



浙江大学

ZheJiang University

简单蒸馏





浙江大学

ZheJiang University

一、实验目的

- 1、掌握蒸馏的原理和操作要领。
- 2、掌握沸点的测定方法。





二、基本原理

- 液体经加热沸腾成为气体，冷却后变回液体。借此与样品中的其他成分和杂质分离。
- 液体在所处温度下有相应的饱和蒸汽压（达到气-液平衡）。当温度升高，其饱和蒸汽压与外界压力相等时液体便沸腾。





三、操作方法

1、实验仪器和样品

- (1) 玻璃仪器：蒸馏瓶，蒸馏头，温度计，温度计套管，直形冷凝管，接引管，接受瓶
- (2) 加热装置：油浴和调压器或电热套，升降台
- (3) 固定铁夹，冷却水用胶管，沸腾石等
- (4) 样品：95%乙醇（或其他纯的或混合溶剂）





2、实验步骤

- (1) 安装实验装置方向：**自下而上、从左向右。**
- (2) 安装实验装置次序：先固定蒸馏瓶，接着装上蒸馏头、温度计、冷凝管、接引管、接受瓶。在冷凝管的 $1/2$ 至下端 $1/3$ 之间用铁夹固定。
- (3) 整个装置必须**端正、稳固、紧凑**。从正面和侧面看都不倾斜，玻璃磨口连接紧密。





