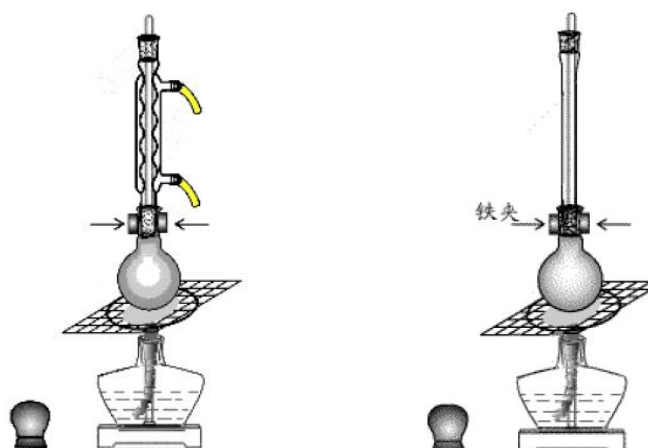


1. 加热回流



安装装置应自下而上，从左到右，拆装置则相反，烧瓶必须用铁架固定瓶颈部位。

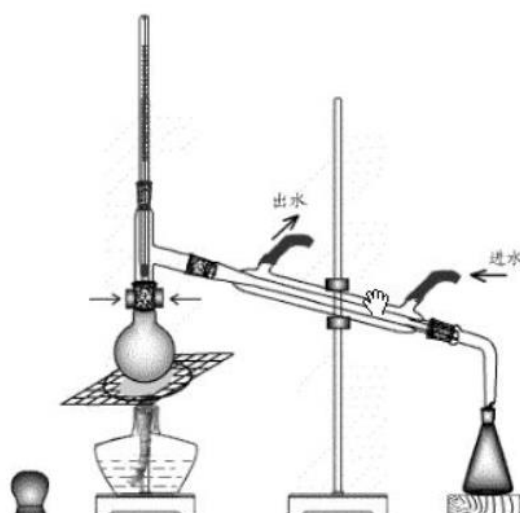
- 用酒精灯外焰加热，根据酒精灯高度定铁圈的高度。
- 根据回流液的沸点选择冷凝管。

球形冷凝管：用于待沸腾物质的沸点低于 140°C

空气冷凝管：用于待沸腾物质的沸点高于 140°C

- 装入圆底烧瓶的液体体积不能超过其溶剂 $2/3$ 。
- 加热前应加入沸石。
- 冷凝管上端不应塞塞子，应和大气相通。
- 如用球形冷凝管，注意冷凝水下进上去（哪端为下？）先开冷凝水再点火
- 如用空气冷凝管，控制空气冷凝管内气柱高度不得超过冷凝管的 $1/2\sim 2/3$

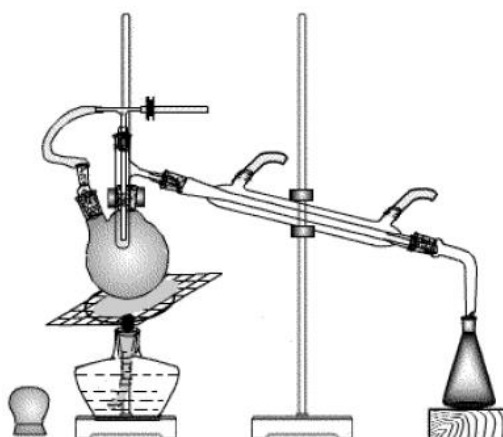
2. 普通蒸馏



- 根据酒精灯火焰的高度定铁圈的高度，用酒精灯外焰加热。
- 安装装置自下而上，从左到右，拆装置则相反。烧瓶和冷凝管必须用铁夹固定。整个装置要求端正，无论从正面或侧面观察，装置中各仪器的轴线都要成一直线，装置牢固，各部分连接处严密不漏气。必要时需用塑料夹夹住磨口玻璃连接处。

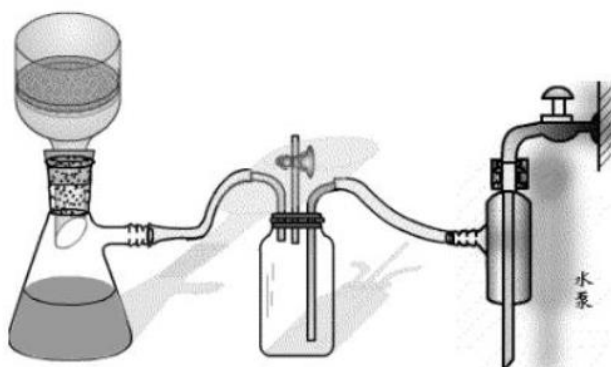
- 加样时，蒸馏烧瓶中的液体体积应占蒸馏烧瓶容量的 $\frac{1}{3}$ ~ $\frac{2}{3}$ 同时不忘加沸石。
- 温度计插入蒸馏头，使水银球的上缘与蒸馏头支管的下缘在同一水平线上。
- 冷凝管中水下进上出。
- 仪器全部装好后，先向冷凝管通入冷却水然后再加热。
- 加热时不要过热，避免蒸馏过快影响组分分离。
- 馏出液的蒸出速度为1~2滴每秒为宜。如果蒸馏时烧瓶内冒白烟，是有机物开始分解，应立即停止加热。烧瓶内液体不能蒸干。
- 蒸馏完毕后，先移走火源，待冷凝管中不再有冷凝液滴下时再关闭冷凝水，拆除装。

