



青島科技大學

Qingdao University of Science & Technology

有机化学实验

基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心





蒸馏及分馏

Distillation and fractionation



实验内容

- 1 实验目的
- 2 实验原理
- 3 实验装置
- 4 药品及物理常数
- 5 实验流程图
- 6 实验步骤
- 7 思考题



实验目的

1

熟悉和掌握蒸馏和分馏的基本原理，应用范围，了解蒸馏和分馏的意义；

2

熟练掌握蒸馏及分馏仪器装置及操作要领。



实验原理

1 原理：蒸馏及分馏都是利用两种或多种互溶的液体有机化合物沸点的差异进行分离。

蒸馏： $\Delta T \geq 30^\circ\text{C}$

简单分馏： $\Delta T < 30^\circ\text{C}$

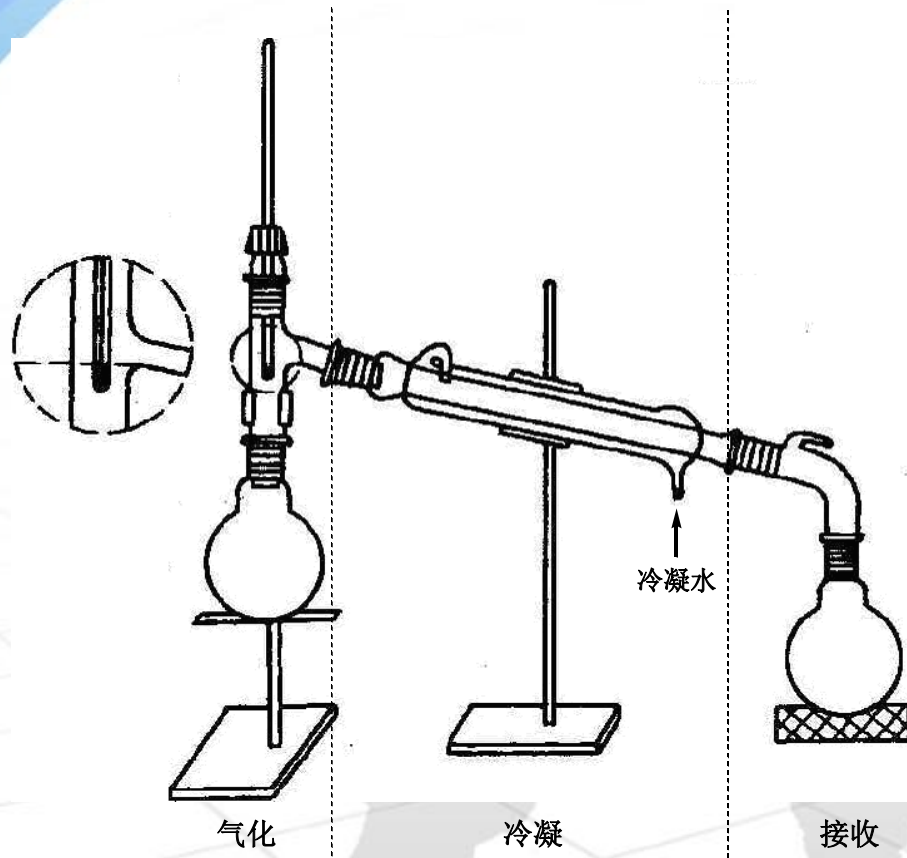
精密分馏： ΔT 在 $1\sim 2^\circ\text{C}$

2 沸点的定义：当液体的蒸气压增大到与外界施于液面的总压力（通常是指大气压力）相等时，就有大量气泡从液体内部逸出，即液体沸腾。这时的温度称为液体的沸点。

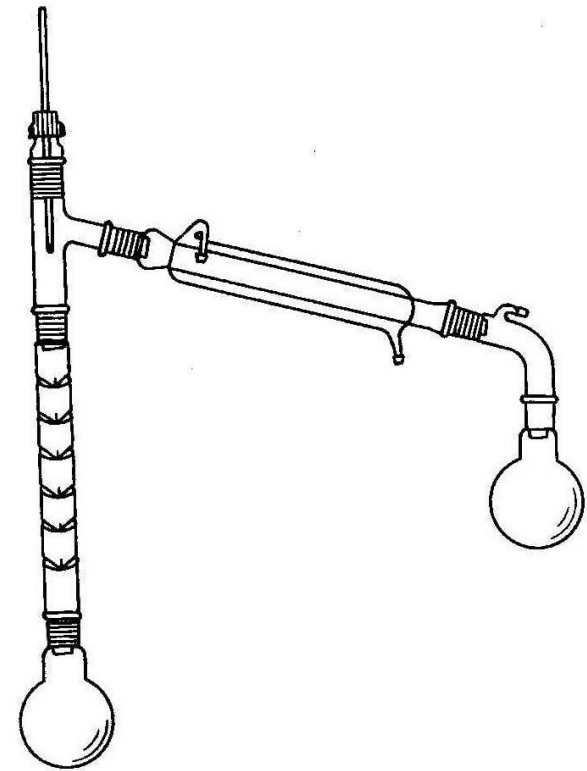


- 3 蒸馏的定义：将液体加热至沸腾，使液体变为蒸汽，然后使蒸汽冷却再凝结为液体，称为蒸馏。**
- 4 分馏的定义：分馏通过多次部分气化多次部分冷凝的方法，以得到纯度更高的冷凝液。简言之，分馏即多次的简单蒸馏。**
- 5 蒸馏及分馏的作用：**
- (1) 分离、提纯两种及两种以上互溶的液体化合物；**
 - (2) 测定液体化合物的沸点；**
 - (3) 定性检验液体的纯度；**
 - (4) 回收溶剂。**

