

# 蒸 餾

- 國立臺灣大學化學系，大學化學實驗一暨實驗二，第二版，國立臺灣大學出版中心：台北，民國九十五年。
- 版權所有，若需轉載請先徵得同意；疏漏之處，敬請指正。
- 臺大化學系普化教學組葉芝嵐助教、佘瑞琳講師，2009年4月8日。

一、目的：學習有機化學常用的一種分離及純化物質的方法—簡單蒸餾（simple distillation）。

二、實驗技能：量筒之使用、蒸餾操作。

三、原理：

蒸餾，是利用物質揮發性的差異，將液體經過加熱得到充分的熱能，在它的沸點完全汽化，然後經由冷凝管冷卻，凝結成爲液體，而達到分離收集的目的。因此，蒸餾包括汽化(vaporize)、凝結(condense)與收集(collect)三個程序。這項技術是純化與分離物質所常用的方法之一。蒸餾的方式，包括：簡單蒸餾、分餾(fractional distillation)、減壓蒸餾(vacuum distillation)及蒸汽蒸餾(steam distillation)等。

簡單蒸餾可用於檢測液體的純度，因爲一個純物質，在定壓下必有一個固定的沸點。但是具有固定沸點的液體不一定皆爲純物質，有可能是共沸物(azeotrope)，例如：乙醇與水的共沸點爲 $78.15^{\circ}\text{C}$ ，如圖1所示。簡單蒸餾也可用於分離揮發性的液體與非揮發性的物質；或者是分離兩種或兩種以上沸點差異很大(約 $20^{\circ}\text{C}$ )的液體混合物。

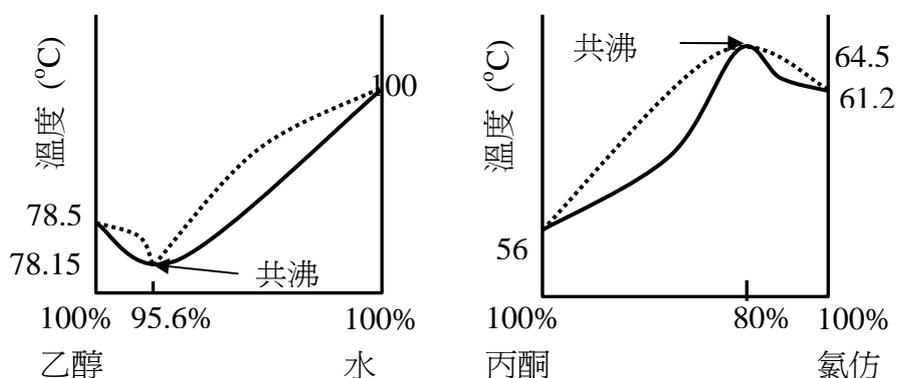


圖 1 非理想溶液之共沸現象，實線表液體組成，虛線表氣態組成

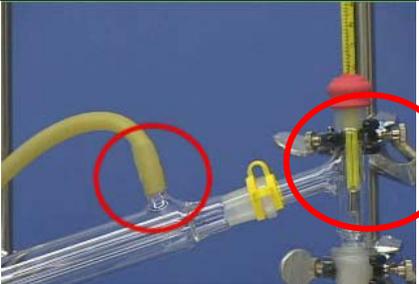
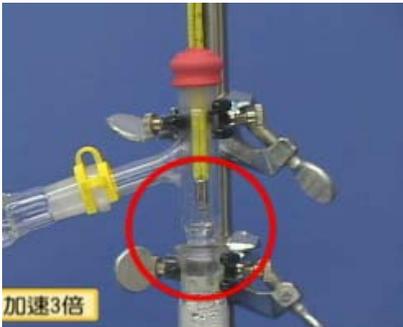
四、儀器與材料：加熱包、圓底蒸餾瓶(25 mL)、變壓器、磨砂口夾(3個)、冷凝管、量筒(10 mL，

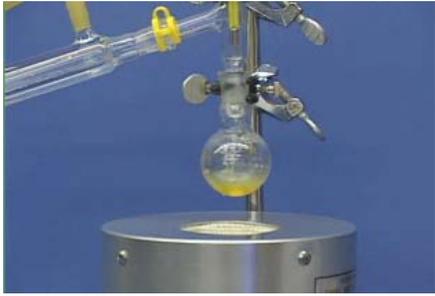
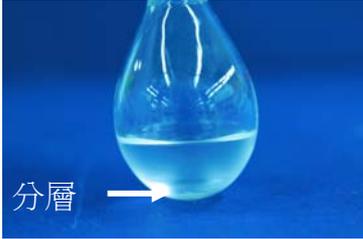
2 支)、溫度計、三叉連接管、海砂、連接彎管、試管、血清瓶塞、沸石、漏斗

五、藥品：正己烷 ( $C_6H_{14}$ )、甲醇 ( $CH_3OH$ )、乙醚 ( $C_2H_5OC_2H_5$ )、甲苯 ( $C_6H_5CH_3$ )

