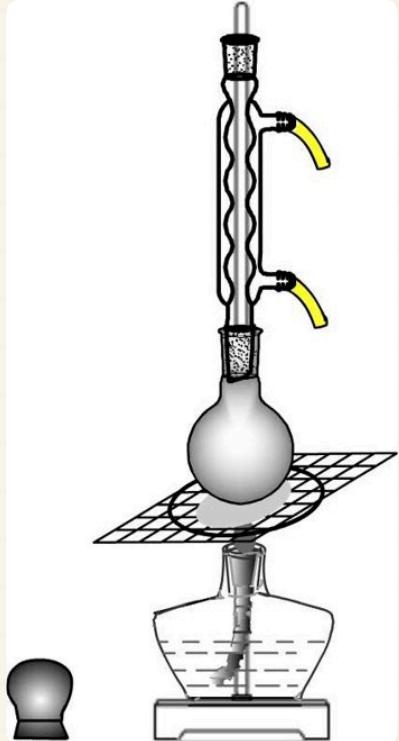


回流

[https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?
tid=1475286458#/learn/content?
type=detail&id=1264883513&cid=1304549035&replay=true](https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?tid=1475286458#/learn/content?type=detail&id=1264883513&cid=1304549035&replay=true)

实验步骤

1. 取圆底烧瓶，用水替代反应物，加水不要超过容积的三分之二，不少于三分之一，加沸石
2. 从下往上搭建装置，用铁夹固定圆底烧瓶磨口部位，电热套要与台面平行，选用球形冷凝管，冷凝管上端不加塞，乳胶管管口抹点水更容易套上去，过两个节，固定一定要紧不要脱落
3. 先开冷凝水，细水长流，下进上出
4. 再打开电热套，举手示意
5. 先关电热套电源，再关冷却水
6. 从上往下拆除装置
7. 沸石回收，收拾台面



普通蒸馏

[https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?
tid=1475286458#/learn/content?
type=detail&id=1264883513&cid=1304549034&contentid=1219026863](https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?tid=1475286458#/learn/content?type=detail&id=1264883513&cid=1304549034&contentid=1219026863)

