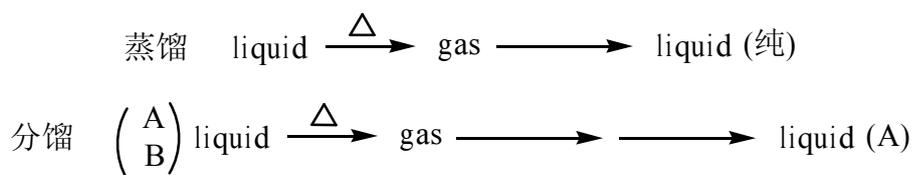


实验一 蒸馏与分馏

一、实验目的

1. 掌握普通蒸馏、分馏的原理和操作方法，了解其意义。
2. 学习安装仪器的基本方法。
3. 学会用常量法测定液态物质的沸点。

二、基本原理



1、蒸馏

(1) 什么是沸点：

每种纯液态有机物在一定的压力下具有固定的沸点，当液态有机物受热时，蒸气压增大，待蒸气压达到大气压或所给定的压力时，即 $P_{\text{蒸}} = P_{\text{外}}$ ，液体沸腾，这时的温度称为液体的沸点。

(2) 液—气—液的过程

蒸馏就是将液态物质加热到沸腾变为蒸气，又将蒸气冷凝为液体这两个过程的联合操作。如果将某液体混合物（内含两种以上的物质，这几种物质沸点相差较大，一般大于 30°C ）进行蒸馏，那么沸点较低者先蒸出，沸点较高者后蒸出，不挥发的组分留在蒸馏瓶内，这样就可以达到分离和提纯的目的。

纯液态有机物在蒸馏过程中沸点变化范围很小（一般 $0.5\text{--}1.0^{\circ}\text{C}$ ）。根据蒸馏所测定的沸程，可以判断该液体物质的纯度。

归纳起来，蒸馏的意义有以下三个方面：

- ① 分离和提纯液态有机物。
- ② 测出某纯液态物质的沸程，如果该物质为未知物，那么根据所测得的沸程数据，查物理常数手册，可以知道该未知物可能是什么物质。
- ③ 根据所测定的沸程可以判断该液态有机物的纯度。

2、分馏

普通蒸馏只能分离和提纯沸点相差较大的物质，一般至少相差 30°C 以上才能得到较好的分离效果。对沸点较接近的混合物用普通蒸馏法就难以分开。虽经多次的蒸馏可达到较好的分离效果，但操作比较麻烦，损失量也很大。在这种情况下，应采取分馏法来提纯该混合物。

分馏的基本原理与蒸馏相类似，所不同的是在装置上多一个分馏柱，使气化、冷凝的过程由一次变为多次。简单地说，分馏就是多次蒸馏。

分馏就是利用分馏柱来实现这“多次重复”的蒸馏过程。当混合物的蒸气进入分馏柱时，由于

柱外空气的冷却，蒸气中高沸点的组分易被冷凝，所以冷凝液中就含有较多高沸点物质，而蒸气中低沸点的成分就相对地增多。冷凝液向下流动时又与上升的蒸气接触，二者之间进行热量交换，使上升蒸气中高沸点的物质被冷凝下来，低沸点的物质仍呈蒸气上升；而在冷凝液中低沸点的物质则受热气化，高沸点的物质仍呈液态。如此经多次的液相与气相的热交换，使得低沸点的物质不断上升最后被蒸馏出来，高沸点的物质则不断流回烧瓶中，从而将沸点不同的物质分离。分馏是分离提纯沸点接近的液体混合物的一种重要的方法。

三、实验准备

仪器：圆底烧瓶（50mL 2 个），直形冷凝管（1 支），接引管（又称牛角管，1 支），锥形瓶（2 个），蒸馏头（1 个），温度计套管（1 个），100℃温度计（1 支），分馏柱（1 支），量筒（50mL，1 个）。

药品：丙酮（20mL），丙酮-水溶液（V/V=1：1，20mL）。

物理常数：

化合物名称	熔点(°C)	沸点(°C)	比重 (d_4^{20})	溶解度 (g/100g 水)
丙 酮	-95.35	56.2	0.7899	∞

四、仪器安装要点

1. 蒸馏烧瓶大小的选择：视待蒸馏液体的体积而定。通常为蒸馏液体的体积占蒸馏烧瓶容量的1/3—2/3。加料时不能直接从蒸馏头上口倒入，应用长颈漏斗或卸下圆底烧瓶加料。

2. 冷凝管的选择

蒸（分）馏用的冷凝管主要有直形冷凝管及空气冷凝管，若被蒸馏物质的沸点低于 140℃，使用直形冷凝管，在夹套内通冷却水。若被蒸馏物质的沸点高于 140℃，直形冷凝管的内管及外管接合处易发生爆裂，故应改用空气冷凝管。

3. 以**热源为基准**，根据由下到上，由左到右（或由右到左）的原则，首先将装有待蒸馏物质的圆底烧瓶固定在铁架台上，然后插入蒸馏头，顺次连接冷凝管、接引管、锥形瓶，最后插入温度计套管和温度计。在同一桌面上，安装两套蒸馏装置时，必须是蒸馏瓶对蒸馏瓶（头对头），或锥形瓶对锥形瓶（尾对尾），避免着火。

