

上海第一医学院 編
华东化工学院

杀虫藥敌百虫一步合成法
及年產20吨的土法工厂定型設計

科技卫生出版社

內 容 提 要

杀虫藥敌百虫藥效强大迅速，对人畜的毒性低，故为目前广泛采用的农藥之一。这种杀虫藥的生产，过去是按照兩步法合成的，不但設備复杂，成本較大，生产技術的要求也較高。本書介紹的是把兩步法改进而成的一步直接合成法，設備簡單，操作技術也易于掌握，适合于地方工业遍地开花的方針，故已普遍采用。本書內容主要分为敌百虫的制造方法、敌百虫工厂的定型設計及分析方法三个部分，着重于因地制宜的生产实际方法，簡明扼要，适合于計劃設厂及一般工农干部閱讀参考之用。

杀 虫 藥 敌 百 虫 一 步 合 成 法 及 年 产 20 吨 的 土 法 工 厂 定 型 設 計

編 者 上海第一医学院
华东化工学院

*

科技卫生出版社出版

(上海南京西路 2004 号)

上海市書刊出版業營業許可証出 093 号

上海市印刷三厂印刷 新华書店上海发行所总經售

*

开本 787×1092 耗 1/32 • 印張 1 1/8 插頁 1. • 字數 25,000

1958年11月第1版

1958年11月第1次印刷 • 印數 1—5,000

統一書号: 15 • 1037

定 价: (7) 0.12 元

目 录

一、前 言	(1)
-------	-------

二、敌百虫一步合成法

1. 基本原理	(2)
2. 原料规格及用量	(3)
3. 制造方法	(3)
4. 原料质量的检查与精制	(6)
5. 敌百虫的性状	(8)

三、年产20吨粗敌百虫工厂的定型设计

1. 原料衡算	(9)
2. 设备的选择	(11)
3. 施工说明	(18)
4. 操作规程	(24)
5. 保安及注意事项	(26)
6. 成本估算	(27)

四、分析方法

1. 总酸度的测定	(30)
2. 盐酸的测定	(30)
3. 亚磷酸的测定	(30)
4. 三氯乙醛的测定	(31)
5. 总氯量的测定	(32)
6. 敌百虫含量的推算	(32)

五、问题解答	(33)
--------	------

敌百虫学名0，0-二甲基-2，2，2三氯-1-羟乙基磷酸酯，是优秀有机磷杀虫剂之一。据现有资料，它对双翅目、鳞翅目及鞘翅目等属于农业上及卫生上的多数主要害虫均有防治效果，对血吸虫中间宿主钉螺亦能杀灭。敌百虫具有药效强大而迅速，水溶性，残效期短，对人畜的毒性低，并能杀灭对滴滴涕与六六六有抗药性的害虫等优点，所以受到广大农民及卫生工作者的欢迎，需要量很大。

除了苏联与民主德国有用溶剂的一步合成法外，国外文献报告均用二步法生产。最近以前，上海信诚化工厂亦以二步法进行生产，即先合成亚磷酸二甲酯，然后与三氯乙醛缩合。制造亚磷酸二甲酯时，需用大量有机溶剂如苯或四氯化碳稀释，还要用液氨来中和反应过程中形成的氯化氢及亚磷酸。二步法需要复杂的设备与目前供应有困难的苯，生产技术要求也较高，不能符合“多快好省”的建设方针，更难遍地开花。

上海第一医学院药化及法化二教研组青年教师在总路线的光辉照耀下，受到工农业生产大跃进形势的启发与鼓舞，认识到敌百虫的生产方法必须改进。大胆打破某些专家认为必须用溶剂稀释及液氨中和的迷信，学习了苏联的先进经验，创造出简易直接一步合成

接着华东化工
农村条件，完成了

前
后

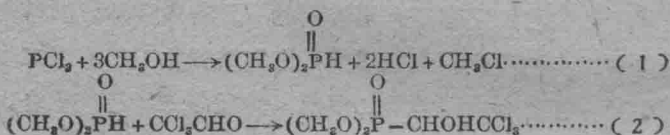
情况良好。目前已有16省市近百个单位学会了这个方法，已有不少县乡所属农药厂及农业社开始设厂制造；产品经现场试验结果良好。现将我们的初步经验介绍于后，供大家参考；希望大家在实践过程中发挥集体智慧，使一步法得到更大的发展与提高。

