

蒸馏及沸点的测定

杨高升 有机化学教研室

(2007 年 3 月 9 日)

一、实验目的

- 1、了解测定沸点的原理与意义
- 2、学习并掌握蒸馏操作
- 3、学习并掌握常量法（即蒸馏法）测定沸点的方法

二、实验原理

1、沸点 (boiling point, b.p.)

——液态物质的蒸汽压与其所处体系的压力相等时的温度

物质处于沸点时：
● 液态物质沸腾
● 液态与气态平衡

- 纯净的液态化合物在一定的压力下均有固定的沸点
- 不同化合物有不同的沸点
- 沸程范围反映液态物质的纯度

2、蒸馏 (distillation)

——将液态物质加热到沸腾变为蒸气，再将蒸气冷凝为液体的过程

常用术语

- 沸程 始馏温度 ~ 终馏温度
- 馏分 不同温度范围的馏出液
- 前馏分 某一馏分之前的馏出液
- 残留物 最后没有蒸馏出来的物质

蒸馏的用途

- 液体物质的分离与纯化
- 测定化合物的沸点
- 回收溶剂或浓缩溶液



液体化合物的
沸点相差较大
($>30\text{ }^{\circ}\text{C}$)

蒸馏方法

- 常压蒸馏

 - 适于沸点较低且比较稳定的液体化合物

- 减压蒸馏

 - 适于沸点较高或较不稳定的液体化合物

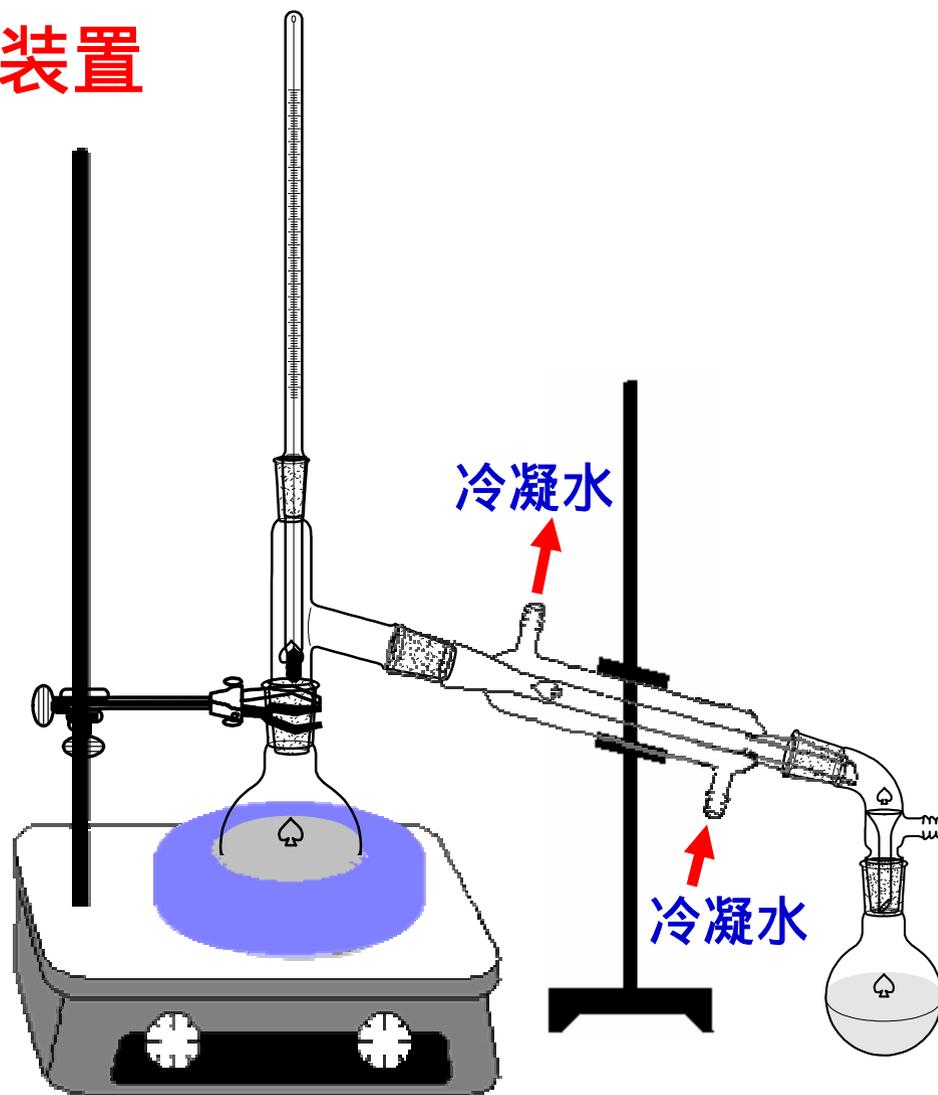
- 分馏

 - 适于沸点较为接近的液体化合物

- 水蒸气蒸馏

 - 适于沸点较高（但有一定蒸汽压）、容易分解且不溶于水的化合物

3、常压蒸馏装置



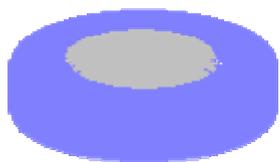
常压蒸馏装置的仪器介绍



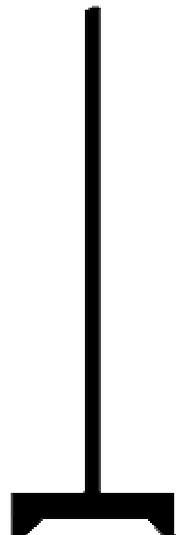
冷凝管夹



十字架



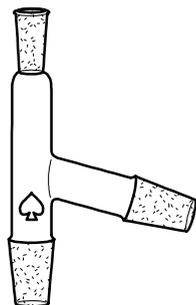
加热套



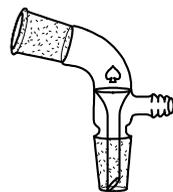
铁架台



磁搅拌子



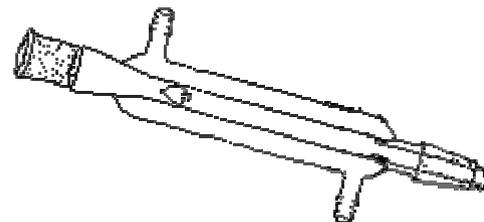
蒸馏头