浙江大学

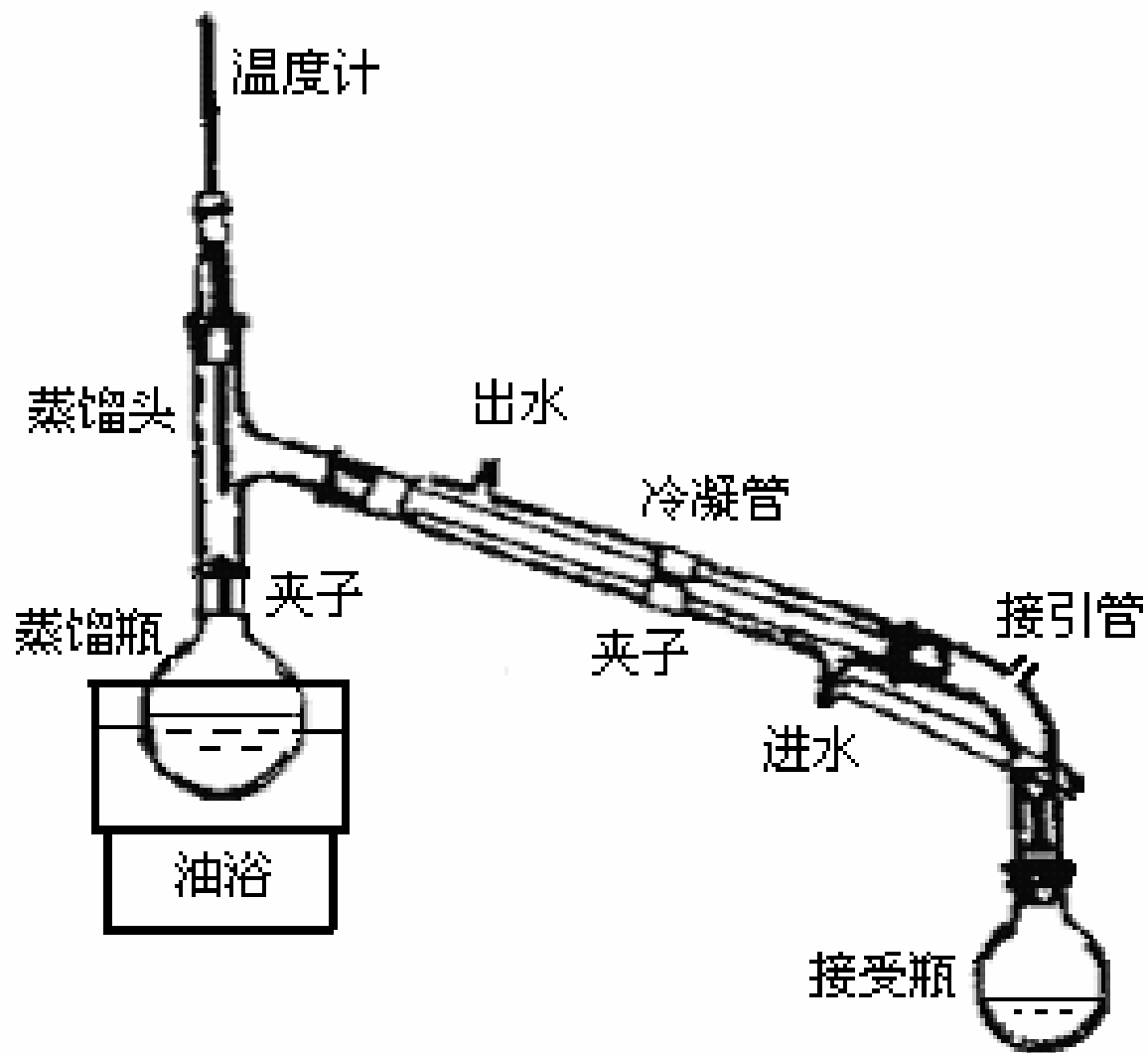
ZheJiang University

- (4) 用胶管连接冷凝管的进出水口，冷却水从低端进、从高端出。
- (5) 通过漏斗将样品的乙醇（先称重或量体积）加到蒸馏瓶中，高度以蒸馏瓶的**1/3到2/3为宜**。并加进1颗沸腾石。装上温度计（**水银球的上线与蒸馏管侧管的下线在同一高度**）。
- (6) 开通冷却水，水流为缓慢流动即可。
- (7) 加热蒸馏瓶，观察温度。





3、蒸馏装置





4、蒸馏

- (1) 随着加热进行，样品的温度升高，蒸馏头上的温度计读数也缓慢升高。在达到乙醇的沸点前会有少量液体蒸出（前馏分）。
- (2) 当温度计读数达到 77°C 时，更换接受瓶。接收**77至79 $^{\circ}\text{C}$ 的馏分**，此留分为纯化的乙醇。
- (3) 控制加热速度使温度计水银球上有液体浸润，达到气-液平衡，并使蒸馏速度为**1至2滴/秒**。此温度也是乙醇的沸点。





5、结束蒸馏

- 如果温度超过79 °C，更换接受瓶并停止加热。
- 不管温度是否超过79 °C，当蒸馏瓶中的样品剩下1ml左右时，停止加热。
- 停止实验时先切断加热电源，撤去热源。稍冷后按**与安装相反的次序**拆装置：停冷却水，取下温度计，取下接引管、冷凝管、蒸馏头等。
- 量纯化的乙醇的体积或称重。





四、相关问题及注意事项

- 1、蒸馏装置必须与外部大气相通，**绝不可成为密闭装置!**
- 2、沸点高于 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的成分的蒸馏用空气冷凝管。
- 3、用蒸馏法分离混合液体，不同组分的沸点差应大于 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。否则分离效果不佳。
- 4、用磨口温度计则不需温度计套管。但温度计水银球的位置必须正确。
- 5、冷凝管除了装成斜的，还可以装成垂直的。用内冷式（冷却水管盘绕在冷凝管内）的或蛇形（蒸汽冷却部分为蛇形管）冷凝管效率较高。请比较冷凝管斜装和直装的优缺点。
- 6、用蒸馏法浓缩样品且浓缩后样品量很少时，用梨形蒸馏瓶（底部尖形）。



浙江大学

ZheJiang University

- 7、如果不加沸腾石，可能加热到沸点时样品也不沸腾（过热液体）。**此时不可补加沸腾石，以免暴沸。**应停止加热，待样品冷却片刻后再加沸腾石。然后加热蒸馏。
- 8、沸腾石不重复使用。使用过一次后沸腾石表面的毛细管口都被填满，不再起作用。沸腾石也可用一端封闭的玻璃毛细管代替。管口置于被蒸馏的液体中。蒸馏时在管口不断产生气泡，保持均匀的沸腾。
- 9、蒸馏易挥发或有气味的样品时，用胶管连接接受管通气口并引向水槽。接受瓶外可用冰冷却。蒸馏易吸潮的样品时，接受管通气口连接干燥管。





浙江大学

ZheJiang University

相关问题及注意事项

- 样品组分的沸点差小于 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 怎么办？参见“分馏”。
- 沸点太高，难以达到所需操作温度怎么办？参见“减压蒸馏”。
- 希望在较低温度下蒸馏怎么办？参见“旋转蒸发”。
- 挥发性成分含量很低怎么办？参见“水蒸气蒸馏”。





五、思考题

- 1、即使用纯的化合物蒸馏也有前馏分。为什么？
- 2、为什么温度计的水银球位置应在蒸馏头支管的下线高度？太高或太低有什么问题？
- 3、加热速度太慢，即使能蒸馏出样品，温度读数也偏低；反之加热太快（油浴温度太高）温度读数会高于沸点，为什么？
- 4、为什么不能把样品蒸干？
- 5、为什么液体的沸点与外界压力有关？
- 6、地球上的降水循环与蒸馏相似。但是地球上的水还没到沸点也可变成气体，为什么？地表的气流上升到高空能产生云或雨雪，为什么？

