就是將盛有反應物的容器不時地浸入冷水中。

如果在揮發性溶劑中進行反應，過熱現象是可以避免的。反應中產生的熱量消耗在溶劑的蒸發上，而溶劑的蒸汽進入迴流冷凝器後，又冷凝而流回反應器中。

有些反應，例如芳香胺的重氮化，必須在室溫以下——接近  $0^{\circ}$  時進行。在這種情況下，就需要用冰或雪來冷卻。應該注意，水和冰的混合物比單純的冰塊或雪有更大的冷卻效能，因為冰水混合物能與器皿壁更好的接觸。若水的存在完全不妨礙反應，可適當地將冰塊直接投入反應物中，這種方法比其他方法更能保證維持低溫。如果需要把反

應物冷卻到零度以下時，則須用冷凍混合劑。下面是用某些鹽類和雪（或冰）作成的冷凍混合劑的例子。

### 冷 卻 劑

| 所 用 的 鹽 類                                        | 100 份雪(或碎冰)中所含鹽類的重量份數 | 混合物的溫度 |
|--------------------------------------------------|-----------------------|--------|
| 1. 氯化鈉                                           | 30                    | -21°   |
| 2. 氯化銨和硝酸鈉                                       | 13)<br>37)            | -30°   |
| 3. 氯化鈣 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 143                   | -55°   |

用固體的二氧化碳和乙醚或丙酮的混合物，可得到更低的溫度（達  $-78^\circ$ ）。在沒有冰的情況下，到  $-15^\circ\text{C}$  左右這樣範圍的低溫，可由氯化銨或硝酸銨溶解於水中而獲得。（25 份鹽溶於 100 份水中）。

將蒸汽冷凝多半用冷凝器（圖 2），這種冷凝器也可作為迴流冷凝器來用。球形內管冷凝器（圖 3）更適於作迴流冷凝器，因它較短而且有較大的冷卻面積。沸點高於  $130^\circ$  的液體蒸汽，不可用水冷凝器冷凝，因為由於溫度驟然降低，冷凝器會破裂。在這種情況下，應當採用空氣冷凝器。空氣冷凝器是一段不甚細窄的厚壁玻璃管，其長度決定於液體的沸點和蒸餾的速度。

### 4. 攪拌

當反應是在均勻的溶液中進行時，普通不需要攪拌，因為由於產生一定程度的對流，可保證液體各部分都均勻受熱。如反應物中之一種，是在反應過程中逐漸加入時，局部的濃度升高，可以



圖 2 冷凝器。

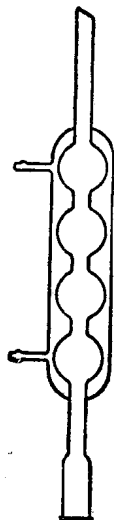


圖 3 球形內管冷凝器。