

实验二 蒸馏和沸点的测定

一、实验目的

1. 了解测定沸点的意义，掌握常量法（即蒸馏法）及微量法测定沸点的原理和方法；
2. 练习用蒸馏法纯化工业乙醇。

二、实验原理

1. 沸点：当液体的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，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。

纯粹的液体有机化合物在一定的压力下具有一定的沸点（沸程 0.5~1.5）。利用常温蒸馏的方式，可以测定纯液体有机物的沸点，又称常量法。

但是具有固定沸点的液体不一定是纯的化合物，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。

2. 蒸馏：

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。

应用：通过蒸馏可除去不挥发性杂质，可分离沸点差大于 30℃ 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。

三、实验仪器和试剂

一套蒸馏装置

试剂：工业酒精

【物理常数】

化合物名称	熔 点(℃)	沸 点(℃)	比 重 (d_4^{20})	溶解度 (g/100g 水)
乙 醇	-114	78.3	0.789	∞

四、实验操作

I 蒸馏（常量法测定沸点）

1. 仪器安装：

(1) 以热源为基准，首先将装有待蒸馏物质的圆底烧瓶固定在铁架台上，然后插入蒸馏头，顺次连接冷凝管、接引管，最后插入温度计套管和温度计（按教材 p86 图 2.6.2 蒸馏装置）。

(2) 温度计水银球的位置：温度计水银球的上限应位于蒸馏头侧管的下限在同一水平线上。这样在蒸馏过程中，水银球能完全被蒸气所包围。

2. 加料：

将待蒸工业酒精 40 mL 小心倒入 100 mL 蒸馏瓶中。加入几 2~3 粒沸石（为什么？——防止液体暴沸，使沸腾保持平稳。），塞好带温度计的塞子，注意温度计的位置。再检查一次装置是否稳妥与严密。

3. 加热和蒸馏：

先通冷水，后加热。注意冷水自下而上，蒸气自上而下，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。

蒸馏时若热源温度太高，使蒸气成为过热蒸气，造成温度计所显示的沸点偏高；若热源温度太低，馏出物蒸气不能充分浸润温度计水银球，造成温度计读得的沸点偏低或不规则。

(可用水浴来控制温度)

4. 收集馏分:

准备两个接受瓶, 一个接受前馏分或称馏头, 另一个(需称重)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。

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。

5. 蒸馏结束: 蒸馏完毕, 应先撤出热源, 然后停止通水, 最后拆除蒸馏装置(与安装顺序相反)。

II 微量法测定沸点

1. 仪器安装: (见 P63 图 2.4.11)

(1) 在沸点管中吸入待测液体样品(无水乙醇), 其液柱高度为 6~8 mm, 并在沸点管中插入一根开口端朝下的毛细管。

(2) 将沸点管固定在温度计上, 置于提勒管中, 安装要求与熔点测定相同。

2. 加热:

用酒精灯加热, 随着温度的升高, 因气体膨胀, 在毛细管口会有小气泡逸出, 待有气泡连续生成时, 停止加热。

3. 沸点温度的记录:

停止加热后, 因温度下降, 气泡逸出速度减慢, 待最后一个气泡即难以逸出, 又难以缩回管内的瞬间, 此时的温度即为沸点。

五、实验记录与数据处理

1. 蒸馏:

时 间	实 验 步 骤	实 验 现 象

2. 实验结果与讨论:

蒸馏出乙醇的外观: _____ 体积:

乙醇的沸点: _____ (常量法); _____ (微量法)

产生误差的原因:

六、实验注意事项

- 1、蒸馏装置不能密封。
- 2、温度计水银球上限应和蒸馏头侧管的下限在同一水平线上, 冷凝水应从下口进, 上口出。
- 3、要加 2-3 粒沸石, 防止加热时的暴沸现象。值得注意的是, 不能在液体沸腾时加入助沸剂, 不能用已使用过的助沸剂。
- 4、要注意不能蒸干, 否则易发生意外事故。
- 5、蒸馏完毕, 先停止加热, 后停止通冷却水, 拆卸仪器, 其程序和安装时相反。

七、思考题: P89 (3), (4), (5)

八、预习: 萃取(P106-109, 112-113) 采用乙醚萃取醋酸水溶液中的醋酸(参考曾昭琼主编的《有机化学实验》第三版)