

厦门大学新世纪教材大系

综合化学实验

● 王尊本 主编

新

世

纪

教

材

大

系



科学出版社

www.sciencep.com

厦门大学新世纪教材大系
国家理科基地教材

综合化学实验

王尊本 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书为基础性实验、综合性实验及附录三大部分,综合了无机化学、分析化学、有机化学和物理化学等化学分支学科中的重要实验方法和技术。其中,基础性实验是必须掌握的基本实验技术和方法;综合性实验是研究无机物或有机物的制备、分离、分析、性能和应用,通过实验培养学生从化学分支学科的结合上解决综合问题的能力。

本书可作为综合性大学和高等师范院校化学及相关专业的高年级本科生和研究生的实验教材。

图书在版编目(CIP)数据

综合化学实验/王尊本主编. —北京:科学出版社,2003.8

(厦门大学新世纪教材大系·国家理科基地教材)

ISBN 7-03-011496-5

I. 综… II. 王… III. 化学实验-高等学校-教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 042539 号

策划编辑:胡华强 杨向萍 / 文案编辑:吴寅泰 吴伶伶
责任校对:钟 洋 / 责任印制:安春生 / 封面设计:陈 敬

科 学 出 版 社 出 版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

新 蕾 印 刷 厂 印 刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2003年8月第 一 版 开本:720×1000 1/16

2003年8月第一次印刷 印张:25 3/4

印数:1—3 500

字数:490 000

定价:38.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换(环伟))

《综合化学实验》

编委会

主 编 王尊本

编 委 (按姓氏笔画排列)

毛少瑜	阮源萍	吴振奕	杨防祖	陈安齐
陈声培	胡荣宗	翁维正	章 慧	韩国彬
董振荣	蒋亚琪	程大典		

序

化学是一门实践性很强的学科。化学实验是培养学生动手能力、实验技能乃至创新意识的重要课程。随着科学技术突飞猛进的发展,化学实验的课程设置和教学内容也在不断更新。对高年级学生而言,培养他们的创新意识和创新能力则更为重要,因此高年级的化学实验更应注重综合性和探索性。

大学的教师们都在从事科学研究工作,有许多科研成果。在这些成果中,凝聚了教师们的心血和经验。如果能将这些成果适当地转化为学生实验的内容,就可以把科研优势转化为教学优势,使学生从实验中领悟科学探索和研究的方法、创新意识和创新能力得到更好的启迪和培养。

基于这种认识,厦门大学化学化工学院化学系在深化教育改革过程中新开设了《综合化学实验》这门专业必修实验课程。该课程是本科学生在完成各门基础化学实验之后向毕业论文阶段过渡的一个重要教学环节。编写过程中,许多参加编写工作的教师将多年科研成果的适合部分编写成相应的实验内容。初稿完成后,从1999年秋开始供化学系96级本科生使用,受到学生的欢迎,普遍反映良好。接着经过补充、修改,又在2000年和2001年供97级和98级学生使用,教材更趋完善。最近,教师们对教材又做了进一步的补充、修改,编成《综合化学实验》教材。

该教材的内容综合了无机化学、分析化学、有机化学和物理化学等化学分支学科中的重要实验方法和技术,在化学一级学科的层面上安排教学过程。在综合性实验部分,每一个实验基本上都包含了两个或更多个二级学科的内容,使学生能从各分支学科的结合上培养解决综合性问题的能力,从而使他们的科学思维能力和创新意识得到进一步的提高。

该教材是厦门大学化学化工学院一批长期为化学实验教学默默奉献的教师共同完成的一项成果。尽管还存在不足之处,但却是一个良好的开端,愿化学实验课与化学理论课一样不断发展、不断完善。

厦门大学化学化工学院

万惠霖

2003.3

前 言

在深化教育改革的过程中,如何培养学生的创新精神、创新意识和创新能力,已成为人们越来越关注的问题。为此,我们从1998年冬开始筹备开设《综合化学实验》这门专业必修实验课程。该课程是本科学生在完成各门基础化学实验之后向毕业论文阶段过渡的一个重要教学环节。厦门大学化学系许多教师积极参加本实验教材的编写工作,将多年教学经验和科研成果的适合部分编写成实验内容。初稿完成后,从1999年秋开始供我系96级本科生使用;后经修改,又在2000年和2001年供我系97级和98级学生使用。最近,教师们又对书稿做了较多的补充和修改,编成了这本《综合化学实验》。