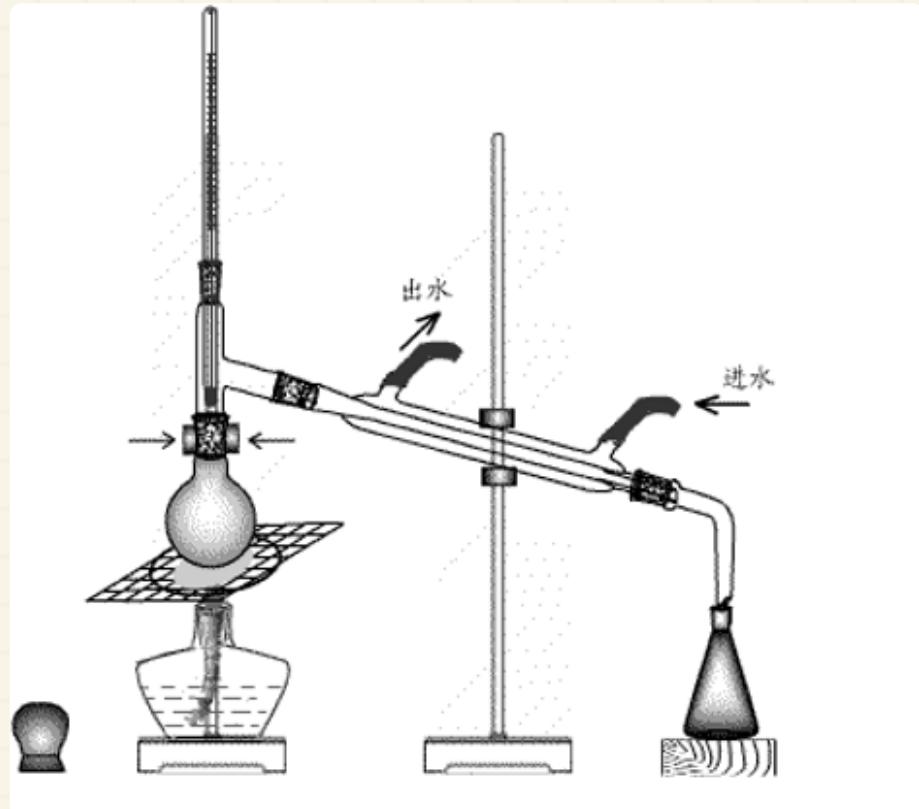
实验步骤

1. 取圆底烧瓶，用水替代反应物，**加水不要超过容积的三分之二，不少于三分之一，加沸石**
2. 装蒸馏头，水银球在支管口处，测蒸汽温度
3. 在**直形冷凝管**中间用铁夹固定*，然后对接
4. 装尾接管，用**卡扣固定**，并确保装置都在同一平面
5. 用三角烧瓶收集，高度不够用**升降台**
6. 乳胶管管口抹点水更容易套上去，过两个节，**固定一定要紧不要脱落，下进上出**
7. **先开冷凝水，细水长流**
8. **再打开电热套，举手示意**
9. **先关电热套电源，再关冷却水**

10.三角烧瓶塞上塞子

11.从上往下，从右往左拆除装置

12.沸石回收，收拾台面



水蒸气蒸馏

[https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?
tid=1475286458#/learn/content?](https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?tid=1475286458#/learn/content?)