二 敌百虫一步合成法

上海第一医学院药物化学教研组

1. 基本原理

合成敌百虫的主要化学反应是：



第(1)步反应是放热反应，作用时温度会上升，故必须加以冷却。若添加有机溶剂稀释一下，反应进行得可较缓和。我们考虑到若先把三氯乙醛放在反应器中，则它既可起稀释作用来代替溶剂，又能与亚磷酸二甲酯缩合而成敌百虫，会促进反应(1)向右进行。其次我们考虑到氯化氢在三氯化磷与三氯乙醛中溶解度较小，祇要加以抽气或鼓风，就可把它驱除，也不必用液氨来中和。苏联的一步合成法也是不中和的。经过实验证明，这样的想法是合理的。加热会促进第(2)步反应的进行。所以当甲醇加毕，室温排除氯化氢后，将温度逐步升高，既可去尽残存氯化氢，又促进敌百虫的合成。

2. 原料規格及用量

原料名称	分子量	規 格		用 量		
		簡 程	其 他	分子比	按重量計	按容量計
三氯乙醛	147.4	95~98°	含HCl量在1%以下	1	147.4份	約97份
三氯化磷	137.4	75~78°	含量应在95%以上	1~1.1	137.4~ 151.1份	約88.5~ 97.3份
甲 醇	32	64~65°	含水量在1%以下	3~3.3	96~ 105.6份	約123~ 135.3份

[注]三种原料如都是純品，則可按1:1:3的分子比即用147.4份(重量)的三氯乙醛，137.4份的三氯化磷及96份的甲醇就可。但符合上述規格的工业用原料的純度并不高，如通常工业品的三氯化磷祇有95%左右，三氯乙醛与甲醇中亦常含若干水份，所以用稍过量的三氯化磷較好。具体增加的數字要根据原料的純度及水份而定；如果原料規格不合，則可按下述原料的处理方法进行。

3. 制造方法

按图1裝置，先將三氯乙醛放入干燥的反应器中，以冰鹽水冷却到10°C以下，分次加入三氯化磷，并随加攪拌混勻。此时温度微有升高，注意勿使超过30°C。加毕后使反应液温度冷到10°C以下，自加料漏斗中加入甲醇，并加剧烈攪拌。当甲醇滴入反应液

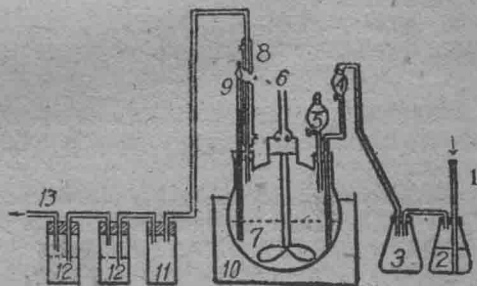


图1

一步法制造敌百虫的裝置图

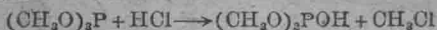
- 1 空气进口 2 濃硫酸 3 安全瓶 4 安全漏斗
5 甲醇加料漏斗 6 攪拌器 7 反应液 8 冷凝管
9 溫度計 10 冰鹽水或热水 11 安全瓶 12 鹽酸吸
收器 13 排气管

中时即有氯化氢气体发生，因原料中难免有些水分，故常会有鹽酸气的白霧出現（白霧消失愈早愈好，表示水分少）。甲醇加入的速度要根据反应物的温度决定，如果冷却条件好，温度一直低于 15°C ，就可加得快一些；如果接近 20°C ，就应緩緩加入。整个投料过程，勿使液温超过 20°C ①。当甲醇加入后，就有大量气体发生，其中主要成分为氯化氢，它极易溶解于水而同时发热。另一主要成分为氯甲烷，它难溶于水，自排气管末端排出，可聞到甜味（如氯仿臭）。●加料初期常会有少量三氯乙醛自排气管中逸出，可聞得刺激性的异臭。如此种臭气太强，則应稍稍减低加料速度，或將冷凝管中的冷却水的流速放大②。