本书分三大部分,其中包括40个基础性实验,14个综合性实验和6个附录。基础性实验是在低年级实验中未做过而又是化学类本科生必须掌握的基本实验技术和方法;综合性实验则综合了无机化学、分析化学、有机化学和物理化学等化学分支学科中重要的实验方法和技术,在化学一级学科的层面上研究无机物或有机物的制备、分离、分析、性能和应用等。在综合性实验中,每一个实验基本上都包含了两个或更多个二级学科的内容,使学生能从化学的分支学科的结合上培养解决综合问题的能力,从而使他们的科学思维能力和创新意识得到进一步的培养。每个实验后面都有思考题和参考文献,供读者思考和参考。

本书可作为综合性大学和高等师范院校化学类的高年级本科生和研究生的实验教材。

本书由王尊本主编,并负责全书的统稿。参加本书编写的共有30多位教师,各实验的具体负责编写者均注于该实验内容之后。

受编者水平和时间所限,本书不妥和错误之处在所难免,望读者不吝指正。

编 者

于厦门大学化学化工学院

2003.3

目 录

序

前言

第一部分 基础性实验

实验一	四甲基乙二胺碱式氯化铜配合物的制备及其在酚催化偶联反应中的应用.....	(3)
实验二	香草醛的合成.....	(5)
实验三	正丁基锂的制备和浓度测定.....	(7)
实验四	转移催化苯乙烯的二氯环丙烷化反应.....	(9)
实验五	镍(Ⅱ)与乙二胺形成的多种配合物组成比和不稳定常数的测定	(12)
实验六	相继电化学反应过程的阶跃电流时间电位法研究——汞膜电极上溶解氧的阴极还原过程	(14)
实验七	阶跃电流时间电位法研究自催化电极过程——酸性溶液中碘酸根的化学反应动力学	(18)
实验八	自催化电极过程的阶跃电位时间电流法研究——酸性溶液中 KI 和 KIO_3 的化学反应级数	(21)
实验九	反应物吸附的阶跃电位时间库仑法研究——酸性溶液中 I_3^-/I^- 在 Pt 电极上的氧化还原过程.....	(25)
实验十	尼泊金酯的杂多酸催化合成及动力学研究	(28)
实验十一	化学镀 Ni-P 合金的热力学与动力学研究.....	(32)
实验十二	草酸钙分解的动力学和热力学	(37)
实验十三	表面活性剂溶液的流变性质	(41)
实验十四	用动态光散射法研究表面活性剂溶液的胶束化行为	(44)
实验十五	沸石分子筛的水热合成及其比表面积、微孔体积和孔径分布测定	(48)
实验十六	色谱保留值的测定	(56)
实验十七	气相色谱定量方法	(64)
实验十八	共沉淀-萃取分光光度法测定水中微量钼元素含量.....	(73)
实验十九	外消旋苯基琥珀酸的拆分及光学纯度测定	(76)

