

減壓原理之應用沖洗、裝填及回收

理學院 化學系

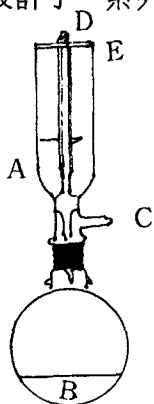
曾慶輝 黃芳裕 王澄霞

在實驗室的設備中，一端封閉之管狀物及彎曲細長管狀物相當的多，如 NMR 測試管、seal tube 或一些成套精密微量蒸餾設備，U 型管等，此類設備常困擾於如何洗淨及如何將內部物品回收。

美國化學教育雜誌，曾由 Ottorino De Lucchi⁽¹⁾ 提出圖一的方式沖洗 NMR 測試管，但是這個方法，具有下列的缺點：

1. 中間的玻璃管(D)易被折斷。
2. 中間玻璃管的長度和口徑，限制了被沖洗物的口徑和長度，以致不能普遍使用於任何管狀物。
3. 外徑的玻璃管限制了被沖洗物的體積，致使一些成套的精密儀器不能沖洗。
4. 必須為沖洗之目的，訂製一些特殊的設備。

因此，着手設計一種更有效和方便的沖洗方法成為本研究的主要目標，為克服文獻上現有設備的缺點，利用一般實驗室常見的物品如：抽氣水泵，抽濾瓶（各種規格），橡皮塞等設計了一系列管狀物的沖洗及內容物的回收或裝填的方法。



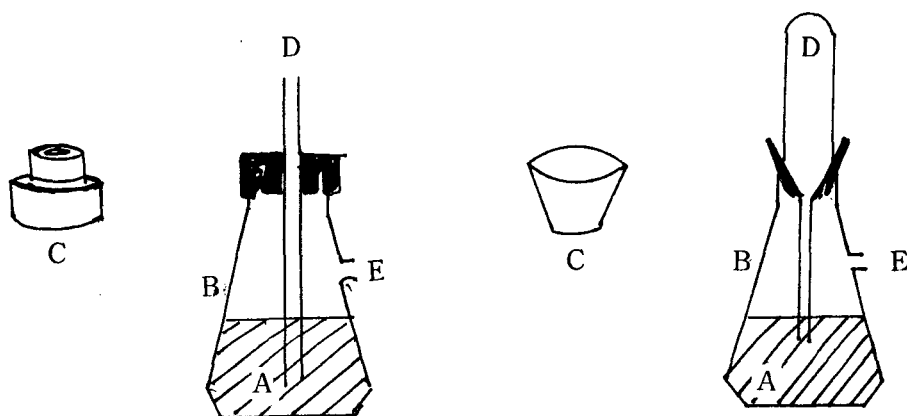
- A：沖洗溶劑
- B：沖洗後的溶劑
- C：接抽濾泵或真空泵
- D：沖洗的管狀物套在中間玻璃管上
- E：外徑玻璃管

圖一 文獻(1)的沖洗設備

1. 一般細小口徑，一端封閉玻璃管之沖洗

以實驗室現有抽濾瓶，水流抽氣泵，橡皮塞等，組成圖二的裝置。

將欲沖洗的一端封閉管狀物，經單孔橡皮塞穿入抽濾瓶內，開口置於液面下，打開水流抽氣泵，開始抽氣，直到管狀物之開口不冒泡或液體沸騰，打開水流泵的安全閥，讓液體逆流沖入管狀物中，充滿整個沖洗物，再關上安全閥繼續抽氣，沖洗物內的液體再度流出，如此反覆沖洗直到完全洗淨或更換其他沖洗液繼續沖洗。本法使用於不同管狀物時，橡皮塞之種類亦應隨之改變（如圖二）



- A : 溶劑
- B : 抽濾瓶
- C : 橡皮塞 (使用不易被溶劑溶解者，如 Neopren)
- D : 沖洗物 (NMR tube , mp tube , seal tube ...等)
- E : 接抽氣水泵

