

水蒸气蒸馏

一、实验目的


- ❖ 1、学习水蒸气蒸馏的基本原理。
- ❖ 2、掌握水蒸气蒸馏的基本操作。
- ❖ 3、了解从天然产物中提取有效成分的方法。

二、基本原理

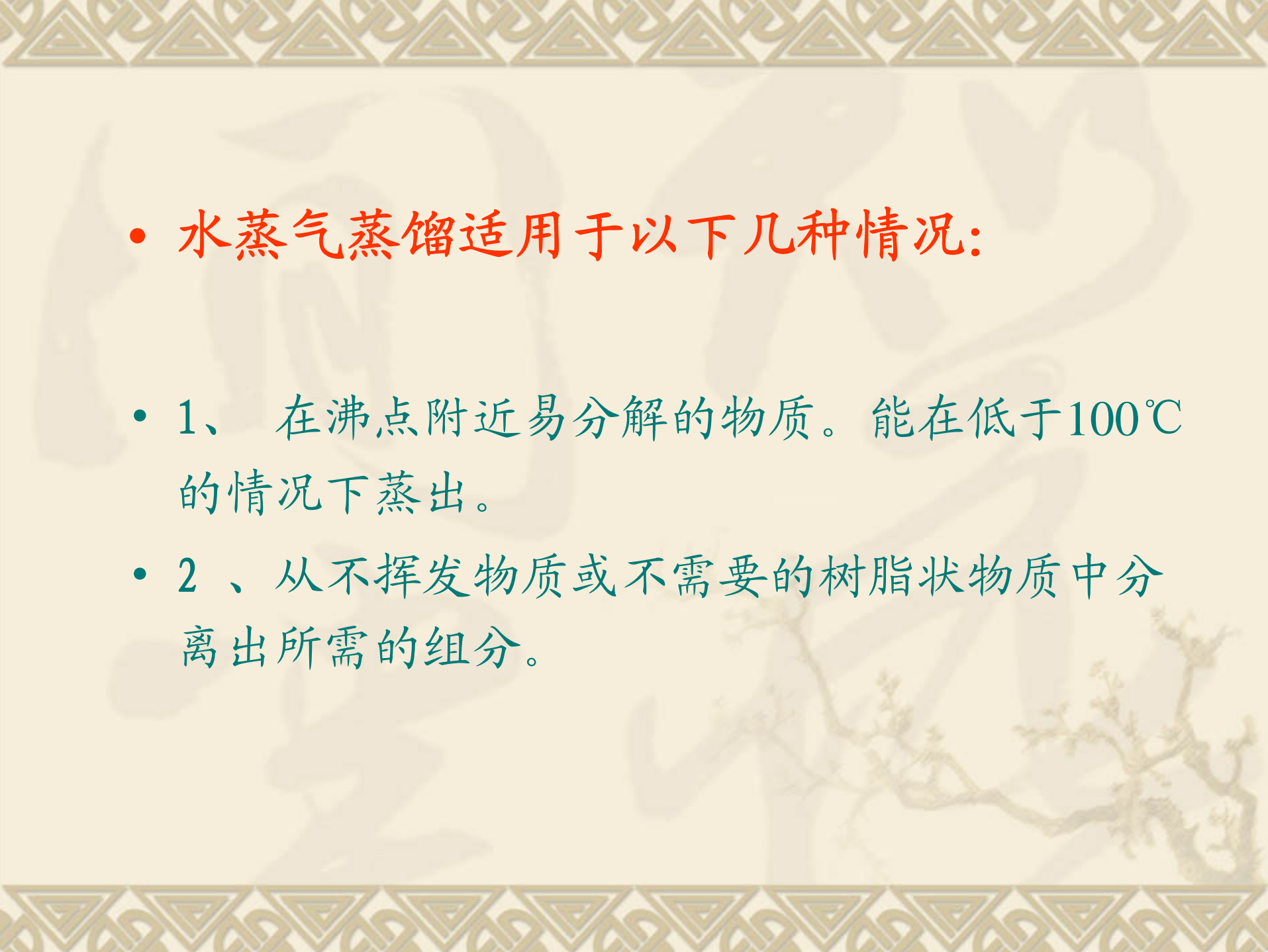
- ❖ 当与水不相混溶的物质与水一起存在时，整个体系的蒸气压，为水的蒸气压和与水不相混溶物质的蒸气压之和。