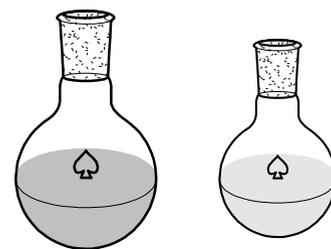
接液管



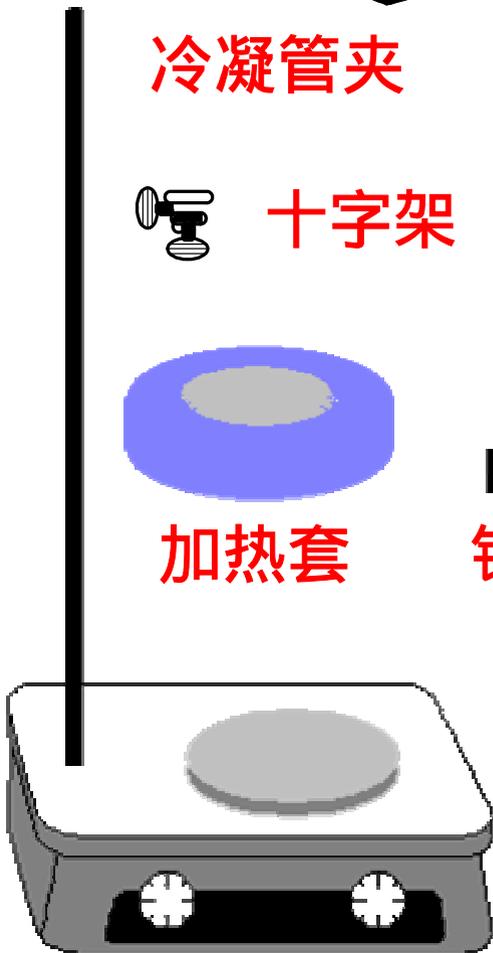
温度计



直形冷凝管



圆底烧瓶



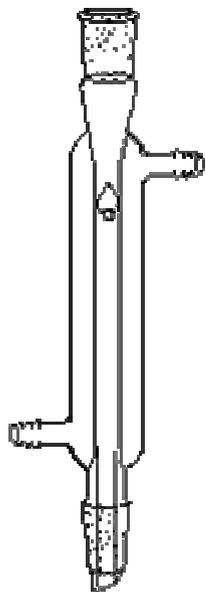
磁搅拌器

标准接口的磨口玻璃仪器

常用冷凝管

用于蒸馏

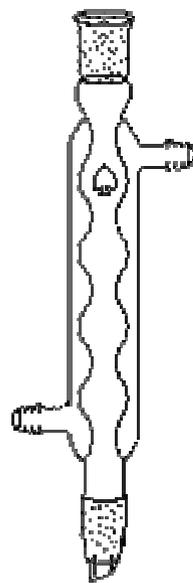
用于回流



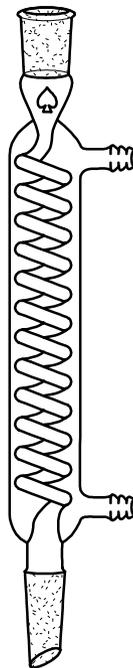
直形冷凝管



空气冷凝管



球形冷凝管



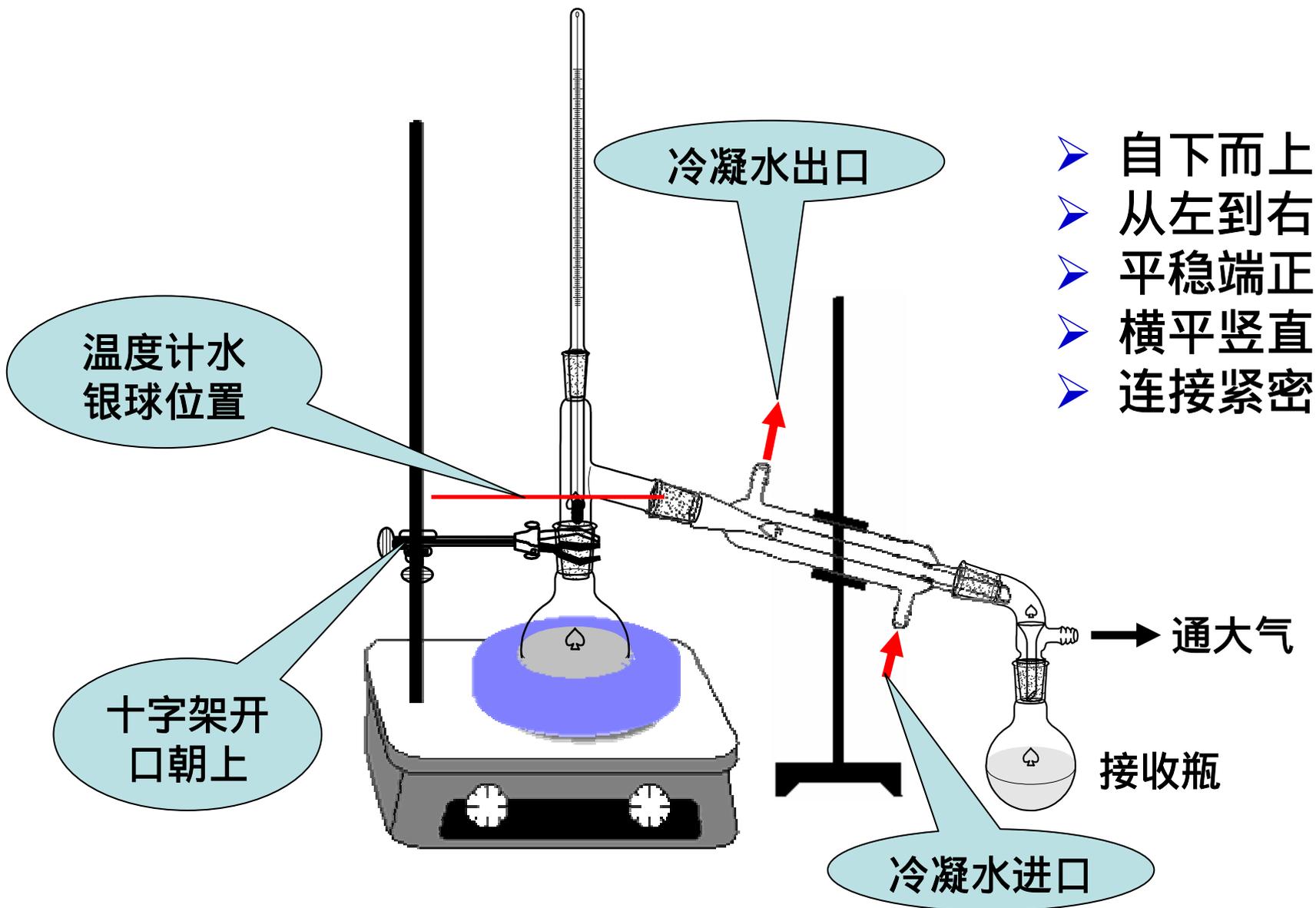
蛇形冷凝管

液体的沸点低于
130 °C时

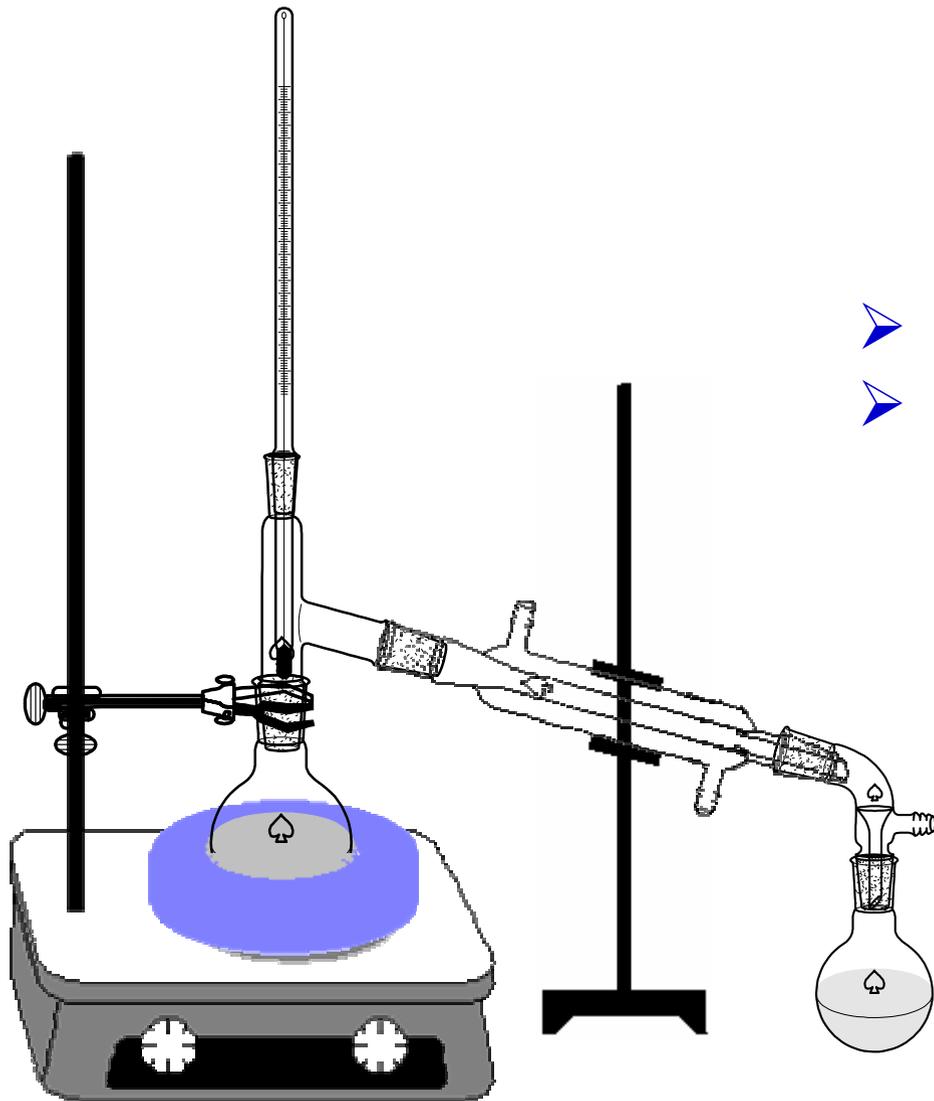
液体的沸点高于
130 °C时

低沸点液体

常压蒸馏装置的安装及要求



常压蒸馏装置的拆卸



- 从右到左