4. 温度计水银球的正确位置是：水银球的上端与蒸馏头支管的下侧在同一水平面上，使水银球能完全被蒸气所包围。

5. 冷凝管通冷却水的方向应从冷凝管的下端进水，上端出水，并且上端的出水口应朝上，以保证冷凝管的夹层中充满水。

6. 仪器安装完成后，检查各个磨口是否紧密相连，防止漏气。无论从正面或侧面来观察，全套仪器的轴线都应在同一平面内，铁架台都应整齐地放在仪器的背部，做到美观端正、横平竖直。

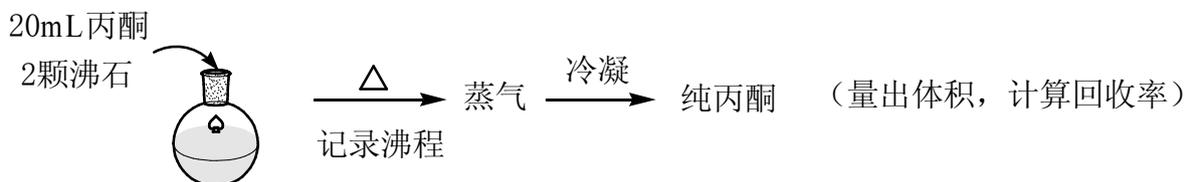
7. 常压蒸馏必须与大气相通，不能把整个体系密闭起来，所以接引管的支管口不能堵塞。用不带支管的接引管时，接引管与接受瓶之间不能用塞子塞住。

8. 接受瓶可以用锥形瓶或梨形瓶、圆底瓶，但不能用烧杯等敞口的器皿来接受。

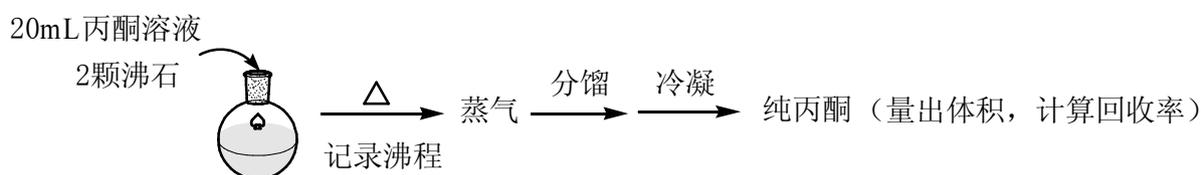
五、实验操作

1、实验步骤：

蒸馏：



分馏：



2、操作要点

(1) 通冷却水：

加热前，先通冷却水。冷却水不必开得太大，以免冲水并浪费水。

(2) 加热：

① 加热前在蒸馏烧瓶中加入 2 颗沸石，以防止液体暴沸，使沸腾保持平稳。如果事先忘记加入沸石，必须等液体冷却后补加，决不能在液体加热到沸腾时补加，否则会产生剧烈的爆沸。如果间断蒸馏，每次蒸馏前都要重新加入沸石。

② 加热速度先快后慢，当液体开始沸腾时，可以看到蒸气慢慢上升，同时液体回流。当蒸气的顶端到达水银球部位时，温度急剧上升，这时更应注意控制加热温度，使温度计水银球上总是保持有液珠，此时，液体和蒸气保持平衡，温度计所显示的温度才是真正的液体沸点。因此必须严格控制加热，调节蒸馏速度，蒸馏时以从冷凝管流出液滴的速度约 1~2 滴 / 秒为宜，而分馏时液滴的速度约 1 滴 / 2~3 秒。

(3) 观察沸点及馏分的收集：

① 蒸（分）馏过程中，在达到收集物沸点之前常有沸点较低的液体先蒸出，这部分馏液称为前馏分或馏头。

② 当温度计的读数稳定时，另换接收瓶截取馏分并记录下这部分液体开始馏出时和最后一滴的温度，即是该馏分的沸点范围（简称“沸程”）。馏分的沸点范围越窄，则馏分的纯度越高；若要截取馏分的沸点范围已有规定，即可按规定截取。

③ 蒸馏时，圆底烧瓶中的液体不许蒸干，残留液至少 0.5mL，否则易发生事故（瓶碎裂等）。

(4) 蒸馏结束：

先停止加热，移开热源，待冷却后，再停止通水，拆下仪器。拆除仪器的顺序与装配仪器顺序相反。

六、实验提问

- (1) 什么是沸点？测沸点有何意义？如果液体具有恒定的沸点，那么能否认为它是单纯物质？
- (2) 什么是蒸馏、分馏？两者在原理、装置、操作方面有何异同？蒸馏的意义？
- (3) 什么是暴沸？如何防止暴沸？
- (4) 蒸馏装置中温度计的位置是怎样的？位置太高或太低对实验结果有何影响？
- (5) 蒸馏速度太快或太慢，对实验结果有何影响？
- (6) 分馏柱的分馏效率的高低取决于哪些因素？