



吉首大学 化学实验教学中心

Experimental Chemistry Center of Jishou University

蒸馏及沸点的测定

主讲教师：王迎春

单位：吉首大学化学化工学院

◀ 上一内容

▶ 下一内容

◊ 回主目录

← 返回



吉首大学 化学实验教学中心

Experimental Chemistry Center of Jishou University

一、实验目的

- 1、了解测定沸点的意义；
- 2、掌握常量法（即蒸馏法）及微量法测定沸点的原理和方法；
- 3、掌握蒸馏和测定沸点的操作要领。



吉首大学 化学实验教学中心

Experimental Chemistry Center of Jishou University

二、实验原理

当液态物质受热时，由于分子运动使其从液体表面逃逸出来，形成蒸气压。随着温度的升高，蒸气压增大，当蒸气压增大到与外界施于液面的总压力（通常是大气压力）相等时，液体沸腾，这时的温度称为**液体的沸点**。但是具有固定沸点的液体不一定是纯粹的化合物，因为某些有机化合物常和其它组分形成二元或三元共沸混合物，它们也有一定的沸点。

蒸馏是将液体有机物加热到沸腾状态，使液体变成蒸汽，又将蒸汽冷凝为液体的过程。

通过蒸馏可除去不挥发性杂质，可分离沸点差大于30 °C的液体混合物，还可以测定纯液体有机物的沸点及定性检验液体有机物的纯度。



吉首大学 化学实验教学中心

Experimental Chemistry Center of Jishou University

三、实验试剂

乙醇



吉首大学 化学实验教学中心

Experimental Chemistry Center of Jishou University

四、实验步骤

(1) 蒸馏装置和安装

实验室的蒸馏装置主要包括三个部分：

① **蒸馏烧瓶** 为容器，液体在瓶内受热气化，蒸气经支管或蒸馏头的侧管进入冷凝管，支管与冷凝管间靠单孔塞子相连，支管伸出塞子外2~3厘米。蒸馏烧瓶的大小，应根据蒸馏的液体的体积来决定，通常所蒸馏的液体的体积不应超过烧瓶体积的 $\frac{2}{3}$ ，也不应少于其 $\frac{1}{3}$ 。

② **冷凝管** 由烧瓶中蒸出的气体在冷凝管中被冷凝为液体。液体的沸点高于 130°C 时用空气冷凝管；低于 130°C 时用水冷凝管。冷凝管下端侧管为进水口，上端的侧管为出水口，安装时，出水口应向上才可保证套管内充满水。



吉首大学 化学实验教学中心

Experimental Chemistry Center of Jishou University

③ 接收器 最常用的是锥形瓶，收集冷凝后的液体。应与外界大气相通。

仪器安装顺序为：先下后上，先左后右。卸仪器与其顺序相反。

(2) 蒸馏操作

① 加料 将待蒸乙醇40ml小心倒入蒸馏瓶中，加入几粒沸石，塞好带温度计的塞子，注意温度计的位置，再仔细检查一遍装置是否正确？各仪器之间的连接是否紧密？有没有漏气。

② 加热 先打开冷凝水龙头，缓缓通入冷水，然后开始加热。注意冷水自下而上，蒸汽自上而下，两者逆流冷却效果好。当液体沸腾，蒸气到达水银球部位时，温度计读数急剧上升，调节热源，让水银球上液滴和蒸气温度达到平衡，使蒸馏速度以每秒1~2滴为宜。此时温度计读数就是馏出液的沸点。