实验二十	涂敷柱离子色谱间接光度法测定可乐饮料中的磷酸盐含量	(80)
实验二十一	燃烧氧化偶联离子色谱法检测甲醇中的有机氯	(83)
实验二十二	细菌修饰的碳糊电极上超细微粒金膜的制备及 Cu(II) 的检测	(88)
实验二十三	$K_4Fe(CN)_6/K_3Fe(CN)_6$ 体系旋转圆盘电极动力学参数和电分析参数的测定	(92)
实验二十四	二(亚氨基二乙酸根)合钴(III)酸钾几何异构体的合成、表征与异构化研究	(98)
实验二十五	配位聚合物的合成与表征	(105)
实验二十六	手性拆分试剂顺式-亚硝酸二硝基双(乙二胺)合钴(III)的合成与拆分	(114)
实验二十七	无机杂环化合物——氯代环聚磷氮烯及其衍生物的合成与表征	(124)
实验二十八	配合物惰性气氛合成	(128)
实验二十九	氧载体模拟物的合成及载氧作用	(131)
实验三十	几何异构体配合物的合成、结构式确定及异构化速度常数的测定	(139)
实验三十一	无水氯化铬的制备	(142)
实验三十二	$[Cr(NH_3)_6](NO_3)_3$ 的合成	(147)
实验三十三	$[Co(en)_3]^{3+}$ 单一光学对映体的催化拆解制备	(151)
实验三十四	离体叶绿体光解水放氧测定	(154)
实验三十五	酪氨酸酶的提取及其酶促反应动力学研究	(161)
实验三十六	大环配合物的配位化学与合成	(167)
实验三十七	以席夫碱为配体的一些镍(II)配合物	(173)
实验三十八	五配位化合物: $[VO(acac)_2]$ 和 $[Cr(NH_3)_6][CuCl_5]$ 的制备与表征	(177)
实验三十九	含金属配合物的液晶[反-二(4-烷基-4'-氰基-1,1'-联苯)氯化亚铂]及其相关物种的合成	(180)
实验四十	纳米量级层状材料 $M_2S_2P_6$ 的低温固相合成及其表征	(191)

第二部分 综合性实验

实验四十一	金属酞菁的合成、表征和性能测定	(199)
实验四十二	海水综合分析	(220)
实验四十三	表面活性剂综合实验	(237)

实验四十四	不锈钢腐蚀行为及影响因素的综合评价·····	(244)
实验四十五	镍电沉积及镀层的结构与性能的测试·····	(256)
实验四十六	1-氯-3-溴-5-碘苯的合成及有关化合物的分析鉴定 ·····	(265)
实验四十七	植物叶绿体色素的提取、分离、表征及含量测定·····	(272)
实验四十八	KDP(磷酸二氢钾)晶体的合成和表征 ·····	(290)
实验四十九	载体电催化剂的制备、表征与反应性能 ·····	(307)
实验五十	轴向配位对四方金属配合物电子结构的影响·····	(324)
实验五十一	甲烷部分氧化制合成气 Ni/SiO ₂ 催化剂的制备、表征和 性能评价·····	(345)
实验五十二	<i>cis</i> -(<i>N</i>)-[Co ^{III} N ₂ O ₄] ⁻ 型配合物的合成、拆分及结构性 能测定·····	(357)
实验五十三	二聚物的制备、表征及解聚动力学的最小二乘拟合 ·····	(371)
实验五十四	GC-ECD 法测定蔬菜中拟除虫菊酯类农药残留量·····	(377)

第三部分 附 录

附录一	SORPTOMATIC-1900 吸附仪使用指南 ·····	(383)
附录二	惰性气氛技术·····	(386)
附录三	HITACHI F-4500 荧光分光光度计简介 ·····	(389)
附录四	Nicolet Avatar IR-360 傅里叶变换红外吸收光谱仪简介 ·····	(394)
附录五	Tanabe-Sugano 能级相关图(实验五十) ·····	(397)
附录六	Agilent 4890 D 气相色谱仪的操作步骤 ·····	(399)

第一部分

基础性实验

实验一 四甲基乙二胺碱式氯化铜配合物的制备 及其在酚催化偶联反应中的应用

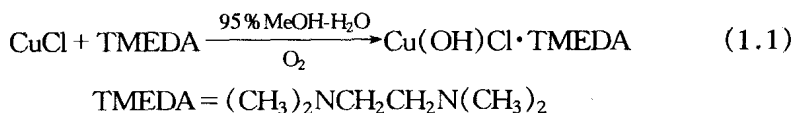
(一) 实验目的

- 1) 通过 N,N,N',N' -四甲基乙二胺碱式氯化铜 $[\text{Cu}(\text{OH})\text{Cl} \cdot \text{TMEDA}]$ 的合成及其对 β -萘酚的催化偶联反应, 认识联二萘化合物的结构特点。
- 2) 掌握联二萘化合物的制备方法。