甲醇加入時間，視冷却效果及原料用量而定，一般可在 2 ~ 5 小时内加毕。

① 甲醇加入的速度越快越好，可是因甲醇与三氯化磷起反应时会发生大量的热。加得过快而冷却不足时，温度会升得很高，以致三种原料都会挥发，引起損失，甚至还会起其他副作用。必須注意。

加入甲醇时不要抽气，除了可以减少原料因抽气而損失外，还有一个原因：亞磷酸二甲酯是通过下列反应生成的：



如果没有氯化氢，則二甲酯难以生成。如果氯化氢太多，会影响产品的质量。所以在加料时，一般可不必抽气。加毕后应尽量先把 HCl 抽出，避免影响产品的质量。

甲醇加得太快而氯化氢发生太多时，反应器內压力增加得很快，会把反应液自进气管中压出而进入安全漏斗中。遇到此种情况，可减低加料速度甚至暫停；待反应液自然回落到反应器中后再加快投料速度。

加甲醇时，反应液上面气体的温度是比较高的。如果冷却效率不高，則常常可在反应器壁的上部察觉出来（用手探摸可察觉）。此时应設法降低冷却冰水的温度或加快冰水的流速。

② 鹽酸吸收瓶中的水不要太滿，恰使出气管下端沒入水面就够。甲醇加料过程不能驟停，否則因反应器内部压力驟减，吸收瓶中的水会倒流进入安全瓶，甚至会进入反应器——注意：此种情况很危險。所以当暫停加入甲醇时，应特別留意吸收瓶中的水倒流；如果有倒流現象，应立即打开和冷凝管相連的安全瓶，这样就可防止。或在安全瓶（3）的塞中添一活塞破管作放气用。

全部甲醇加毕后^①，关闭投料漏斗，繼續不停攪拌^②，使氯化氢放出吸收于水中，氯甲烷气泡不断通过吸收并排出（此时三氯乙醛臭味很稀）。放去冰鹽水，使反应液的温度自然緩緩上升，达到 $20\sim 30^{\circ}$ 左右，但勿使升温过高，以免未作用的原料損失。室温攪拌一定时候，逸出气体会漸漸减少，应将排气管与抽气設備相連（水泵或电动真空油泵）进行抽气^③，促使反应液中氯化氢加速排出。如此室温攪拌抽气約 $2\sim 3$ 小时，直到氯化氢很少排出为止，然后用热水或蒸汽加热，使反应液温上升到 $50\sim 60^{\circ}$ ，仍繼續不停攪拌，此时又有較多的氯化氢与氯甲烷放出。繼續抽气加温 $1\sim 2$ 小时后，將浴温升高，使反应液温上升到 85° 左右（ $80\sim 90^{\circ}$ ）^④并繼續攪拌抽气約3小时，即得敌百虫粗制品^⑤。得率按三氯乙醛計約 $94\sim 96\%$ 左右。

如用5000毫升的三頸燒瓶，每批可得粗产品約 $3\sim 3.5$ 公斤。

① 一步法的投料方式还可考虑改为三氯乙醛放在瓶中，三氯化磷与甲醇同时分別自二个漏斗中緩緩加入的办法。

② 整个操作过程勿使攪拌器停止。因停止攪拌一定时期，反应液中会有大量氯化氢积蓄起来。若再突然加以攪拌，則立即会有大量氯化氢放出，使反应器中压力突然上升，以致引起冲料現象。

如果因操作过程非要停止拌攪器不可，則拌攪器停止后应立即用手攪拌勿停。

③ 抽气时，硫酸干燥瓶中可看到空气泡进入，鹽酸吸收瓶中气泡增多。如如果接上抽气管，吸收瓶中气泡反而减少，表示反应器內压力还是很大，抽气設備的排气量不够。此时可拔去抽气管，任其自动排气；或調整抽气設備，增加抽气效率。如无抽气設備，可用皮老虎或打气筒自空气干燥瓶中鼓入空气亦可。但大量生产时仍宜抽气。

④ 最后加热阶段的时间根据整个操作过程的長短而定。如操作時間过長，則加热時間可酌量縮短。又若最后加热温度偏高，則加热時間亦可縮短。据最近試驗結果，取消 $50\sim 60^{\circ}$ 加热的过程，直接加热到 85° ，产品质量也不差。