<type=detail&id=1264883523&cid=1304549061&contentid=1219028818>

实验步骤

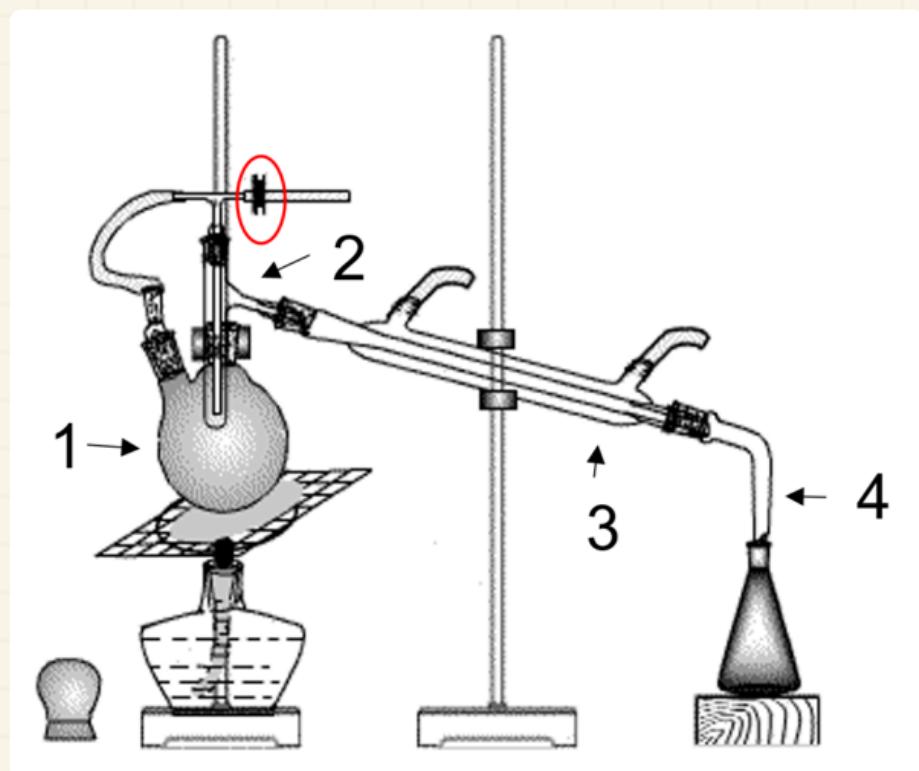
1.取两口烧瓶，从侧口加入两粒沸石

2.固定烧瓶颈部磨口处

3.安装蒸馏试管

4.连接T形管和导管，将T形管置于蒸馏试管，并将导管置于两口烧瓶侧口处

- 5.止水夹夹于T型管的玻璃管上
- 6.连接直形冷凝管中间用铁夹固定
- 7.装尾接管，用卡扣固定，并确保装置都在同一平面
- 8.用三角烧瓶收集，高度不够用升降台
- 9.取下T形管，从两口烧瓶侧口加入蒸馏水多于三分之一少于二分之一
- 10.将蒸馏液（水）通过长颈漏斗加入蒸馏试管中不超过三分之一
- 11.重新连接T形管和导管
- 12.先开冷凝水，细水长流，下进上出
- 13.再打开电热套
- 14.待胶管中水蒸气稳定流出后，用止水夹夹住胶皮管
- 15.举手示意
- 16.先打开止水夹，防倒吸
- 17.关电热套电源，最后关冷却水
- 18.三角烧瓶塞上塞子
- 19.从上往下，从右往左拆除装置
- 20.沸石回收，收拾台面



适用水蒸气蒸馏

- 1.不溶或难溶于水

2. 沸腾时不遇水反应
3. 在100°C时有一定的蒸汽压

减压抽滤

[https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?](https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?tid=1475286458#/learn/content?type=detail&id=1264883515&sm=1)

[tid=1475286458#/learn/content?type=detail&id=1264883515&sm=1](https://www.icourse163.org/learn/content?type=detail&id=1264883515&sm=1)

15.05

实验步骤

1. 剪六片双层滤纸，大小和布氏漏斗一致
2. 铺滤纸，组装抽滤瓶，斜口正对抽滤瓶支管口
3. 先确保安全瓶与大气相通
4. 打开水泵
5. 把真空管接到抽滤瓶支管上面
6. 加一点水润湿滤纸
7. 关闭安全瓶活塞
8. 加入混合相
9. 先打开安全瓶的活塞
10. 拔除抽滤瓶支管的真空管
11. 倒掉抽滤瓶中的水
12. 再把真空管接到抽滤瓶支管上面，加一滴水润下布氏漏斗里的固体
13. 关闭安全瓶活塞
14. 加水再次抽滤
15. 抽滤完毕，先打开安全瓶的活塞，再拔除抽滤瓶支管的真空管，最后关掉水泵电源
16. 将布氏漏斗里的固体转移到烧杯中
17. 取热水倒入产品烧杯，搅拌溶解
18. 在稍冷情况下加入极少量活性炭

19. 铺滤纸，组装抽滤瓶，**斜口正对抽滤瓶支管口**

20. 先确保安全瓶与大气相通

21. 打开水泵

22. 把真空管接到抽滤瓶支管上面

23. 加一点水润湿滤纸

24. 关闭安全瓶活塞

25. 加入混合相

26. 把热的溶液倒入布氏漏斗抽滤，产物位于抽滤瓶中

27. 抽滤完毕，先打开安全瓶的活塞，再拔除抽滤瓶支管的真空管，最后关掉水泵电源

28. 母液冷却

29. 铺滤纸，组装抽滤瓶，**斜口正对抽滤瓶支管口**

30. 先确保安全瓶与大气相通

31. 打开水泵

32. 把真空管接到抽滤瓶支管上面

33. 加一点水润湿滤纸

34. 关闭安全瓶活塞

35. 加入冷却的母液，产物在布氏漏斗中

36. 抽滤完毕，先打开安全瓶的活塞，再拔除抽滤瓶支管的真空管，最后关掉水泵电源

37. 转移产品

加样 → 回流 → 结晶 → 减压过滤 → 热溶解

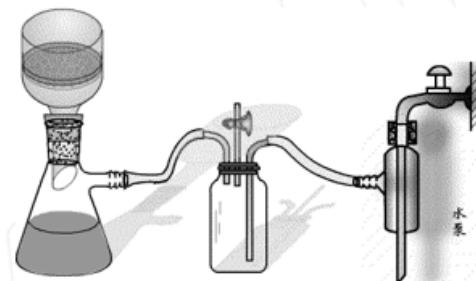
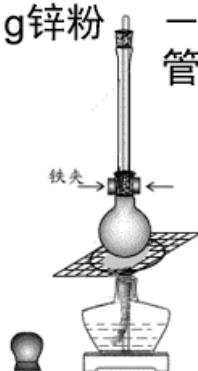
2.7ml苯胺
3.6ml冰醋酸
约0.1g锌粉