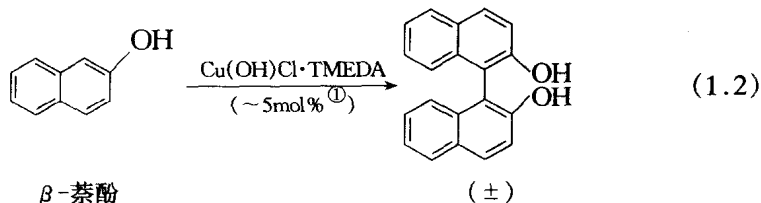
(二) 实验原理

2,2'-二取代的 1,1'-联二萘是一类具有手性轴的光学活性有机化合物, 这类化合物近年来在手性识别和不对称有机合成反应中得到了广泛的应用^[1]。光学活性的 1,1'-联萘-2,2'-二酚是许多这类手性联二萘化合物合成的起始原料, 它一般由外消旋的 1,1'-联萘-2,2'-二酚拆分得到, 而在众多的外消旋 1,1'-联萘-2,2'-二酚的合成方法中, 最经济、最有效的方法是以 β -萘酚为原料的催化氧化偶联方法^[2]。

氯化亚铜在含水的甲醇中、在氧气氛下与 N,N,N',N' -四甲基乙二胺 (TMEDA) 反应形成四甲基乙二胺的碱式氯化铜配合物 $[\text{Cu}(\text{OH})\text{Cl} \cdot \text{TMEDA}]$ ^[2] [式(1.1)]。该配合物是酚类化合物氧化偶联的新型高效催化剂, 且对空气、水稳定, 可以较长时间保存。



在催化量 $\text{Cu}(\text{OH})\text{Cl} \cdot \text{TMEDA}$ 的存在下, β -萘酚发生自由基氧化偶联反应, 生成外消旋的 1,1'-联萘-2,2'-二酚 [式(1.2)]。



① 非法定单位, 相当于摩尔分数。

(三) 实验仪器与试剂

1. 仪器

常量玻璃合成制备仪 1 套, 磁力搅拌器 1 台, 氧气袋 1 个, 旋转蒸发仪 1 台, 电热套 1 个, 真空干燥器 1 个。

2. 试剂

氯化亚铜(AR), 甲醇(AR), N, N, N', N' -四甲基乙二胺(AR), 丙酮(CP), 二氯甲烷(AR), β -萘酚(AR), 甲苯(AR), 无水硫酸钠(CP), 乙酸乙酯(CP), 乙二胺四乙酸钠(AR), 氯化钠(CP), 活性炭。

(四) 实验步骤

1. 四甲基乙二胺碱式氯化铜的制备^[2]

于 50mL 圆底烧瓶中加入 1.98g (0.02mol) 氯化亚铜、4.9mL (3.8g, 0.032mol) 四甲基乙二胺和 30mL 95% 甲醇, 反应瓶上连接一个二通导气管, 其另一端与一个充满氧气的氧气袋相连接。接通氧气后, 反应混合物在室温下用磁力搅拌器搅拌 1h。所形成的紫色固体经抽滤, 用丙酮洗涤, 然后在真空干燥器中于室温下干燥得紫色的 $\text{Cu}(\text{OH})\text{Cl} \cdot \text{TMEDA}$ 粉末, 产量约 3.8g (98%), 分解温度 137~138℃。所得产物保存于干燥器中备用。

2. $\text{Cu}(\text{OH})\text{Cl} \cdot \text{TMEDA}$ 催化 β -萘酚的氧化偶联

在 250mL 圆底烧瓶中, 加入 100mL 二氯甲烷和 4.32g (0.03mol) β -萘酚, 磁力搅拌溶解后, 加入 350mg (~5mol%) $\text{Cu}(\text{OH})\text{Cl} \cdot \text{TMEDA}$ 粉末为催化剂。反应混合物在室温下敞开搅拌反应约 8h, 至硅胶薄层层析[石油醚-乙醚(3:1)的混合溶剂为展开剂]显示反应已完全^①。然后尽量蒸出二氯甲烷, 再加入 100mL 乙酸乙酯, 搅拌使其溶解, 转入分液漏斗中用 5% EDTA 水溶液洗涤除去铜离子, 至水相呈淡蓝色或无色。有机相用饱和氯化钠溶液(20mL)洗涤, 无水硫酸钠干燥。过滤后, 滤液在旋转薄膜蒸发仪上浓缩至干。所得淡黄色固体粗产物用甲苯重结晶, 活性炭脱色后、趁热过滤, 结晶后得细针状 1,1'-联萘-2,2'-二酚晶体, 产量 3.6~3.8g (85%~90%)。测定产物的熔点(210~212℃)、IR 和 $^1\text{H-NMR}$ 谱, 指出各主要谱峰的归属。