⑤ 一步法所得产品系包括全部副产物（如亞磷酸酯与亞磷酸），所得成品的硬度較軟（二步法系經過中和阶段，亞磷酸已經去掉了）。产品初倒出时呈糖漿狀，放置若干时候就会凝結。假使加些敌百虫結晶种子，或用玻璃棒攪拌，可促进凝結。

4. 原料質量的檢查与精制

产品的純度与收得率和原料的質量有很大的关系，在条件較差的地方制造敌百虫时，应采購質量較高的原料，不过制造前还需檢查原料的純度。茲分別叙述檢查与精制的方法如下：

(1) 三氯乙醛

使用前应檢查餾程及游离酸的含量。

餾程的測定，可在普通的蒸餾裝置中进行。法取一定量的原料（根据蒸餾瓶的大小而定，不要超过瓶的容积的半量），放在干燥的蒸餾瓶中。插入 150°C 的溫度計，使水銀球位于蒸汽的出口处，勿插到液体中。加入数粒碎瓷片，借以防止蒸餾时突然沸騰而引起冲料現象。蒸汽的出口管与冷凝器连接，冷凝器下口通过一木塞与接受瓶相接。接受瓶口再裝一氯化鈣干燥管，避免潮气进入。

緩緩在蒸餾瓶底加热，观察液体开始餾出时的溫度。如全部原料都在 $95\sim 98^{\circ}\text{C}$ 間蒸餾出来，則此原料的餾程合格。如有一部分在 95°C 以下就餾出来，或在 98°C 以上还不能蒸餾出来，则表示原料不純。祇能采用中間 $95\sim 98^{\circ}\text{C}$ 蒸餾出来的一部分； 95°C 以下及 98°C 以上的二部分应进行精制。在蒸餾时，冷凝管中有白色結晶析出，表示样品中有較多的水合氯醛 $[\text{CCl}_3\text{CH}(\text{OH})_2]$ ，也需精制。

精制的方法是把不純的原料（ 95° 以下与 98° 以上）加三分之一重左右的濃硫酸（100 斤原料加 30 斤硫酸），振搖数分鐘后，加数粒碎瓷片再行蒸餾，收集 $95\sim 98^{\circ}$ 部分即可应用。

游离酸（主要是氯化氢）的含量应在 1% 以下。檢查的方法可先用潤湿的石蕊試紙試之，如藍不变紅就很好。如变紅色，

則可用標準氫氧化鈉溶液來滴定，測定酸度。

餾程測定是檢查原料中有無過多的水合氯醛和醇合氯醛 $[\text{CCl}_3\text{CH}(\text{OH})\text{OC}_2\text{H}_5]$ 及其他雜質。前二物中含有水份及乙醇，都會影響產品的質量，故必須要檢查。游离酸的影響不太大，沒有條件的地方可不必要檢查。

三氯乙醛應密塞保存，瓶口應用石膏或石蠟（洋蠟燭）密封，以免吸收潮氣。如果吸潮後，就會變成水合氯醛。

有條件的地方，還可測定三氯乙醛的比重與折光率。比重應在 $1.51 \sim 1.52$ 之間，最純品為 1.51 ，折光率為 1.4557 。

（2）三氯化磷

三氯化磷的餾程應在 $75 \sim 78^\circ\text{C}$ 。一般工業產品，祇要封裝嚴密，可不必要精制。如果質量可疑時，按照上述檢查三氯乙醛的方法進行蒸餾，收集 $75 \sim 78^\circ$ 部分即可。

三氯化磷易揮發，遇潮氣即分解成氯化氫有大量白霧出現，同時有氧氯化磷（ POCl ）生成。如遇大量水分，則氧氯化磷再分解為亞磷酸及大量氯化氫氣，可能引起爆炸，故使用時應特別小心，切勿與潮氣與水接觸。分取大量原料時，切勿連瓶傾倒，應用虹吸管或抽氣吸出，使用時最好戴橡皮手套及護目眼睛。

三氯化磷的主要雜質是氧氯化磷（黃色），有時亦可能含有游离磷，故蒸餾完畢後，瓶中殘留物應倒入陰溝中或空曠無人處，以免着火。

（3）甲醇

甲醇中水份不要超過 1% 以上，沸點不要超過 65°C 。如果沸點在 65° 或以上，則表示含水份太多，可用蒸餾酒精用的蒸餾塔進行分級蒸餾，收集 $64 \sim 65^\circ\text{C}$ 部分，或加 $20 \sim 30\%$ 的生石灰，迴流一小時後再行蒸餾，不過此法損失太大。

