

高等学校教学用书

简明有机化学 实验指南

B. B. 涅克拉索夫著

一
二
三
四
五
六
七
八
九
十
十一
十二
十三
十四
十五
十六
十七
十八
十九
二十
二十一
二十二
二十三
二十四
二十五
二十六
二十七
二十八
二十九
三十
三十一
三十二
三十三
三十四
三十五
三十六
三十七
三十八
三十九
四十
四十一
四十二
四十三
四十四
四十五
四十六
四十七
四十八
四十九
五十
五十一
五十二
五十三
五十四
五十五
五十六
五十七
五十八
五十九
六十
六十一
六十二
六十三
六十四
六十五
六十六
六十七
六十八
六十九
七十
七十一
七十二
七十三
七十四
七十五
七十六
七十七
七十八
七十九
八十
八十一
八十二
八十三
八十四
八十五
八十六
八十七
八十八
八十九
九十
九十一
九十二
九十三
九十四
九十五
九十六
九十七
九十八
九十九
一百

商务印书馆

143
50-657
173
高等學校教學用書



簡明有机化学实验指南

B. B. 涅克拉索夫著
余仲建譯

商務印書館

001044

.....

本書係根據蘇聯化學出版社 (Государственное научно-техническое издательство химической литературы) 出版的涅克拉索夫 (В. В. Некрасов) 所著“簡明有機化學實驗指南”(Руководство к малому практикуму по органической химии) 1950 年版譯出。原書經蘇聯高等教育部審定為高等學校教學參考書。

全書共十六章包括 214 個實驗。原書係根據蘇聯各種類型的高等學校的教學大綱和教學計劃編著的，供高等學校教員與學生教學之用。

簡明有机化学实验指南

余仲建譯

★版權所有★

商務印書館出版

上海河南中路二一號

(上海市書刊出版業營業許可證出字第〇二五號)

新華書店總經售

商務印書館印刷廠印刷

上海大馬路第一九〇號

(13017·11)

1954 年 1 月初版

開本 850×1168 1/32

1956 年 5 月 3 版

字數 206,000

1956 年 7 月上海第 2 次印刷

印數 11,001—13,000

印張 6 15/16

定價 (8) 半 0.80

序 言

各種類型的高等學校的教學大綱，和教學計劃中都規定有“簡明有機化學實驗”。在不以化學為主的學校中，例如師範學院，農業學院，醫學院和某些工學院等，學生的有機化學實驗課程或是限於這種實驗，或是再補充一些典型的有機合成或生物化學實驗。在以化學為主的學校中簡明有機化學實驗常常作為進行大的有機合成的開端。

關於簡明有機化學實驗方面的實驗指南目前還沒有。在 1928—1930 年曾經出版過 В. М. Платковская 和 А. В. Степанов 所著的篇幅不大的參考書和在 1934 年出版過簡短的 Голлеман 所著的“簡單的有機化學實驗”的譯本。這些書本身已不合於目前的需要，而且現在已經絕版。

本書是參照現行的師範學院，農業學院和醫學院的有機化學教學大綱和教學計劃編輯的。書中的實驗是按有機化合物的主要的類型彙輯成章，每章中包括實驗所用的物質的備考知識、每一實驗的詳細步驟和反應過程的簡短的理論解說。

所引用的實驗都在著者的指導下曾在各高等學校實地實踐過。有些實驗是著者所設計的；其餘的都經過釐訂，其中有許多經過徹底的修改。

本書中羅列的實驗數目比一般的實驗大綱中所容納的要多得多，這樣可以從本書中選擇適於該類型的高等學校所用的實驗。

一切對於本書的願望、批評和指示，作者都將接受並致謝意。

涅克拉索夫

附：「實驗室中意外事故的預防和消除的辦法」

不論作那一個實驗必須先精讀實驗的內容，準備好所用的儀器和材料後才可着手進行。在實驗桌上除了儀器和藥品外只能放一本實驗記錄本供作記錄之用，教科書最好放在抽屜裏。

試管或其他的玻璃儀器要很小心的，逐漸加熱。放在燈焰或鐵絲網上加熱以前應當把外面擦乾以免炸裂。煮沸任何液體時都不要把容器的上口朝向自己或旁邊的人。在加熱濃酸時最好能戴上眼鏡。