3. 水蒸气蒸馏



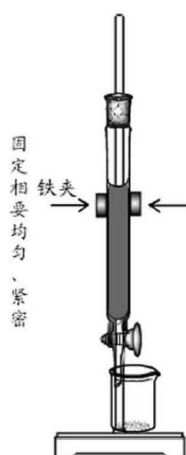
- 在选定的蒸馏试管中装入待蒸馏物，装入量不得超过其溶剂的三分之一
- 两口烧瓶中注入的水量不得超过烧瓶溶剂的三分之二（30~40mL左右即可）
- 两口烧瓶中加入沸石，再开始加热
- 按照装置图自下而上，从左到右依次装配各件仪器。各仪器的中轴线应在同一平面
- 打开T形管上的止水夹，点燃酒精灯，并用外焰加热
- 当T形管开口处有水蒸汽冲出时开启冷却水，夹上止水夹，水蒸汽蒸馏即开始
- 当T形管中的液体迅速上升时，应打开止水夹，防止倒吸
- 待分离的有机液体体积不能超过蒸馏试管溶剂的二分之一（易剧烈沸腾），若超过停止水蒸汽蒸馏，将之倒出一部分再继续
- 蒸馏结束时应先打开止水夹，再移走火源，稍冷后关闭冷凝水，取下接受瓶

4. 减压抽滤



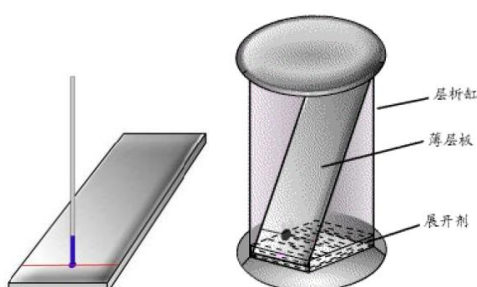
- 装置搭建时注意使漏斗下端斜口正对吸滤瓶的支管口，抽滤瓶与水泵之间应有安全瓶连接防止倒吸。抽滤瓶需固定在铁架台上进行抽滤操作。
- 将滤纸剪成直径略小于布氏漏斗内径的圆形，将漏斗的小孔全部覆盖。需垫双层滤纸避免抽滤过程中滤纸抽破。
- 将滤纸放入布氏漏斗并用水润湿，慢慢打开抽气泵，微微抽气使滤纸紧贴，再用玻璃棒向漏斗内转移固液混合物。
- 加入漏斗中的液体量不超过漏斗溶剂的2/3。
- 可用少量溶剂洗涤烧杯中的残余物。当布氏漏斗下端不再有液体滴下时停止抽滤。注意拆装置的顺序应先打开安全瓶阀门再移走橡皮管，最后关闭水泵电源。

5. 柱色谱



- 取一层析柱，将少许脱脂棉放入层析柱底部，轻轻塞好。关闭活塞，垂直于桌面固定于铁架台上。实验室有两种层析柱，注意根据柱体积选取合适的固定相质量，一般考试时会告诉大家需要加多少克固定相粉末。
- 称取所需量的微晶纤维素粉倒入小烧杯中，加15mL 95%乙醇，充分搅拌成糊状物，搅拌下慢慢加入层析柱中，边加边用洗耳球敲打柱身，纤维素糊状物加完后如有固体粘附在壁上再用少量乙醇清洗内壁，敲打上层，使表面尽可能平整。
- 打开活塞，控制液体流速约1滴/秒，将柱内的固定相装得均匀，高度大致4~5cm
- 待柱中溶剂液面下降至接近吸附剂平面时，加入混合染料3~4滴，打开活塞使染料完全进入吸附剂，再少量多次加入95%乙醇进行洗脱
(考试进行到加燃料这一步就结束)

6. 薄层色谱



薄层层析板的制备

取两块载玻片，洗净晾干备用。称取2.5g GF254硅胶于洁净小烧杯中，加入7mL蒸馏水，用玻璃棒同向搅拌成均匀糊状，均匀倾注到载玻片上，用大拇指和食指捏住载玻片一端边缘水平在桌子或烧杯边缘轻敲另一端，使硅胶均匀涂布在载玻片上，平放自然晾干，然后放入烘箱中于110℃左右活化1小时，烘箱中自然冷却备用。（考试时无需烘干，监考老师会示意你使用一块已烘干的薄板）