(五) 思考题

1) 画出(R)-和(S)-1,1'-联萘-2,2'-二酚的立体结构式, 并说明具有手性轴有机化合物的命名方法。

① 若反应未完成, 可再加入~350mg 的 $\text{Cu}(\text{OH})\text{Cl} \cdot \text{TMEDA}$ 催化剂, 继续搅拌至反应完全。

2) 写出 β -萘酚发生自由基氧化偶联生成 1,1'-联萘-2,2'-二酚的反应机制, 并说明该反应还可能形成什么副产物。

参 考 文 献

- 1 Pu L. 1,1'-Binaphthyl dimers, oligomers, and polymers: Molecular recognition, asymmetric catalysis, and new materials. Chem. Rev., 1998, 98: 2405~2494
- 2 Noji M, Nakajima M, Koga K. A new catalytic system for aerobic oxidative coupling of 2-naphthol derivatives by the use of CuCl-amine complex: A practical synthesis of binaphthol derivatives. Tetrahedron lett., 1994, 35: 7893~7894

(陈安齐)

实验二 香草醛的合成

(一) 实验目的

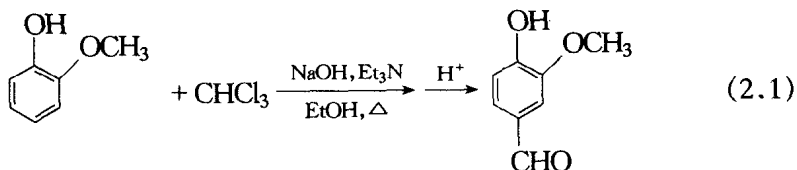
1) 通过相转移条件下的 Reimer-Tiemann 反应以愈创木酚为原料合成香草醛, 了解相转移反应的应用。

2) 掌握香草醛的制备方法。

(二) 实验原理

香草醛, 又名香兰素 (vanillin), 学名 3-甲氧基-4-羟基苯甲醛, 是一种重要的香料, 具有香荚兰豆的香气, 广泛地用于各种调香用途。香草醛的制备有多种方法^[1], 本实验用相转移条件下的 Reimer-Tiemann 反应以愈创木酚为原料合成香草醛^[2,3]。

Reimer-Tiemann 反应是氯仿在碱性条件下对富电子的芳香或芳杂环化合物的甲酰化反应。该反应通过氯仿在碱性条件发生消除作用, 形成二氯碳烯, 然后对富电子的芳环发生取代 (一般发生于酚羟基的邻位、对位) 和水解反应, 形成甲酰化产物。本实验利用邻甲氧基苯酚 (愈创木酚) 在三乙胺存在下的 Reimer-Tiemann 反应合成香草醛 [式 (2.1)], 反应中形成的异香草醛副产物通过水蒸气蒸馏除去。



(三) 实验仪器与试剂

1. 仪器

常量玻璃合成制备仪 1 套,电动搅拌器 1 台,气相色谱仪 1 台,电热套 1 个。

2. 试剂

邻甲氧基苯酚(AR),乙醇(AR),三乙胺(AR),氢氧化钠(AR),氯仿(AR),盐酸(CP),乙醚(CP),无水硫酸钠(CP)。

(四) 实验步骤

在装有电动搅拌器、回流冷凝管和滴液漏斗的 100mL 三口瓶中,加入邻甲氧基苯酚 3.1g(0.025mol)、乙醇^① 12mL 和氢氧化钠 4g(0.1mol),并加入 0.2mL(~邻甲氧基苯酚质量的 0.5%)三乙胺作相转移催化剂。开动搅拌器,缓缓加热至回流。于 80℃^② 左右滴加 2.5mL(0.031mol)氯仿,在 20min 内滴完。然后于微沸下继续搅拌 1h。