使用乙醚、苯、酒精和其他容易揮發的液體時都要遠離燈火。萬一不慎它們在燒杯、蒸發皿或其他的容器中燃燒起來時，用玻璃板、磁板、金屬板或就用木板把它們蓋上後，通常火就可以熄滅。如果燃着的液體倒在桌上或地板上時，用乾砂撲滅。在每一個實驗室經常都要儲備砂子，把它們連同小鏟放在箱子裏。不論甚麼時候都不應該想把火吹滅。

輕微的灼傷可以在灼傷的地方塗上甘油或敷上酒精棉。較重的灼傷立刻用滿蘸飽和苦味酸溶液（或飽和高錳酸鉀溶液或 50% 沒食子鞣酸溶液）的棉花或紗布貼上。用這種方法通常可以很快止痛，並可防止起泡。

酸或碱洒在皮膚上或衣服上時要趕快用很多的水沖洗那個地方。然後再用 3% 碳酸氫鈉溶液（洒的是酸時）或 1—2% 醋酸溶液（洒的是碱時）沖洗。被酸或碱所致的嚴重的創傷；在洗完後需要用繃帶沾上一種上述處理火傷的溶液加以包敷。

酸液或碱液濺在眼中時先用水洗，然後再用碳酸氫鈉（如果濺的是酸）或用飽和硼酸溶液（如果濺的是碱）沖洗。

被玻璃割傷時，先把傷口中的碎玻璃屑取去，塗擦碘酒後包紮。

以上所列的各種應急的藥品和包裹傷口用的物品一定要放在實驗室裏和專門的小櫃子裏。

實驗室中發生任何意外事故時，學生除了立刻採用必要的措施外，同時也要向教員或助教請示。

目 錄

序言 (附: [實驗室中意外事故的預防和消除的辦法])

第一章 關於簡明有機化學實驗的概說..... 1

第二章 有機化合物的提純・有機化合物的物理常數的測定・
元素定性分析..... 3

1. 結晶..... 3

2. 用混合溶劑結晶..... 4

3. 萃取..... 5

4. 二種液體的混合物的分餾..... 7

5. 水蒸氣蒸餾..... 13

6. 熔點的測定..... 14

7. 有夾雜物存在時熔點的改變..... 17

8. 沸點的測定..... 18

9. 藉樟腦熔點的降低測定分子量..... 20

10. 有機化合物中碳與氫的鑑定..... 22

11. 有機物中氮、硫和鹵素的鑑定..... 22

第三章 飽和烴和不飽和烴..... 25

原 料

12. 烴與溴素的作用..... 26

13. 用高錳酸鉀氧化烴 (E. E. Вагнер 反應)..... 28

14. 烴與濃硫酸的作用 (烯烴的聚合作用)..... 29

15. 烴與濃硝酸的作用..... 29

16. 甲烷的製備和它的性質..... 30

17. 乙烯的製備和它的性質..... 31

18. 乙炔的製備和它的性質..... 32

19. 乙炔的金屬衍生物的生成..... 33

第四章 烷烴的鹵代物..... 34

原 料

20.	溴代乙烷的製備	35
21.	鹵代物與鹼的作用	36
22.	鹵代物與硝酸銀的酒精溶液的作用	37
23.	鹵代物與金屬鈉在酒精溶液中作用使鹵素脫下 (A. B. Степанов 法)	37
24.	哥仿和四氯化碳與鹼的反應	38
25.	哥仿的純度的檢驗	40
26.	溴仿的製備	41
27.	黃碘的製備	41
第五章 醇, 醚和無機酸的酯		43