圖二 一端封閉玻璃管之沖洗 (本研究設計一)

為了防止不必要的污染，最好於E處橡皮管加一段內含玻璃絨的玻璃管做為空氣濾清器，且橡皮塞最好使用不易被溶劑溶解者，如 neoprene。

2. 多數玻璃管的沖洗設備

在實驗室裡，學生做實驗後，許多管狀物必須沖洗，或大批的熔點測定管清洗時，可以使用此種方法。

B. J. Luberoff 提出⁽²⁾ 將 NMR 測試管開口朝下，集中放於燒杯內，倒入溶劑，置於乾燥器內抽氣，再打開安全閥，使溶劑沖入 NMR 測試管內。此種方法會造成乾燥器內的污染，同時抽氣時，無相關的空間太大，溶劑的損失較多（如圖三）。為方便大量沖洗，提出改進 Luberoff 氏的方法成圖四的裝置，用一個大

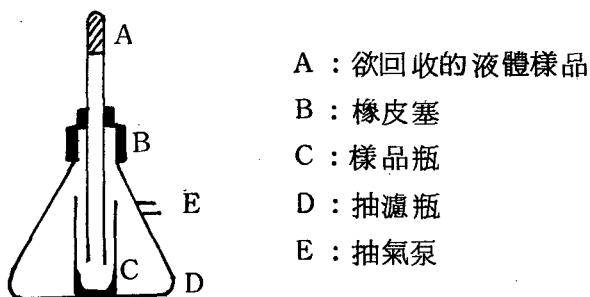
3. 體積大的彎曲管之沖洗

對於複雜彎曲管的沖洗，可於曲管二端接橡皮管，一端浸入燒杯之沖洗溶劑內，一端接上乾淨抽濾瓶，再由抽濾瓶接上抽氣裝置，開始抽氣時溶劑即由橡皮管經彎曲管，進入抽濾瓶，將瓶內溶劑倒回燒杯，如是重覆沖洗或更換溶劑直到完全洗淨。

4. 一端封閉的管狀物之內容樣品回收

一些很珍貴的化學合成樣品，很不容易取得。在測完熔點或 NMR 光譜後，尚可用於 IR、UV 或 MASS 的測量，以決定化合物的結構。此時回收樣品和樣品不受污染成了很重要的問題，而本設計（如圖五）可用於解決此種問題。

樣品是液體，可用本文設計的裝置，依圖五的方式，配合樣品的特性做適當處理。使樣品直接滴入樣品瓶內，所受污染最少。若樣品是固體時，可在圖五中之樣品瓶內裝入適當的溶劑，先由抽氣泵減壓，再使溶劑進入管狀物內，將樣品溶解；再抽氣使液體流出到樣品瓶，將管狀物之開口提高到液面上，打開安全閥，使樣品溶於液劑且留於樣品瓶內，必要時可抽乾樣品瓶內溶劑，再取出樣品瓶。若無樣品瓶，可用適當之試管代替或直接回收於乾淨的抽濾瓶。Seal tube 反應後，管內物品的取出可使用本法。（參考圖二）