向反应混合物小心滴加 1mol/L 盐酸水溶液至中性。抽滤除去 NaCl 固体,用约 10mL 乙醇分两次洗涤滤渣。收集滤液,经水蒸气蒸馏蒸出三乙胺、氯仿和 2-羟基-3-甲氧基苯甲醛(异香草醛),至无油珠出现为止。剩余的反应液用每次 10mL 乙醚萃取两次,合并萃取液,用无水硫酸钠干燥。滤去干燥剂后,水浴蒸除乙醚,得香草醛白色固体产物,产量约 2.8g(76%),GC 含量约 78%。粗产物进一步从乙醇中重结晶,测定熔点(81~83℃)、IR 和 ¹H-NMR 谱,指出各主要谱峰的归属。

(五) 思考题

- 1) 试写出本实验反应的机制。
- 2) 若用对甲氧基苯酚代替邻甲氧基苯酚进行反应,将得到什么产物?
- 3) 为什么异香草醛可用水蒸气蒸馏蒸出而香草醛则不能?

参 考 文 献

- 1 何坚、孙宝国. 香料化学与工艺学. 北京:化学工业出版社,1995. 172~175
- 2 胡声闻,梁本熹,钱锋等. 香草醛合成方法的改进. 化学试剂,1993,15:184,138
- 3 李中柱,邹瑛. Reimer-Tiemann 反应合成香草醛. 化学世界,1991,32:18~19

(陈安齐、张洪奎)

① 用乙醇为反应溶剂主要是为了控制反应温度,同时达到相转移催化的目的。
② 反应温度不宜太高,以免发生分解、缩合等副反应。

实验三 正丁基锂的制备和浓度测定

(一) 实验目的

通过正丁基锂的制备和浓度测定,掌握这类反应的原理、实验技能和操作。

(二) 实验原理

有机锂化合物是有机合成中重要的基本试剂,在有机合成化学中有着许多用途。有机锂化合物的制备和反应需要用到无水、无氧、低温等实验条件,是现代有机合成化学的重要基本技能之一。

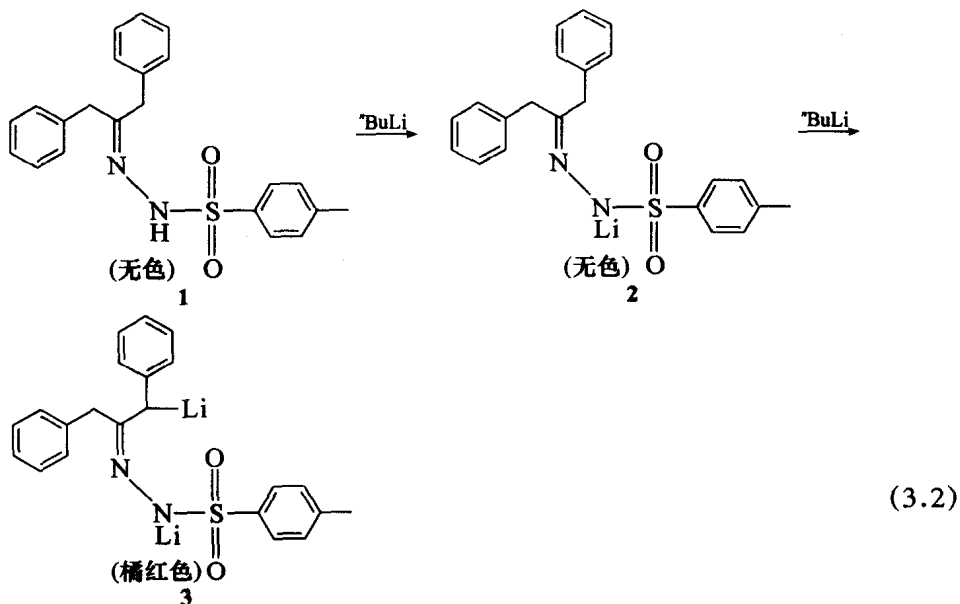
卤素和金属锂的交换反应是制备有机锂化合物最常用的方法[式(3.1)]