实验装置



蒸馏



简单蒸馏



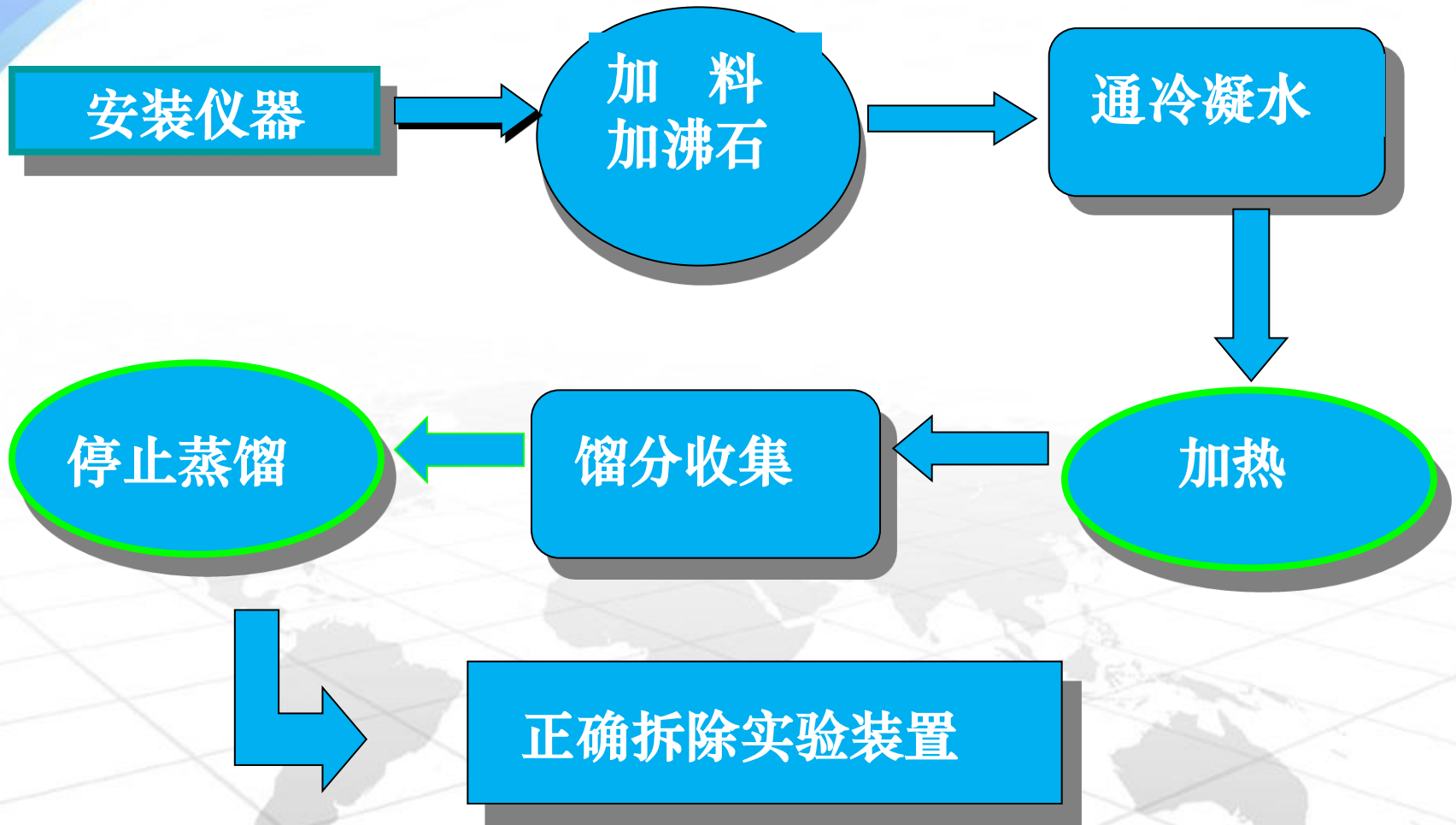
自下而上，先左后右；拆卸仪器时顺序相反



药品及物理常数

名称	分子量	性状	折光率	比重	沸点 ℃
丙酮	58.08	无色透明液体	1.36	0.79	56.2

实验流程图



实验步骤



向 50 mL 圆底烧瓶中加入 10 mL 丙酮、10 mL 水及几颗沸石，安装仪器装置。



通入冷凝水，加热，液体沸腾，蒸汽上升，温度计读数上升，控制加热速度，馏出速度以（蒸馏为 1-2 滴 / 秒，分馏为 1 滴 / 2-3 秒）为宜，接收。



观察沸点并收集相应的馏分，所需馏分蒸出后停止蒸馏，切勿蒸干，先停热，后关冷凝水，拆除蒸馏装置并清洗。



操作要点

- ① 蒸馏装置不能密封。
- ② 水银球上沿应和蒸馏头侧管的下沿在同一水平线上，冷凝水应从下口进，上口出。
- ③ 为了防止在蒸馏过程中发生爆沸，保证沸腾的平稳状态，常加2~3粒沸石。
- ④ 温度计位置要准确，否则影响收集组分的纯度及数量。



数据记录及处理

	56~62℃	62~72℃	72~98℃	丙酮沸程
蒸馏(mL)				
分馏(mL)				

$$\text{回收率} = V_{(\text{丙酮})} / V_{(\text{投料量})} \times 100\%$$

$$= V_{(\text{丙酮})} / 10 \times 100\%$$



思考题

1. 什么叫沸点？液体的沸点和大气压有什么关系？

2. 蒸馏时加入沸石的作用是什么？如果蒸馏前忘记加沸石，能否立即将沸石加入到将近沸腾的液体中？当重新蒸馏时，用过的沸石能否继续使用？

3. 为什么蒸馏时最好控制馏出液的速度为1~2滴 / 秒为宜？

4. 如果液体具有恒定的沸点，能否认为是纯物质？



5. 总结分馏和蒸馏在原理及装置上有哪些异同。

6. 若加热太快，馏出液大于1 ~ 2滴 / 秒，用蒸馏分离两种液体的能力会相应下降，为什么？

7. 在分离两种沸点相近的液体时，为什么装有填料的分馏柱比不装填料的效率高？

8. 什么叫恒沸物？为什么不能用分馏法分离恒沸物？



数据签字

清洗及归还仪器

**整理实验室卫生
及关闭水电**

实验结束



谢谢大家!

基础化学实验中心
山东省省级实验教学示范中心