

实验二 蒸馏及沸点的测定

实验目的： 1.了解蒸馏（常量法）和微量法测定沸点的原理和意义。
2.掌握蒸馏和微量法测定沸点的方法。

实验药品： 工业乙醇 10mL，无水乙醇（少量，用于微量法测沸点），甘油

仪器设备： 电热套，B 型管，标准磨口仪

实验原理： 每一种纯液态有机物在一定压力下具有固定的沸点。蒸馏是将液体混合物加热至沸使其变为蒸气，然后将其冷凝为液体的过程。蒸馏是分离和提纯液体有机化合物（沸点相差 30℃以上）最常用的方法之一。蒸馏（常量法测定沸点）也可作为鉴定有机物和判断物质纯度的一种方法。

实验步骤：

1.蒸馏：

按图安装装置，于烧瓶中加入工业酒精 10 mL，1-2 粒沸石。将冷凝管通入冷水，然后加热，控制加热速度，使馏出液 1-2D/秒。收集馏液温度稳定时的馏分。停止蒸馏，先除去热源，后停止通水，再拆卸仪器。量取馏分的体积，计算回收率。

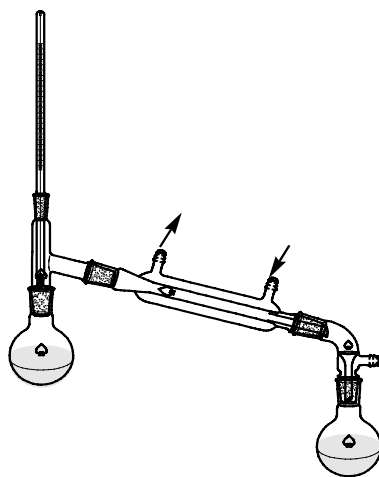
2.微量法测沸点：

在沸点管中滴入 4-5D 无水乙醇，插入上端封口的毛细管，将沸点管用橡皮圈固定在温度计旁（样品与温度计水银球平行，装置图参见教材 P40 图 2—21），用甘油作热浴，开始加热。当毛细管内出现一连串小气泡时，撤除热源，小气泡逸出的速度逐渐减慢，直至最后一个气泡出现而欲缩回到毛细管内的瞬时温度，记为沸点。测 2 次，取平均值。

注意事项：

- 1.安装装置时要求从下至上，从左到右的次序安装。装置要正确、稳妥。实验结束后，拆卸装置与此次序刚好相反。
2. 蒸馏操作：①加料及沸石；③通冷凝水；④加热；⑤蒸馏完毕先撤火，再停止通水。
- 3.微量法测沸点时，液体样品不能加得过多；加热速度需要控制

思考题： P41，T1，2，4，5，8。



蒸馏装置图