- 板应平滑无气泡、均匀，厚度在0.25~1 mm之间。
- 强调铺板要一次成形，不能用玻璃棒在薄板表面涂抹硅胶。

点样

用一根内径1mm的毛细管吸取提取液适量，轻轻点在距薄层板一端1cm处，斑点直径不要超过2mm。

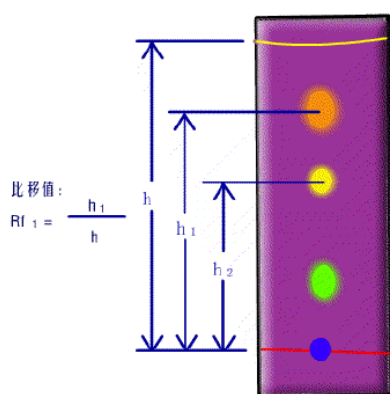
- 点样前硅胶层侧面边缘作记号，距薄板下端约1cm处作为展开起点。不能用铅笔直接在硅胶层上画。
- 点样量要适量，量太少时有的成分不易显出；量太多时，易造成斑点过大互相交叉或拖尾。可让学生反复在一个点点样三到四次。
- 垂直于薄板平面点样，毛细管口液滴刚好接触薄层板即可，不要点样过重戳坏薄板。

样品的展开

向洁净层析缸中倒入约2mL展开剂（丙酮：石油醚=3:7体积比），将已点样的薄层板小心置于层析缸中（点样端在下端），盖好盖子防止展开剂挥发。当溶剂润湿前沿上升到距离薄层板上端约1cm时，取出薄层板，迅速在溶剂前沿处做一记号，晾干。

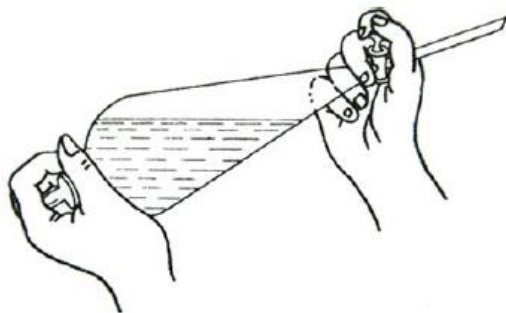
- 层析缸在展开前不要用水清洗，只能用展开剂润洗。
- 展开剂的液面高度不能超过点样基线。
- 某些学生观察不到溶剂前沿，可提示其从板载玻片的背面观察。
- 展开时必须盖上层析缸盖子，并静置在桌面上展开。
- 取出薄板后要立即标记溶剂前沿位置以防溶剂挥发后无法判断前沿高度。

计算 Rf 值



会解释薄层色谱的原理，Rf 值与鉴别物质的关系，Rf 值的意义。

7. 液液萃取



- 使用分液漏斗前应检漏，若漏水则涂凡士林或换一只新的。
- 振荡时使上口斜朝下，下口斜向上并指向无人处，右手捏住上口颈部，并食指紧压玻璃塞，左手握住活塞套，食指压住活塞柄。
- 振荡后放掉二氧化碳气体
- 分液时，应将分液漏斗固定在分液漏斗架上静置
- 等待几十秒后界面清晰时开始分液。下层液由分液漏斗下口慢慢放出，上层液体则由分液漏斗上口倾倒入。
- 若发生乳化作用或分层不明显，一般可加入NaCl等电解质溶液洗涤。

思考所需的有机相是在上层还是下层？

举几个有机溶剂密度比水小/大的例子。

8. 液体的干燥

- 取两个干净并且干燥的锥形瓶。考试时不要去问老师这个锥形瓶是否干净干燥，老师是不会回答你的，考点就是要让大家自己去洗干净锥形瓶，并且用电吹风去吹干锥形瓶中的水。
- 适量加入无水硫酸镁干燥剂。（该加多少？如何判断加多加少？怎么加？我上课时讲过）
- 塞好塞子，振荡、静置至液体澄清透明。
- 用倾析法将干燥剂和液体分离。

要点：洗瓶子、电风吹瓶子、加干燥剂量、塞塞子、静置等待干燥

有机试验复习：

所有的考点都是平时实验自己亲手做过、搭建过的装置，考试的目的是检验大家能否独立搭建装置，是否知晓玻璃仪器的名称和用途，是否理解试验原理。

操作完成后监考老师会进行相关实验操作的提问，问题是随机多样化的，占一定的考试分数比例。

此外大家操作考试时需沉着冷静，仪器轻拿轻放，严格遵守实验安全规章制度，并保持好台面及仪器的清洁。

祝大家考出好成绩！