式(3.1)中卤代烃 RX 与金属锂的反应活性为 $\text{RI} > \text{RBr} > \text{RCl}$,但由于碘代烷反应活性过高,容易发生 Wurts 偶合反应,且价格较贵,因此一般使用溴代烷或氯代烷。本实验通过正溴丁烷与金属锂的反应制备正丁基锂^[1,3]。

由于反应中所形成的丁基锂具有很高的反应性,因此,在制备过程中所有的仪器和溶剂、试剂均需绝对干燥,反应需在惰性气体如氮气或氩气保护下进行。

在有机锂化合物的使用中,常需较准确地知道其浓度。但在有机锂化合物的制备过程中,由于副反应、溶剂的挥发和放置过程中分解、水解等因素的影响,所制得的有机锂化合物的浓度与预测的浓度常有较大的差异。因此,必须用可靠的方法确定待使用的有机锂化合物的浓度。



有机锂化合物的浓度测定一般采用滴定的方法^[2,3]。用适当的指示剂和滴定物质,可以迅速地测得其浓度。本实验采用 1,3-二苯基-2-丙酮-对甲苯磺酰脲(**1**)为滴定物质并兼作指示剂,对上述制备的正丁基锂进行滴定。这一滴定反应的原理如式(3.2)。

当正丁基锂的加入量少于或等于磺酰脲 **1** 的量时,**1** 中最活泼的氮上的氢先被夺取,形成 N-Li 化合物 **2**。当加入的正丁基锂过量时,化合物 **2** 进一步发生苄位上的夺氢,形成具有鲜艳橘红色的双锂化合物 **3**,从而指示出反应的等当点。

(三) 实验仪器与试剂

1. 仪器

常量玻璃合成制备仪 1 套,砂板漏斗一个,氮气钢瓶,氩气钢瓶,磁力搅拌器 1 台,低温温度计(0~ -78℃)1 支,1.0mL 具精确刻度和 2.0mL 带针注射器各 1 支,玻璃毛,医用翻口塞,气球。

2. 试剂

正溴丁烷(AR),乙醚(AR,绝对无水),1,3-二苯基-2-丙酮-对甲苯磺酰脲(AR),四氢呋喃(AR,绝对无水),干冰,丙酮(CP)。

(四) 实验步骤

1. 正丁基锂的制备^[1]

于 50mL 三颈瓶上装上一支低温温度计、充氮气球和恒压滴液漏斗,漏斗内装 5.37mL(6.85 g, 0.05mol)正溴丁烷和 5mL 绝对乙醚的混合溶液。反应体系用氮气彻底冲洗后,迅速加入 25mL 绝对乙醚和 0.87g(0.125mol)剪碎的金属锂丝,烧瓶外用 -10℃ 的冷浴(冰-丙酮浴或干冰-丙酮浴)冷却。开动磁力搅拌器,逐渐滴入正溴丁烷/乙醚溶液,开始加入正溴丁烷不可太多,否则会由于其积累过多而使反应失去控制。约加入 1mL 后应观察反应是否发生(溶液变浑浊且锂丝变亮,即表明反应已开始),再继续逐渐滴加剩余的正溴丁烷。在 ~20min 内滴加完毕,然后升温至 0~10℃,继续搅拌 1.5h。在氮气氛下,通过充填有玻璃毛的玻璃管或砂板漏斗滤入用氮气冲洗过的容器中密封备用。正丁基锂的产率为 80%~90%,浓度为 1.5~1.6mol/L,准确的浓度可用下述滴定方法确定。

2. 正丁基锂的浓度测定^[2]

在一个装有磁搅拌子的 5mL 干燥圆底烧瓶中,加入准确称量的 1,3-二苯基-2-丙酮-对甲苯磺酰脲(~113mg, 0.5mmol),塞上医用翻口塞,其中插入一个充有氩气的气球和一支穿刺针,将烧瓶内的空气置换出来,然后用注射