$$P = P_w + P_o$$

- 当总的蒸气压(P) 等于外界大气压时, 这时的温度即为此混合液的沸点。此沸点必低于任一组分的沸点。
- 在常压下应用水蒸气蒸馏, 能在低于 100°C 的情况下将高沸点组分与水一起蒸出来。



• 水蒸气蒸馏适用于以下几种情况:

- 1、 在沸点附近易分解的物质。能在低于 100°C 的情况下蒸出。
 - 2、 从不挥发物质或不需要的树脂状物质中分离出所需的组分。
- 

$$P_w / P_o = n_w / n_o$$

$$n_w = m_w / M_w, \quad n_o = m_o / M_o$$

$$\begin{aligned} m_w / m_o &= M_w \cdot n_w / M_o \cdot n_o \\ &= M_w \cdot P_w / M_o \cdot P_o \end{aligned}$$

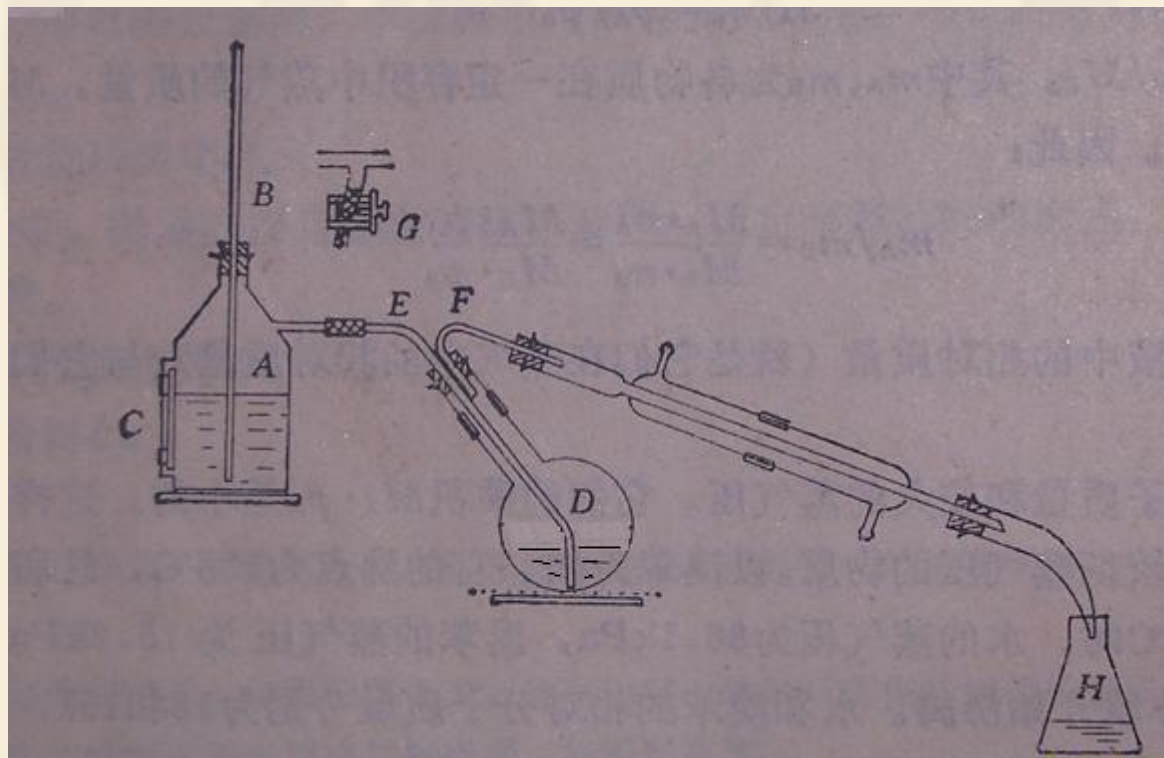
- 两种物质在馏液中的相对质量（即它们在蒸气中的相对质量）与它们的蒸气压和相对分子质量成正比。