40mins
气柱在1/2
—2/3冷凝
管高度

趁热倒入
冷水中

水洗去酸液
产物在布氏
漏斗里

适量热水



脱色 → 趁热过滤 → 母液冷却 → 减压过滤 → 晾干称重、
测熔点

稍冷，
加少许活
性炭

产物在抽滤瓶里

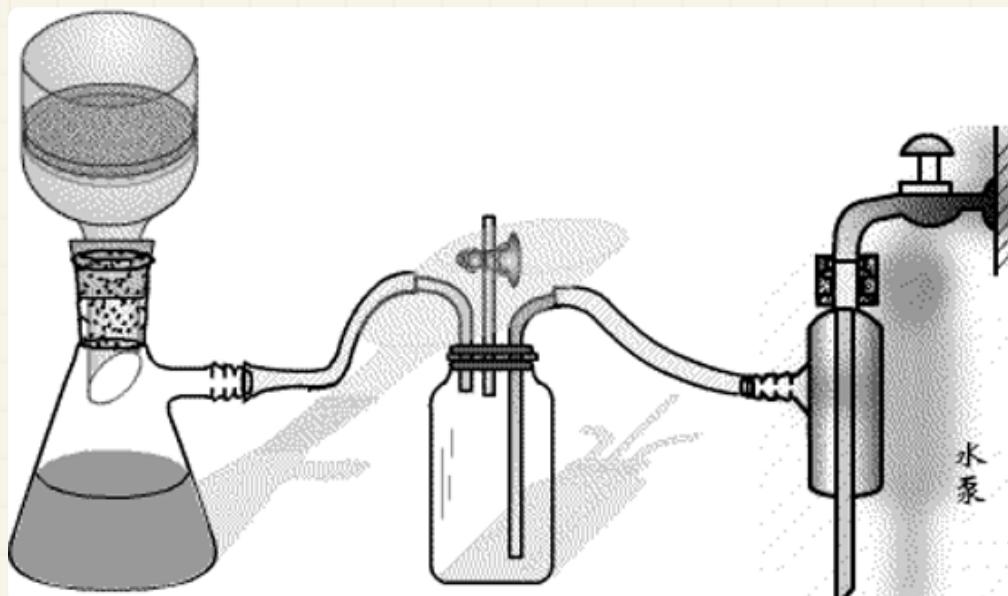
自然冷却

产物在布氏漏斗里

测熔点



用玻璃棒转移滤饼，滤液从抽滤瓶上口倒出



柱色谱

<https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?>

[tid=1475286458#/learn/content?type=detail&id=1264883517&sm=1](#)

实验步骤

1. 取层析柱，加入少量水先检漏，如果漏涂抹凡士林，再固定
2. 取不大不小的脱脂棉，用玻棒推到层析柱底部压实
3. 取纤维素粉，加无水乙醇湿润
4. 在层析柱下方放烧杯，**关闭层析柱活塞**
5. 将纤维素粉加入层析柱使固定相在4-5厘米或一半
6. 用少量乙醇将杯壁上的纤维素粉冲洗下去
7. 打开活塞让液面缓慢下降，当固液相切时关闭活塞
8. 取混合液，先轻轻晃动，滴入层析柱中
9. 打开活塞让上升的液面缓慢下降，当固液相切时关闭活塞
10. 加入乙醇，少量多次，打开活塞让上升的液面缓慢下降，当固液相切时关闭活塞（分离红色的罗丹明B）
11. 第一种分离完全后，加水，少量多次，打开活塞让上升的液面缓慢下降，当固液相切时关闭活塞（分离蓝色的靛红）