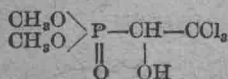
檢查甲醇中的水分，還可用固体高錳酸鉀法。即取等量的原料和无水甲醇（各 1 ~ 2 毫升）分別盛于干燥的試管中，振搖觀察比較二管的紫色深淺，水分較多的紫色較深。如果加入高錳酸鉀后立即变为棕色，表示甲醇中有易氧化的雜質，質量不好。

甲醇中水分的含量与产品的質量关系很大，如原料規格不明时，应行檢查。裝置与檢查三氯乙醛相同；不过每次蒸餾后应洗淨干燥备用；不可有原料殘留，否則檢查結果就不准确。

檢查甲醇中的水份还有一更精密的方法。应用碘—二氧化硫—吡啶二甲醇的混合試剂（又称費休氏試剂），測定的結果很准确，但制备手續較繁，此处从略。

5. 敌百虫的性狀

敌百虫的分子式是 $C_4H_8O_4PCl_3$ ，分子量为 257.6，結構式是：



純品系白色針狀結晶，无味，熔点 81°C 。在 0.05 毫米水銀柱的气压下（高真空）沸点为 91°C ，在常压下加热到高温时会分解。比重为 1.73。

本品易溶于水， 25° 时每 100 毫升水可溶解 15.4 克的純敌百虫。氯仿中为 75.0 克，乙醚中 17.0 克，苯中 15.2 克，石油汽油中溶解度极低。

敌百虫在固体或低温熔融状态很安定。水溶液在室温时也相当安定，不过放置过久会逐渐水解而失效。酸性水溶液也相当安定；但碱性水溶液很不安定，貯存数小时后就会分解了大

部分，所以使用时应注意勿与碱性物质接触。

用一步合成法所制得的产品，因为没有精制，所以除了白色结晶外常常还含无色油状物(油状物中仍含有许多敌百虫)。其中有一定量的亚磷酸及其酯，并有少量的盐酸，所以水溶液是酸性的。使用后的喷雾机应立即用水洗涤，以免机器被腐蚀；或者在临用时，将药物用水溶解后，加适量碳酸钠中和到弱酸性($\text{PH}5\sim6$ 左右)，然后喷射。

三 年产20吨粗敌百虫工厂的定型设计

华东化工学院制药教研组

上海第一医学院药化教研组

1. 原料衡算

(1) 生产能力

年产量 20 吨粗制品

每年工作日 300 日

得率 95%

[注]以上系按每日生产一批计算，如每日生产二批，则产量可增加一倍。

(2) 原料用量

每批生产粗敌百虫 66.67 公斤需用原料数为：

原料名称	投料分子比	每批投料量 (公斤)	仟克分子数
三 氯 乙 醛	1	40.16	0.2725
三 氯 化 磷	1.1	41.18	0.2997
甲 醇	3.3	28.78	0.8991

[注]如三氯化磷与甲醇质量较好，二者的用量可分别减低到37.5及26.2公斤。

(3) 原料用量的计算方法

$$\text{每天生产粗敌百虫重量} = \frac{20 \times 1000}{300} = 66.67 \text{ 公斤/日}$$

$$\text{需三氯乙醛量} = \frac{66.67 \times 147.4}{257.6 \times 0.95} = 40.16 \text{ 公斤}$$

$$\text{即需 } 40.16 \div 147.4 = 0.2725 \text{ 仟克分子。}$$

$$\text{需三氯化磷量} = 0.2725 \times 1.1 \times 137.4 = 41.18 \text{ 公斤}$$

$$\text{需甲醇量} = 0.2725 \times 3.3 \times 32 = 28.78 \text{ 公斤}$$

若需改变产量时，可根据需要生产粗敌百虫的重量，按下列一般公式计算原料的用量：

$$\begin{aligned} \text{三氯乙醛用量} &= \frac{\text{每批需生产敌百虫量}}{\text{敌百虫分子量}} \times \frac{\text{三氯乙醛分子量}}{\text{得率}} \\ &= \frac{\text{每批需生产敌百虫量}}{257.6} \times \frac{147.4}{0.95} \\ &= \text{每批需生产量} \times 0.6025 \end{aligned}$$