• 使用水蒸气蒸馏，被提纯化合物应具备下列条件：

- 1、在沸腾下长时间与水共存不起化学反应。
- 2、在100℃左右，该化合物应具有一定的蒸气压（一般不小于1.33kPa, 约10mmHg）。
- 3、不溶或难溶于水。

三、操作方法

- 1、装置: 从下到上, 从左到右, 横平竖直



1. 水蒸气发生器A $\leq 3/4$ 加入沸石
2. 安全管B插到底部
3. 蒸馏烧瓶D $\leq 1/3$, 45°, 保温
4. 蒸气导入管E伸到瓶底
5. A-D之间距离尽量短
6. 接受器H为小口或磨口瓶, 外部可以冷却

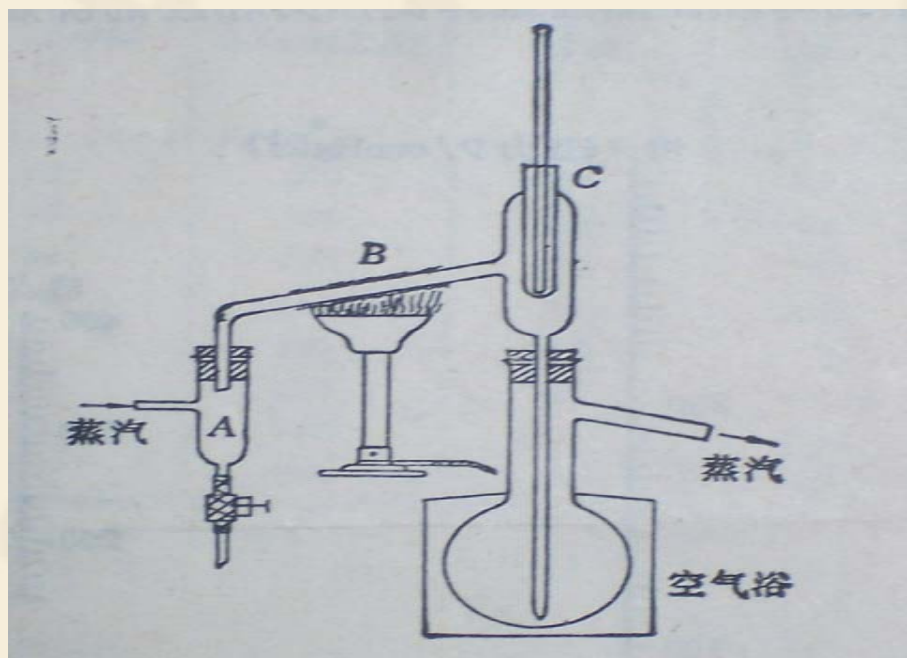
• 2、过热水蒸气蒸馏

- (1) 在什么情况下可以用过热水蒸气蒸馏？
 - 在 100°C 左右蒸气压较低的化合物可利用过热水蒸气来进行蒸馏。