原 料

28.	從酒精的水溶液中鹽析酒精	43
29.	酒精中含水的檢驗和酒精的去水	44
30.	醇鈉的生成與水解	44
31.	硫酸氫乙酯的生成和它的性質	45
32.	異戊醇與硫酸的反應	46
33.	乙醚的生成	47
34.	用重鉻酸鉀氧化酒精	48
35.	用重鉻酸鉀氧化異戊醇	48
36.	用高錳酸鉀氧化乙醇	49
37.	酒精中夾雜的甲醇的檢驗	49
38.	由乙醇生成黃碘	50
39.	甘油的脫水	51
40.	多元醇與氫氧化銅的反應	52
41.	乙醚的純度的檢驗	53
42.	乙醚與酸的作用 (銀鹽的生成)	54
43.	醚和其他含氧的化合物與碘和它的鹵素衍生物的鑑別	55
44.	亞硝酸乙酯的製備和它的性質	56

第六章 醛和酮 57

原 料

45.	由酒精的氧化以製備乙醛溶液	57
46.	醇去氫生成醛 (醇的去氫作用)	58
47.	用醛還原銅的化合物	59
48.	用醛還原銀的化合物	60
49.	醛與洋紅試劑的反應	61

50. 乙醛在碱溶液中的縮合作用.....	62
51. 烏洛托賓的製備和它的性質.....	63
52. 丙烯醛（在溶液中）的製備和它的反應.....	64
53. 丙酮（在溶液中）的製備.....	65
54. 丙酮肟的製備.....	66
55. 丙酮的溴代作用.....	67
56. 丙酮與亞硫酸氫鈉的反應.....	67
57. 丙酮與亞硫酸鈉的反應.....	68
58. 丙酮與五氯化磷的反應.....	69
59. 由醛或酮生成黃碘.....	70
第七章 脂肪族的羧酸和羧酸.....	71

原 料

60. 各種酸和它們的鹽在水中的溶解度.....	72
61. 酸的電離度的比較.....	72
62. 用別種酸從酸的鹽中分解出酸.....	73
63. 酸的中和當量的測定.....	75
64. 有機酸在氧化難易上的差別.....	76
65. 羧酸與氯化鐵的反應.....	76
66. 用草酸製備蟻酸.....	77
67. 蟻酸的氧化作用.....	78
68. 蟻酸銀的分解.....	78
69. 蟻酸汞的分解.....	79
70. 用濃硫酸分解蟻酸.....	79
71. 醋酸鐵的生成和水解.....	80
72. 醋酸鹽在加熱時的分解.....	80
73. 用蟻酸鹽製備草酸鹽.....	81
74. 草酸在加熱時的分解.....	81
75. 用硫酸分解乳酸.....	82
76. 在酸性溶液中氧化乳酸.....	82
77. 酒石酸氫鉀與酒石酸二鉀.....	83
78. 酒石酸鹽與氫氧化銅的反應.....	84
79. 酒石酸銀的生成和分解.....	84
80. 檸檬酸的分解產物.....	85
81. 油酸異構為伊禮酸.....	86

第八章 酸的衍生物, 油脂和肥皂 87

原 料

82. 酯的生成和水解.....	87
83. 氯化乙醛與水和醇的反應.....	88
84. 醋酸酐與水和醇的反應.....	89
85. 油脂分解時丙烯醛的生成.....	90
86. 油脂用鹼水皂化.....	90
87. 油脂用鹼在酒精與水的混合液中皂化.....	91
88. 肥皂的溶解度與複分解反應.....	92
89. 肥皂的水解.....	93
90. 肥皂的乳化作和洗濯作用.....	93
91. 從肥皂得出脂肪酸.....	94
92. 油脂的不飽和度的測定.....	95