如得率提高，则可將 0.95 改作实际得率代入上式即可。

$$\begin{aligned} \text{三氯化磷用量} &= \frac{\text{三氯乙醛用量}}{\text{三氯乙醛分子量}} \times \text{三氯化磷分子量} \times 1.1 \\ &= \text{三氯乙醛用量} \times 1.025 \end{aligned}$$

如三氯化磷与三氯乙醛的投料分子比改变，则将上式中 1.1 的数字改变就成。

$$\begin{aligned} \text{甲醇用量} &= \frac{\text{三氯乙醛用量}}{\text{三氯乙醛分子量}} \times \text{甲醇分子量} \times 3.3 \\ &= \text{三氯乙醛用量} \times 0.7165 \end{aligned}$$

如甲醇的投料分子比改变，则就把上式中的 3.3 数字改变就得。

2. 設備的選擇

(1) 物料的體積

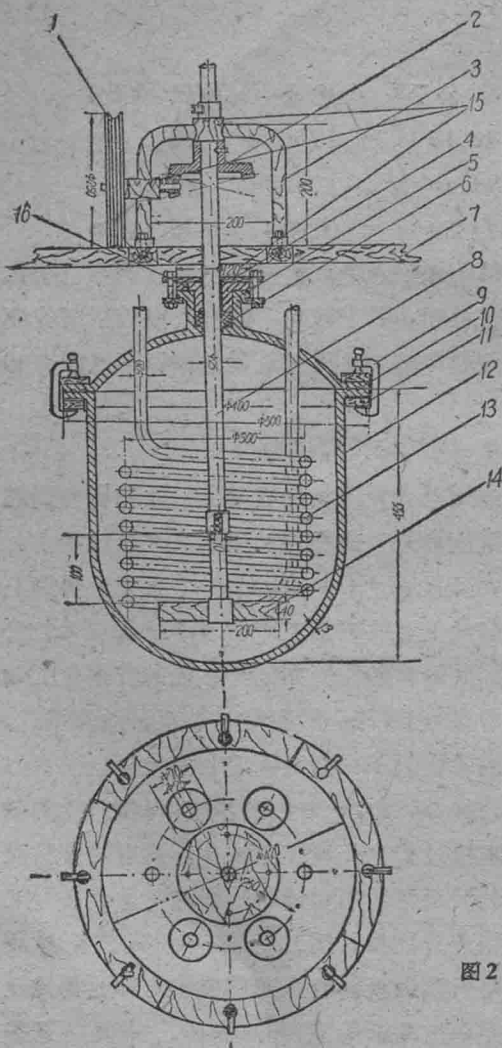
物料名稱	重量(公斤)	比重	體積(立升)
三氯乙醛	40.16	1.51	26.6
三氯化磷	41.18	1.57	26.24
甲 醇	14.39	0.79	36.44

三種原料總體積雖達 89.28 升；實際上三氯乙醛與三氯化磷混合後的體積為兩者總和，並無增減，而加入甲醇後反應液體積不僅不會增加反而趨向縮小。反應最後總體積不過祇有 40 升左右。

(2) 反應釜的選擇

材料——由於反應結果有大量氯化氫產生，故防腐蝕問題很重要。反應鍋可用鋼板鍍鉛（或利用油桶鐵皮改制鍍鉛）。但目前鋼材比較緊張，且鍍鉛要求一定的條件（必要時可到上海第一醫學院紅旗藥廠或上海信誠化工厂學習），所以本設計採用耐酸陶器反應釜。既耐腐蝕，價亦較低，可向宜興化工陶器廠定購。如無此反應釜，則可用一般耐酸缸甚至普通陶器缸，另做一鉛板或涂生漆的木板蓋子，設法使它密封就可。

容積——根據上節推算，年產 20 噸的規模，每批產物的總體積不過 40 升。然因反應過程有大量氣體發生，且有時會出現沖料現象，故反應釜的裝料系數不宜過高。同時考慮到小型工廠年產量不一定需要很大，故設計用二只 50 升的反應釜並聯使用。如年產量 10 噸已足，則祇要有一只反應釜就夠。其他設備可相應減少，不一定全按圖紙所列裝備（圖 2）。若用一只釜冷卻加料及室溫作用，然後抽到另一只釜中加熱則更經濟。