圖五 液體樣品回收裝置

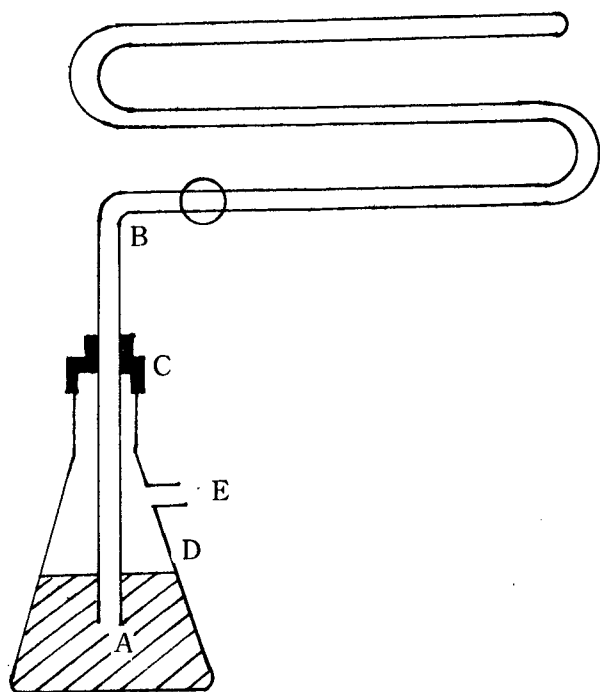
5. 單口管狀物之頸部細長容器內容物之裝填

利用本設計之原理和裝置，實驗室內能順利地裝填單口管狀物及頸部細長容器內容物，如 Seal tube, Dumas tube 及一端封閉之毛細管。實驗室內若有超真空泵，還可用於製造一般 U 型單口封閉之水銀壓力計。

在裝填時的操作方式是：

將器材組合成圖六的情況。現以裝填 U 型單口封閉之水銀壓力計為例子，將瓶內的空氣抽成 $10^{-2} \sim 10^{-4}$ mmHg，然後打開安全閥，水銀受大氣壓力進入 U 型管內，直到裡外壓力相等，將 U 型管取出做適當的調整即是。相同的方法可用於裝填測分子量之 Dumas tube 或 Victor Meyer apparatus 之小球（註三）。

Seal tube 的裝填亦可使用此方法。



- A：水 銀
- B：U 型單口封閉之玻璃管
- C：橡皮塞
- D：抽濾瓶
- E：抽氣泵（超真空泵，可抽氣成 $10^{-2} \sim 10^{-4}$ mmHg）

圖六 U 型單口封閉水銀壓力計之裝填

結 論

本設計提出的裝置，不但改進了文獻上的缺點，同時是方便、有效且具有多種功能的設計。下列是本設計裝置的優點：

第一：所有的設計，使用的裝置是一般常見的器材，不須另外訂製。

第二：能用於任何口徑之管狀物或質料較脆易斷的管狀物。

第三：沖洗物形狀、大小的改變，只要改變抽濾瓶的大小，橡皮塞口徑和沖洗

溶劑用量即可。

第四：可以連續沖洗，方便且安全；整個沖洗過程裡僅須打開或關閉安全閥。

第五：用途廣。能用於沖洗、回收和裝填。

第六：操作過程所受污染較少，產品能繼續使用。

第七：能同時沖洗或裝填多量的管狀物。

第八：對於腐蝕性、毒性或刺激性化合物的洗淨，能順利進行，不致造成操作人員的傷害或不舒服。如以 NaCl 溶液洗淨受 AgNO₃ 溶液污染之管狀物等。

第九：非破壞性的分析或光譜的測量後試樣回收，及氣相色層分析或其他微量分析得到極純樣品回收等皆可用本設計之原理和裝置完成。

參考文獻

- 1 O. De Luchi and G.F.Miozzo, " A Simple Device for washing NMR Tubes , " *J. Chem. Edu.*, Vol. 56, 124 (1979) .
- 2 B. J. Luberoff, " Cleaning NMR Tubes, " *J. Chem. Edu.*, Vol. 56, 789 (1979) .
- 3 W. F. Sheehan, " physical chemistry " , 2nded., 臺灣台北歐亞書局翻版, 18 (1970) .

Application of Reduced Pressure—Washing, Filling and Recovering

Ching-hwei Tzeng Fang-yu Hwang Cheng-hsia Wang

Department of Chemistry

College of Sciences

[Abstract]

In the laboratory, we have been troubled with washing, recovering and filling of sample tubes, like NMR tubes, melting point tubes, seal tubes, micro-analysis distillation apparatus or U-type tubes, etc.

We have designed a series of convenient apparatuses consisting only of suction apparatus, filtering flasks and rubber stoppers.