第九章 碳水化合物(醣類)..... 96

原 料

93. 碳水化合物與 α -萘酚的一般反應.....	97
94. 碳水化合物與濃硫酸的反應.....	97
95. 氧化多元醇生成醣.....	98
96. 葡萄糖酸的生成.....	99
97. 醣與鹼溶液的反應.....	100
98. 糖與銅鹽在鹼溶液中的反應.....	101
99. 糖與酒石酸銅絡合物的反應 (Фелинтов 溶液).....	102
100. 糖與氧化銀的氨水溶液的反應.....	103
101. 由六碳糖生成戊酮-[4]-酸-[1].....	103
102. 用溴水氧化單醣.....	104
103. 用碘素氧化醛醣和酮醣.....	105
104. 由於去氫作用的結果糖被氧化.....	106
105. 葡萄糖在醛脂溶液中被空氣氧化.....	107
106. 醣的 Селиванов 反應.....	108
107. 醣鈣的生成和它的性質.....	109
108. 蔗糖的水解(轉化).....	110
109. 用乳糖製備黏酸.....	111
110. 澱粉的反應.....	112
111. 糊精的生成和它的反應.....	113

112. 用酸水解澱粉.....	113
113. 澱粉在唾液的作用下水解.....	114
114. 纖維素在銅氨試劑中的溶解.....	115
115. 纖維素變為粉纖維(羊皮紙的製備).....	116
116. 用酸溶解和水解纖維素.....	116
117. 硝酸纖維的製備.....	117
118. 由五碳膠生成糠醛.....	119
119. 木素的顏色反應.....	120
第十章 芳香烴, 芳香烴的鹵代物和硝基物	121
原 料	
120. 芳香烴的溴代作用.....	121
121. 觸媒對芳香烴的溴代的過程的影響.....	122
122. 在各種類型的鹵代芳香烴中鹵素的活潑性.....	124
123. 芳香烴的氧化度.....	125
124. 芳香烴的磺化作用.....	125
125. β -萘磺酸的製備.....	126
126. 硝基苯的製備.....	127
127. 間-二硝基苯的製備.....	127
128. 甲苯的硝代作用.....	128
129. 硝基萘的製備.....	129
130. 有氯化鋁存在時芳香烴與鹵代物的縮合作用.....	130
131. 萘的苦味酸鹽的生成和分解.....	130
第十一章 苯酚類與萘酚類	132
原 料	
132. 苯酚類和萘酚類的溶度和酸性.....	132
133. 酚鹽的生成和分解.....	132
134. 苯酚在非水溶液中的溴代作用.....	134
135. 溴水與酚的反應.....	134
136. 苯酚類和萘酚類與氯化鐵的反應.....	136
137. 苯酚和萘酚的氧化度.....	137
138. 用空氣中的氧氣氧化苯三酚-[1, 2, 3].....	138
139. 苯酚和萘酚的磺化作用.....	138
140. 硝基苯酚的製備和它的性質.....	139
141. 2, 4, 6-三硝基苯酚(苦味酸)的性質.....	140

142. 苦味酸的還原	141
143. 酚的亞硝代反應	142
144. 萘酚苦味酸鹽的生成	143
145. 苯酚與甲醛的縮合作用	143

第十二章 芳香醛、芳香酮和芳香酸 145

原 料

146. 苯甲醛的亞硫酸氫鈉加成物的生成	145
147. 苯甲醛肟的生成	145
148. 苯甲醛與鹼的作用 (Канницзаро-Тищенко 反應)	147
149. 苯甲醛的氧化作用	148
150. 苯甲醯氯的生成	148
151. 苯甲醯氯的水解	149
152. 醇和苯酚的苯甲醯化作用	150
153. 苯甲酸與水楊酸的電離度的比較	150
154. 苯甲酸和水楊酸與氯化鐵的反應	151
155. 苯甲酸和水楊酸與溴素的反應	152
156. 苯甲酸和水楊酸的氧化度的比較	153
157. 水楊酸的硝代作用	153
158. 水楊酸的熱分解	154
159. 芳香酸的酯的生成和分解	155
160. 阿斯匹靈的水解	155
161. 肉桂酸的氧化作用	156
162. 沒食子酸和沒食子鞣酸的反應	156
163. 對-苯醌和對-苯醌合對-苯二酚的生成	157
164. 用蔥製備蔥醌	158
165. 蔥醌的還原	159
166. 茜草素的反應	160