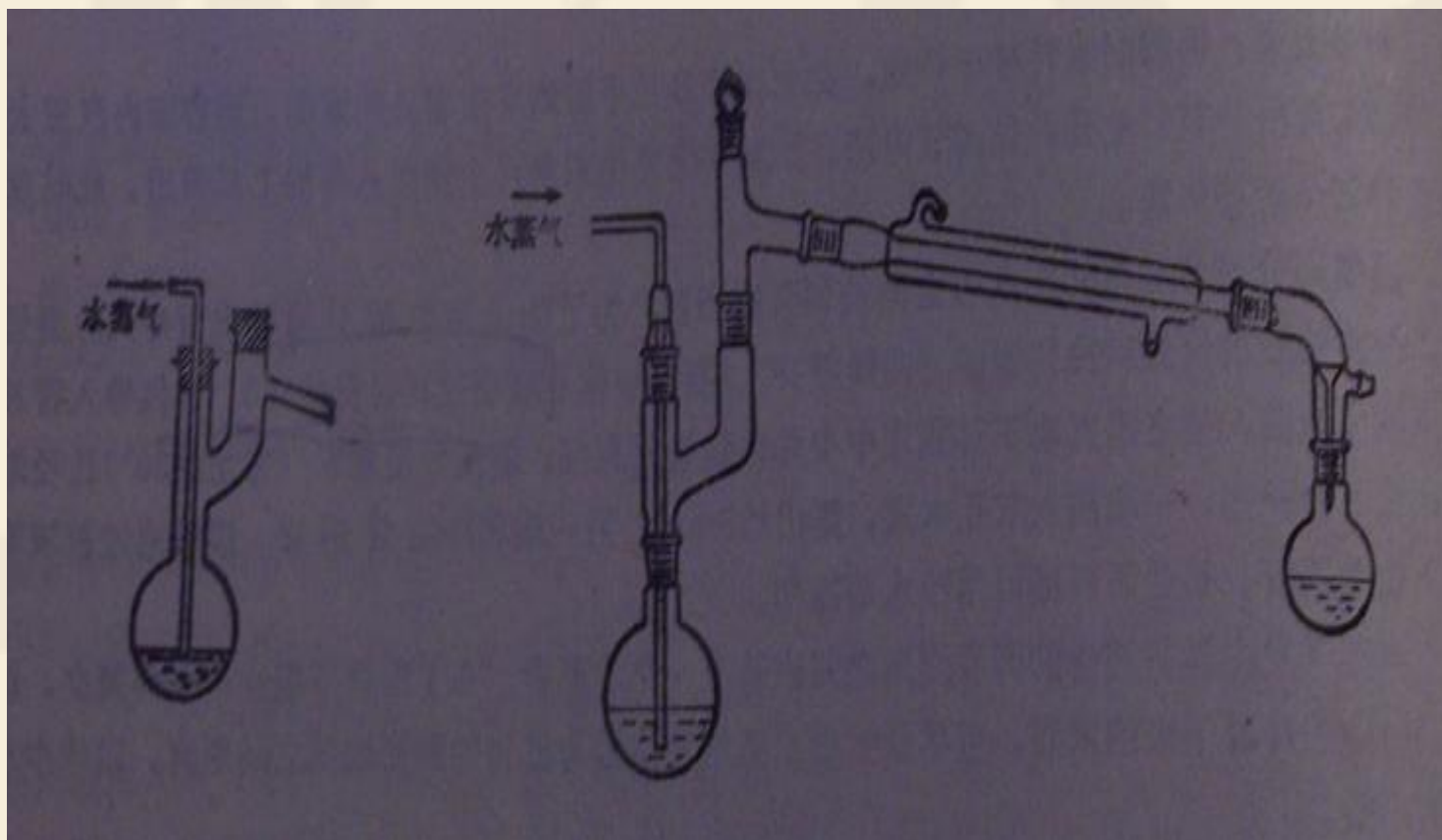
- (2) 过热水蒸气蒸馏操作

- (1) 在T形管G和烧瓶之间串连一段铜管。铜管下用火焰加热，以提高蒸汽的温度。烧瓶再用油浴保温。

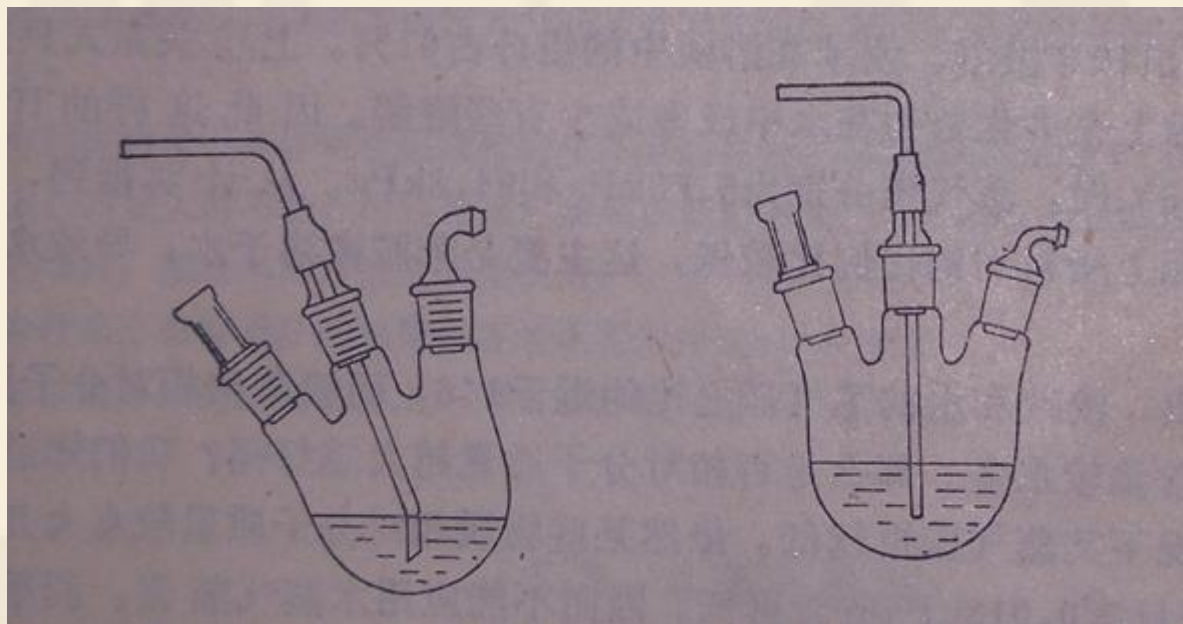
- (2)



- 3、少量物质的水蒸气蒸馏，可以用克氏蒸馏瓶代替圆底烧瓶。如下图：



- 4、可以用三颈瓶代替圆底烧瓶



四、相关问题及注意事项

- 1、进行水蒸气蒸馏时，先将溶液（混和液或混有少量水的固体）至于圆底烧瓶中，加热水蒸气发生器至接近沸腾后将弹簧夹夹紧，使水蒸气均匀进入圆底瓶。
- 2、在蒸馏过程中，如发现安全管B中的水位迅速上升，则表示系统中发生了堵塞。此时应立即打开螺旋夹，然后移去热源。待排除堵塞后再进行水蒸气蒸馏。

- 3、在蒸馏中需要中断或蒸馏完毕后，一定要先打开螺旋夹使通大气，然后才可以停止加热，否则圆底烧瓶D中液体会倒吸入水蒸气发生器中。
- 4、如果和水蒸气一起蒸出的物质具有较高的熔点，冷凝后易于析出固体，应当调节冷凝水的流速，使它冷凝后仍保持液态。万一冷凝管已经被堵塞，应立即停止蒸馏，并且设法疏通。诸如使用玻棒将堵塞的物质捅出来或在冷凝管夹套中灌以热水使之熔出。

- 5、当冷凝管夹套中要重新通入冷却水时，需要小心并且缓慢地流入，以免冷凝管因骤冷而破裂。

五、思考题

- (1) 如何判断水蒸气蒸馏已经结束?
- (2) 溶于水的物质可以用水蒸气蒸馏吗? 为什么?
- (3) 在天然产物提取中, 我们可以用水蒸气蒸馏来获得我们所需要的物质。那么我们是否可以用水蒸气蒸馏除去我们不需要的杂质? 举例说明。