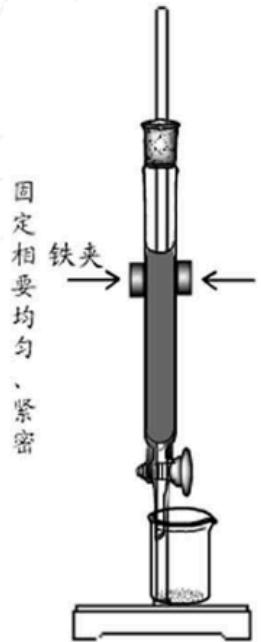
装柱 → 打开活塞 → 加样

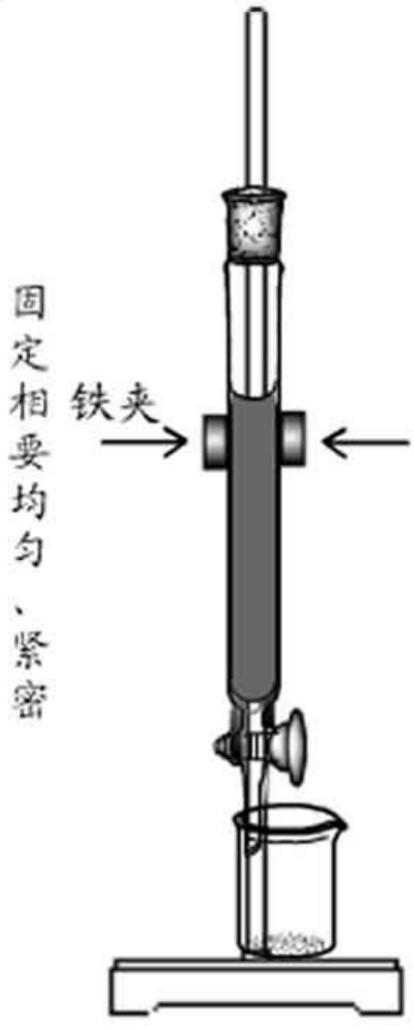
少许脱脂棉放入层析柱底部；微晶纤维素粉与95%乙醇混合，倒入层析柱。

控制流速1d/s；
流动相与固定相正好相切。

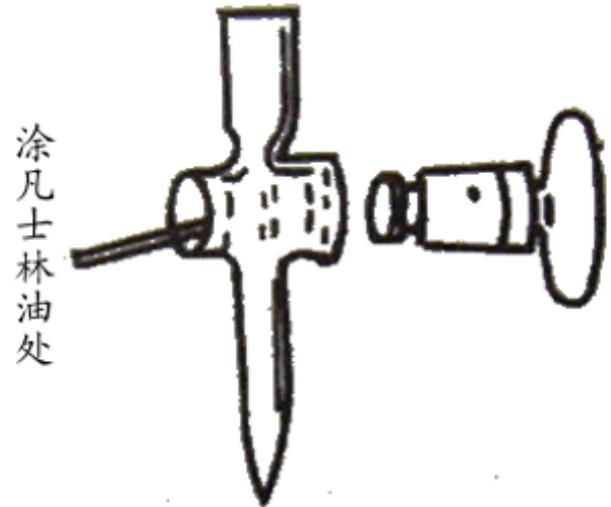
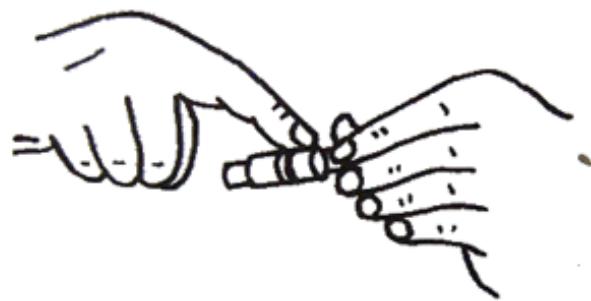
→ 洗脱收集
95%乙醇洗脱第一种颜色染料（红色）；
水洗脱第二种颜色染料（蓝色）。
保持洗脱液高度不低于固定相高度