第十三章 芳香胺和亞硝基物、酞和三苯甲烷染料 161

原 料

167. 苯胺的製備	162
168. 苯胺鹽的生成和分解	163
169. 苯胺的氧化作用	164
170. 苯胺的溴代作用	165
171. 異脲的生成	165

172. 苯胺的重氮化作用	166
173. 苯酚的生成(羥基取代重氮基)	168
174. 偶氮染料的生成	169
175. 二苯胺鹽的生成和水解	171
176. N-亞硝基二苯胺的製備	172
177. 對-亞硝基-N, N-二甲基苯胺的製備	172
178. 對-亞硝基苯酚的製備	173
179. 亞硝基物的反應	175
180. 用碱分解對-亞硝基-N, N-二甲基苯胺	177
181. 酞的生成	178
182. 酞酐的碱金屬鹽	179
183. 螢光黃的溴代作用	180
184. 假洋紅和甲基紫與酸和碱的反應	181
185. 金紅的生成	182

第十四章 醯胺 184

原 料

186. 苯甲醯胺的製備	184
187. 脲鹽的生成	185
188. 醯胺的水解	185
189. 脲與亞硝酸的反應	186
190. 脲與次溴酸鹽的反應	187
191. 脲在加熱時的分解	188
192. 脲與苯胺的縮合作用	189
193. 苯胺的乙醯化作用	190
194. 苯胺的苯甲醯化作用	191

第十五章 雜環化合物 192

原 料

195. 用丁二酸製備吡咯	192
196. 吡咯的反應	194
197. 噻吩的反應	195
198. 靛藍的磺化作用	196
199. 靛胭脂的氧化作用	196
200. 靛藍用作染料	197
201. 脲酸的紫螺酸鹽的反應	198

202. 菸鹼的反應.....	199
203. 美藍的生成.....	199

第十六章 蛋白質..... 202

原 料

204. 蛋白質對酸和鹼的關係.....	203
205. 用濃的無機酸沈澱蛋白質.....	204
206. 從溶液中鹽析蛋白質.....	204
207. 蛋白質在加熱時的塊結作用.....	205
208. 用重金屬鹽沉澱蛋白質.....	206
209. 用生物鹼試劑沉澱蛋白質.....	207
210. 用苯酚和福馬林沉澱蛋白質.....	207
211. 蛋白質的式縮脲反應.....	208
212. 蛋白質的硝酸汞反應.....	209
213. 蛋白質的黃蛋白反應.....	209
214. 用鹼分解蛋白質.....	210

第一章 關於簡明有機化學實驗的概說

高等學校中設立簡明有機化學實驗的基本目的是使學生藉實驗以熟識各種類型的有機化合物的反應和通性，並熟悉它們的重要的典型化合物的個性。這種實驗課程通常與有機化學的講演課相輔而行，這樣頗能促使學生順利的了解理論方面的材料。在許多高等學校中簡明有機化學實驗或用作進行與有機化學實驗有關的專業課程——生物化學，農業化學，藥物化學和化學工藝學等——的實驗的預備階段，或是用作進行大的有機合成的預備階段，這種有機合成是在有機化學課程學完後進行的。

學生在作簡明有機化學實驗時考察許多有機化合物的性質，並在實驗過程中直接製出和分離出它們。所以在這些工作中學生已熟習一些合成的方法，並且也會分離，提純和鑑定有機物。

所有的實驗的特點是只用很少的物質，這樣能大大的節省藥品，在許多情況下也簡化了所用的儀器。但實驗的意義和效果絕不降低。同時用小量物質操作時需要精密，小心和清潔，也就養成學生的實踐習慣，有益於以後作任何課程的實驗。

作簡明有機實驗的實驗室設備可以非常簡單，大多數的實驗可在普通的試管中進行，少數需用燒瓶，蒸發皿和燒杯。在許多情況下——蒸餾容易揮發的物質或製備氣體產物——須用裝有嚴密導管的試管（見圖 8, 13 頁）。試管放在有 10—12 凹槽的普通的木試管架上。加熱試管時或是直接用煤氣燈或酒精燈加熱，或是浸在水浴中加熱，即將試管放在盛水的金屬鍋中加熱。水浴中最好裝上有凹槽的板以安放試管。在許多情況下需用砂盤加熱。水浴和砂盤可放在燈焰上，電爐上或火爐上加熱。