吉首大学 化学实验教学中心

Experimental Chemistry Center of Jishou University

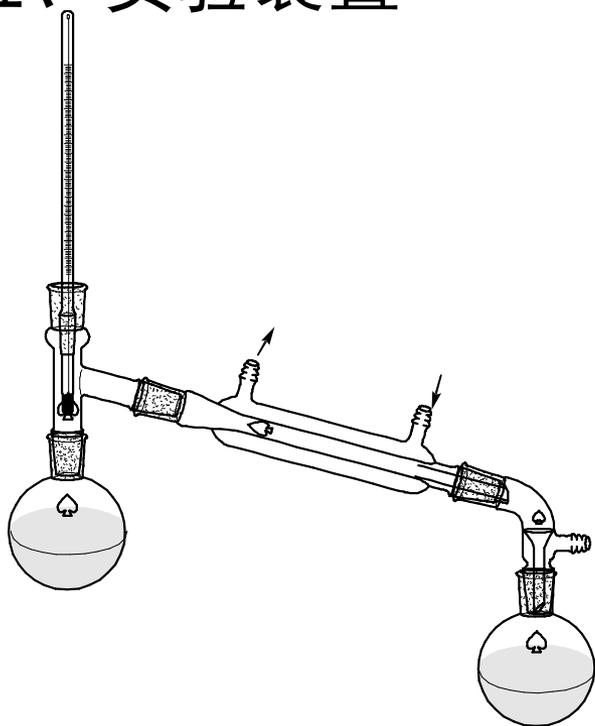
③ **收集馏液** 准备两个接受瓶，一个接受前馏分，另一个（需先称重）接受所需馏分，并记下该馏分的沸程：即该馏分的第一滴和最后一滴时温度计的读数。

④ **拆除蒸馏装置**：蒸馏完毕，先应撤出热源，然后停止通水，最后拆除蒸馏装置。

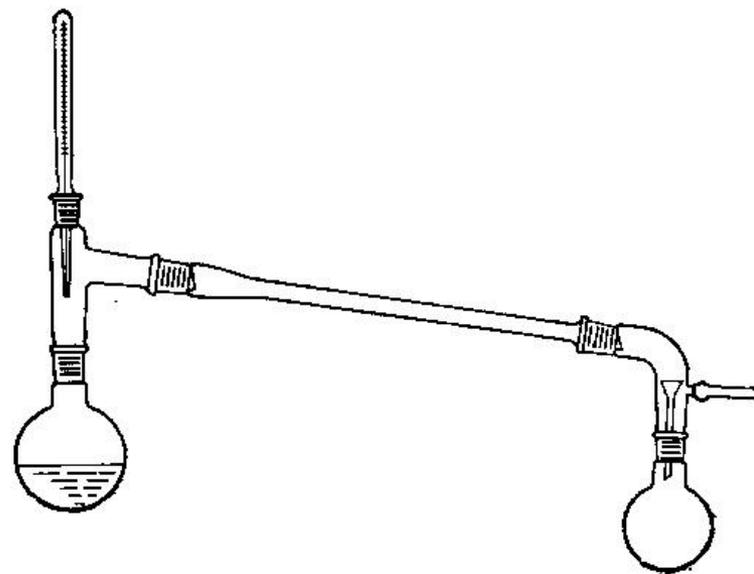
吉首大学 化学实验教学中心

Experimental Chemistry Center of Jishou University

五、实验装置



(a) 水冷凝蒸馏装



(b) 空气冷凝蒸馏装置



吉首大学 化学实验教学中心

Experimental Chemistry Center of Jishou University

六、操作重点及注意事项

- 1、冷却水流速以能保证蒸汽充分冷凝为宜，通常只需保持缓缓水流即可。
- 2、在所需馏分蒸出后，温度计读数会突然下降。此时应停止蒸馏。即使杂质很少，也不要蒸干，以免蒸馏瓶破裂及发生其它意外事故。
- 3、蒸馏易挥发和易燃的物质，不能用明火。否则易引起火灾，故要用热浴。
- 4、蒸馏时，若馏出液有毒，易挥发、易燃、易吸潮或放出有毒、有刺激性气味的气体时，应根据具体情况，在安装接收器时，采取相应的措施妥善解决。



吉首大学 化学实验教学中心

Experimental Chemistry Center of Jishou University

七、问题讨论

- 1、沸石(即止暴剂或助沸剂)为什么能止暴? 如果加热后才发现没加沸石怎么办? 由于某种原因中途停止加热, 再重新开始蒸馏时, 是否需要补加沸石, 为什么?
- 2、如果液体具有恒定的沸点, 那么能否认为它是单纯物质?
- 3、当加热后有馏液出来时, 才发现冷凝管未通水, 能否马上通水? 如果不行, 应怎么办?
- 4、如果加热过猛, 测定出来的沸点会不会偏高? 为什么?



吉首大学 化学实验教学中心

Experimental Chemistry Center of Jishou University

THANKS!

◀ 上一内容

▶ 下一内容

◊ 回主目录

← 返回