柱层析装置：





分液漏斗的活塞需要涂抹凡士林：

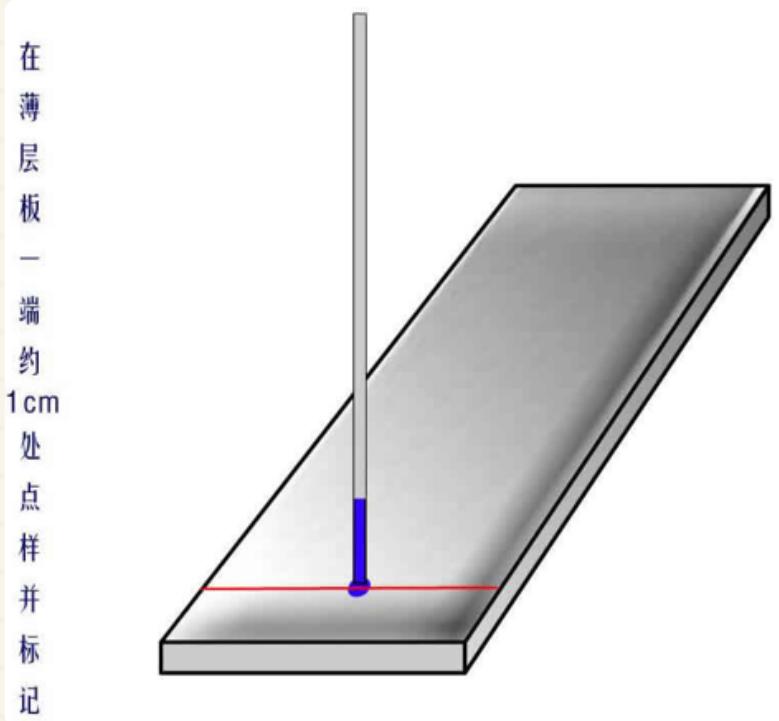


薄层色谱

实验步骤

1. 烧杯取硅胶倒入蒸馏水
2. 手指捏住玻璃板两个对角，从一端到另一端倒上硅胶溶液
3. 左右轻轻晃动，使其在重力作用下均匀铺满
4. 去公用台找板，下端1厘米处用毛细管点样

[https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?
tid=1475286458#/learn/content?type=detail&id=1264883509&sm=1](https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?tid=1475286458#/learn/content?type=detail&id=1264883509&sm=1)



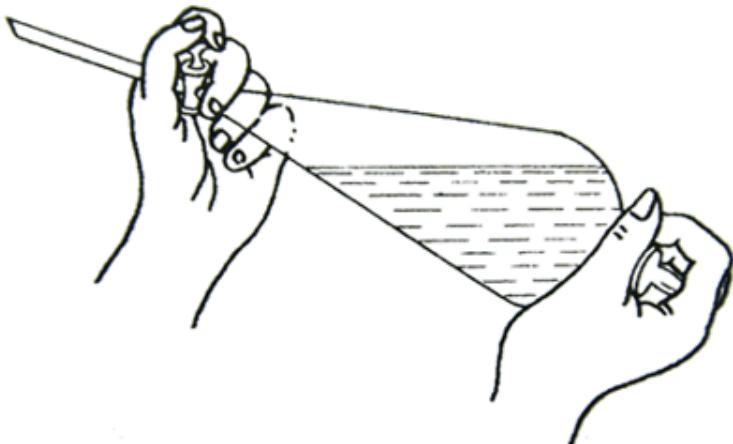
萃取

实验步骤

1. 取梨形分液漏斗，加入少量水先检漏，如果漏涂抹凡士林
2. 配液液混合物，加入，**塞上塞子，关闭活塞**
3. 规范地震荡
4. 如果有气体，打开活塞放气，然后关上活塞，继续震荡
5. 放到铁架台上静置分层，下接三角烧杯
6. **拿下塞子**，下层从下口放出，上层从上口倒出

[https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?
tid=1475286458#/learn/content?type=detail&id=1264883513&cid=1304549032&replay=true](https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?tid=1475286458#/learn/content?type=detail&id=1264883513&cid=1304549032&replay=true)

分液漏斗的振荡及开关活塞的方法：



液体的干燥

实验步骤

1. 取两个三角烧瓶，洗一下吹干
2. 加入给的有机物，再适量加入一小勺干燥剂（1/10），震荡，盖上塞子，静置
3. 用倾析法转移液体到另一个三角烧瓶，不要把干燥剂倒出来

[https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?](https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?tid=1475286458#/learn/content?)

[tid=1475286458#/learn/content?](https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?tid=1475286458#/learn/content?)

[type=detail&id=1264883513&cid=1304549033&replay=true](https://www.icourse163.org/learn/HZAU-1466005182?type=detail&id=1264883513&cid=1304549033&replay=true)