迅速冷卻起過反應的混合物或蒸餾液時通常就在操作地點用盛有冷水的（有時用冰或雪）燒杯進行。因為蒸餾液體時數量很小，在大多數的情況下不必要使用冷凝器，實驗桌上也不必裝有水龍頭和水槽；這樣大大便於佈置實驗室中作實驗的地點。

在每一個作實驗的地點須備有帶鐵鉗和鐵環的鐵架。

在所有的實驗中凡能稱定所用的物質和產物的重量者都要加以稱定，因此實驗室中須備有幾架天秤（感量 0.01 克）。液體的物質（通常比重已知）便於按體積量取，所以需要備有吸液管（容量 2—5 ml.，刻度最好刻至 0.1 ml.）用以量取液體和作其他的用途（如分離液層等）。小量筒（容量 5—10 ml.，刻度刻至 0.5 ml.）適於用以迅速的量取液體；也可用小試管，在管壁上用小銼刀作刻度或用可以在玻璃上寫字的鉛筆作上刻度後量取液體。

每一個實驗所用的材料和試劑都已在各該實驗中註明；但如濾紙，石蕊試紙，酚酞指示劑等在大多數的實驗中都要使用者則不特別註明。

許多試劑和溶液最好放在帶有滴管的瓶中，或在試劑瓶中裝上一根帶有刻度的吸液管（將吸液管從瓶塞中穿過）。

有些實驗需要在通風櫥中進行，關於這點在書中已經指明。

上課時實驗室中須經常有教員或助教在場。

學生必須帶實驗記錄本，並且當堂立刻把一切實驗和觀察的結果記入本中。頂好是每一個學生單獨進行教員所指定的實驗，並把實驗的結果作成簡短的報告。在許多場合用幾種不同的原料同時進行同一操作和同一反應是非常適當的，然後列成表格將這些物質與所用試劑的關係加以比較。在實驗課開始時教員最好儘量少作解說要求學生能獨立的思考實驗的情況和關於它們的理論方面的知識。在每次實驗的最後或下次實驗時通過口頭提問的方法把已經學過的材料加以概括是很有益的。

每個實驗室中的工作者都應該細心地熟悉預防和消除不幸事件的方法（見序言的背面）。相應的須知要貼在實驗室中明顯的地方。

第二章 有機化合物的提純·有機化合物的物理常數的測定·元素定性分析

本章中所述的每一個實驗都可用非常不同的各種物質進行；在各實驗中所指示的物質(材料)只是比較容易得到和便於操作的。

1. 結晶

材 料： 苯甲酸或草酸。

取 1 克苯甲酸和 50 ml. 水放在容量為 75—100 ml. 的燒杯或燒瓶裏，加熱混合物至開始沸騰時為止，此時苯甲酸已完全溶解。如果熱的溶液渾濁，用摺疊濾紙迅速過濾。把濾液分成二份；將盛有一份濾液的容器浸在冷水中，加以振盪使濾液迅速冷卻；此時苯甲酸呈小結晶析出。把另一份濾液在空氣中慢慢放冷（20—25 分鐘）——析出的苯甲酸形成美麗的大片狀結晶。

用草酸操作時，取 2 克草酸和 5 ml. 水放在試管裏，加熱使草酸溶解，然後把溶液分成二份，按上節所述，以不同的速度冷卻二份的溶液。草酸呈針狀的結晶析出；這裏結晶的大小也視冷卻的速度而定。

把所得的苯甲酸(或草酸)的結晶用小濾紙吸濾；濾紙鋪在嵌有玻璃栓的漏斗中。濾畢不要停止抽氣，用平的玻璃塞把結晶壓乾。然後停止抽氣，用幾滴冷水洗滌濾渣，洗畢再吸乾，把濾渣移到一張濾紙上，夾在濾紙中擰乾。