- 1 皮帶輪 2 只櫟木制
- 2 齒輪 2 副, 45 號碳鋼
- 3 攪拌器支撐 2 只櫟木制
- 4 木法蘭 2 副, 松木制
- 5 填料函 2 只, 陶瓷制
- 6 填料
- 7 木槓
- 8 攪拌器軸 2 只, 櫟木制
- 9 鉄夾 16 只
- 10 石棉繩
- 11 墊圈木
- 12 反应釜 2 只, 陶瓷制
- 13 蛇管(蛇形管) 2 副, 鉛或銅制
- 14 攪拌槳翼 2×2 , 櫟木制
- 15 注油孔 2
- 16 压紧盖 2 只, 陶瓷制

图 2

(3) 攪拌器的選擇

从耐腐蝕及攪拌效率上考虑，应选用銅棒并以銅片作攪拌槳。但因銅料供应有限制，且价亦較貴，故选用硬木（如櫟木或杉木）制的双层槳式攪拌器（如有較好的木工，应把平面式槳翼改为推进式，即槳面与水平成 $15 \sim 20^\circ$ 的傾斜。攪拌器的尺寸为：

軸直徑	25 毫米	槳翼直徑	200 毫米
槳翼高	40 毫米	槳翼厚	10 毫米
二槳間距离	100 毫米	轉速	70 轉/分

若用銅制，則軸直徑可改为 10 毫米，槳翼尺寸可大大减少，轉速可大大提高。

攪拌器可用 $\frac{1}{4}$ 匹馬力电动机拖动，每釜用一台。如电动机轉速为 1420 轉/分，則在攪拌器上裝皮帶輪及减速齒輪。規格如下：

电动机皮帶輪直徑（木制）	50 毫米
攪拌器皮帶輪直徑（木制）	250 毫米
兩皮帶輪間距离	650 毫米
皮帶長（橡皮或牛皮帶）	1600 毫米
攪拌器皮帶輪軸直徑（鉄制）	10 毫米
齧輪节圓直徑（45 号碳鋼制）	36 毫米
齒輪节圓直徑（同上）	144 毫米
齒長	20 毫米
嚙合換數	2

[注]如攪拌器軸木料較硬，可适当增加轉速（原則上轉速愈快愈好），即可將攪拌器皮帶輪直徑縮小。

如用銅制攪拌器，則可省去变速齒輪，在攪拌軸上裝一复

式皮帶輪；（可調整轉速）借皮帶直接与电动机皮帶輪相連拖動。

（4）甲醇計量瓶

用一具有下口的玻璃試劑瓶，容量為5~10升（最好為20升，則甲醇可一次貯放，免得中途添加）。瓶外壁可貼紙條，標明容量（事先用量筒分次量取甲醇倒入瓶中，划好刻度）。



圖3

如沒有具下口的玻瓶，則可將計量瓶上口的橡皮塞穿二孔，一孔插入玻管到底，作為甲醇的放料口。另一孔插入玻管與橡皮塞下端相平，作為內壓平衡管。加甲醇時，反應釜內壓力較大，故必須裝內壓平衡管，使甲醇液面上與釜內壓力平衡。否則甲醇難以加下。

（5）回流冷凝器

最簡單的用二玻璃套筒，塞上橡皮塞。上下橡皮塞各開一小孔，插入細玻璃管作為冷卻水的出入口，見圖3。如無如此長的玻璃管，可買現成的冷凝管60~80厘米長的二支，串聯起來就可。冷凝管下端與一彎形U狀粗玻管相連。彎形管下端配一橡皮塞，伸過塞頭約2~3厘米就夠，勿使與反應液接觸。

（6）鹽酸吸收罈（106）

氯化氫氣經過冷凝管自上口通入吸收罈。吸收罈可用現成的硫酸罈或酒罈，在罈頂上再開一孔。用直徑約1寸的粗玻璃管（或鉛管）與鄰近的罈相連。最後一吸收罈須盛石灰漿，可充分吸收鹽酸，避免鹽酸氣跑進真空泵而使泵受損。

吸收罈亦可用大玻璃試劑瓶（容量為20升的），配以二孔