- 自上而下

三、实验步骤及结果

1、接好冷却水的进出水管

注意检查进出水管、冷凝管是否完好！

2、蒸馏装置的安装 装、拆各练习三次

3、蒸馏操作

- (1) 加料
- ▶ 将磁搅拌子小心放入圆底烧瓶
 - ▶ 将待蒸液体倒入圆底烧瓶
 - ▶ 安装好蒸馏装置

顺序不得有误

- (2) 通冷却水
- (3) 开动磁搅拌
- (4) 加热
- (5) 接收馏出液

液体体积为烧瓶容积的 $2/3 \sim 1/3$

前馏分与主馏分要用不同的瓶子接收

4、沸程记录

乙醇	沸程	始馏温度（第一滴液体流出时）	
		终馏温度（最后一滴液体流出时）	
	沸点	蒸馏速度稳定在1~2滴/秒时的温度	

- ## 5、结束蒸馏
- 切断电源，停止加热
 - 移去接收瓶，并放好
 - 关掉冷凝水
 - 冷却后拆卸仪器

四、结论和收获

五、安全注意事项

- 1、一定要按照操作规程和应急处理办法操作
- 2、易燃液体的蒸馏要杜绝明火
- 3、有毒液体的蒸馏要注意通风或将出气口导向室外
- 4、一定不能蒸干