經重結晶和燥乾後的苯甲酸可留作測定熔點之用(見實驗 6)。

如果所要提純的物質在該溶劑中當高溫和低溫時有大不相同的溶解度者，用結晶法容易提純。例如苯甲酸在水中的溶解度是：18° 時 1 l. 水中溶解 2.7 克，100° 時 1 l. 水中溶解 59 克(即按 1:370 和 1:17 溶解)。

草酸 ($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ 見實驗 60) 的溶解度；在 20° 時 1 l. 水中溶解 140 克，在 100° 時 1 l. 水中溶解 1100 克以上。在冷時容易溶解的物質，當溶劑漸漸蒸發時析出結晶。

用結晶法提純物質時選擇適當的溶劑有決定性的意義。遇有疑問時用小量的物質預作試驗以選用適當的溶劑。

迅速冷卻時照例得出小的結晶，慢慢冷卻時則生成大的結晶。大粒的結晶可作為許多物質在外表上的特徵，但大結晶有時包入母液的液滴。另一方面，小結晶的總表面比大結晶來得大，有時頗能吸附溶液中的雜質。物質越純通常結晶得越好。

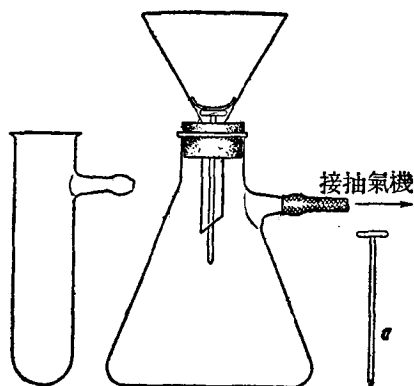


圖 1 吸濾裝置

a—玻璃栓子

用嵌有釘子形的玻璃栓的漏斗（見圖 1）分離小量的結晶質沉澱是很適當的。玻璃栓的製法是在小漏斗中配上一根可以自由穿過漏斗管並且比漏斗管長出 2—3 cm. 的玻璃棒。把玻璃棒的一端放在燈焰中強灼後，在平的金屬板或磁板上壓平使形成一個直徑比漏斗管的斷面的直徑大幾公厘的圓帽。再把玻璃棒的另一端燒圓。把漏斗裝上橡皮塞，插在吸濾器（帶有支管的厚壁錐形瓶或試管）中，吸濾器用橡皮管通過安全瓶連到抽氣機上（水流的，手動的或電動機帶動的抽氣機）。

玻璃栓嵌在漏斗中後，在栓子上面蓋上一張用剪刀剪好的小圓濾紙，此濾紙的直徑比玻璃栓的帽子的直徑要大 4—5 mm。然後用幾滴結晶所用的溶劑打濕濾紙並把濾紙的邊緣緊緊地壓在漏斗壁上。把所要過濾的液體沿攪棒倒在濾紙上，攪棒的末端要靠在濾紙上以免濾紙浮起。然後用這根攪棒將結晶撥到濾紙上。慢慢抽去吸濾器中的空氣進行吸濾。

吸乾後的結晶產物按以下的方法從漏斗中取下。把漏斗連同塞子一併取下，倒扣在一張濾紙或一塊鐵皿上。推下玻璃栓凸出的一端，將濾紙連同沉澱一塊推下。然後用玻璃鉗（Шпатель）將附着在濾紙上的結晶除淨。

2. 用混合溶劑結晶

材 料： 乙醯苯胺（見實驗 193）；

精餾酒精。

取 1 克乙醯苯胺和 5 ml. 酒精放在試管裏。把試管浸在熱水浴中加熱並加以振盪至開始沸騰時，乙醯苯胺完全溶解。然後將一半酒精溶液傾到另一根試管裏，放冷。在餘下的一半的熱的酒精溶液加熱水（12—15 ml.）至稍現渾濁時為止，加熱水時要加以振盪。水加完