六、實驗步驟：

實驗步驟	示範
(一) 純液體的蒸餾：正己烷	
<p><b>1 準備試樣</b></p> <p>將 25 mL 蒸餾瓶放在 100 mL 燒杯中，沿漏斗加入 10 mL 正己烷及 2-3 顆沸石。</p> <p>註：試樣溶液體積不可超過蒸餾瓶容量的 2/3 或者少於 1/3。沸石為多孔性物質，可促使溶液加熱時產生小氣泡，而避免突沸。</p>	
<p><b>2 架設蒸餾瓶</b></p> <p>加熱包置於升降台上，並且將加熱包的電源插頭與由變壓器所連接出來的插座連接。以廣用夾固定蒸餾瓶的瓶頸，調整升降台的高度，讓蒸餾瓶放置於加熱包中。</p>	
<p><b>3 加海砂</b></p> <p>使用藥杓加入適量的海砂填補蒸餾瓶與加熱包之間的空隙，以幫助熱源的傳遞。</p>	
<p><b>4 裝接溫度計及冷凝管</b></p> <p>冷凝管的冷卻橡皮管先沾一點水裝接於冷凝管，裝接的深度要足夠，以免橡皮管脫落。</p> <p>接著在蒸餾瓶上裝接三叉管、溫度計及冷凝管，以廣用夾固定冷凝管。固定的時候，應確認磨砂接口已確實連接、高度不會過高或過低。</p> <p>註 1：溫度計的水銀上沿應與三叉管之側管下端約同一高度，以正確測定沸點。</p>	

	<p>註 2：蒸餾液的沸點在 100 °C 以下時，以水冷卻，冷卻水自冷凝管下端進入由上端流出。若沸點在 100 °C 以上，則可以空氣冷卻，不必通水。</p>	
<p>5</p>	<p><b>裝接接收器皿</b></p> <p>冷凝管的出口接上連接彎管，並且用磨砂口夾固定。連接彎管下端接上用來收集蒸餾液的玻璃器皿。一般標準的做法是在連接彎管的下方套上一個收集瓶，並以廣用夾固定。</p> <p>本實驗為了即時量度蒸餾液的體積，改為使用漏斗架在量筒上直接收集餾出的液體。以廣用夾夾住量筒，並且調整高度使彎管下端出口貼近漏斗。</p> <p>注意：連接彎管有一處開口，以隨時平衡蒸餾系統之內外壓力。視蒸餾液體的性質，連接管外可接乾燥管、抽氣裝置等，但絕對不可在封閉系統下進行蒸餾。</p>	 <p>收集瓶以廣用夾固定</p>  <p>注意： 連接彎管下端 出口貼近漏斗</p>
<p>6</p>	<p><b>檢查裝置</b></p> <p>檢查整個蒸餾裝置架設正直不歪斜，並且磨砂口接合緊密。蒸餾裝置組裝好由指導教師檢查後，再進行以下的實驗。</p>	
<p>7</p>	<p><b>加熱蒸餾</b></p> <p>開啓冷卻水通過冷凝管的外管後準備開始蒸餾。</p> <p>調整變壓器（就本實驗之試樣，宜設定在 50~55 V），開始慢慢加熱並觀察溫度變化。</p> <p>當三叉管出現迴流環、液體開始沸騰、冷凝蒸餾液由連接管滴入接收量筒中，觀察第一、二滴流下時蒸氣的溫度，然後控制熱源以每秒一滴的速率將正己烷蒸</p>	 <p>加速3倍</p>

	餾出，每收集 0.5 mL 蒸餾液讀記一次蒸餾的溫度，直到最後蒸餾瓶中只剩約 1 mL 液體為止。	
8	<p><b>停止蒸餾</b></p> <p>蒸餾完成後盡速將升降台降低，讓蒸餾瓶自加熱包之海砂中移出，以免餘熱使溶液蒸乾，蒸餾瓶破裂。</p> <p>記錄當日大氣壓力。</p> <p>註：例如水 100°C /760 mmHg 或 97.7°C /700 mmHg，沒有註明壓力條件時，通常指一大氣壓。</p>	
(二) 共沸物的蒸餾：甲醇/正己烷混合液		
10	將蒸餾瓶內剩餘之殘液倒入有機廢液回收桶中。使用上(一)步驟蒸餾所得之正己烷及新取之正己烷共 15 mL 及甲醇 1 mL，注入 25 mL 圓底燒瓶中，並放入 2~3 顆小沸石。	
11	<p>混合均勻後觀察記錄溶液是否為一均勻相，開始加熱蒸餾、觀測溫度並以量筒收集蒸餾液。</p> <p>註：本步驟可變電壓應調控在 60 V 以下，以避免加熱速度過快。</p>	
12	首先蒸餾出來者為共沸物，此時收集到的餾液分為上下二層，每收集 0.5 mL 蒸餾液讀記一次蒸餾的溫度及上下二層之體積，直到最後蒸餾瓶中只剩約 1 mL 液體為止。	
13	蒸餾液倒入有機廢液回收桶中回收。	

(三) 混合液體的蒸餾：乙醚/甲苯

14

將蒸餾瓶、冷凝管等用少許丙酮潤洗淨並以吹風機吹乾。



15

取 6 mL 乙醚及 6 mL 甲苯置於 25 mL 蒸餾瓶中，加入 2~3 粒小沸石，調整變壓器設定在 40 V，開始蒸餾，用量筒收集蒸出之液體。

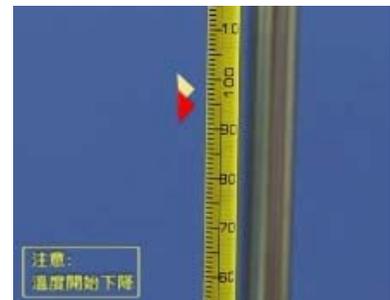


16

每收集 0.5 mL 之蒸餾液讀取並記錄溫度一次。當第一部分被完全蒸出時，溫度會下降，而且似乎沒有餾液滴出，此時更換量筒，並開始第二部分液體的收集與記錄溫度。

註 1：當第一成分被完全蒸出時，由於此時第二成分尚未大量氣化，溫度計附近並無蒸氣，所以溫度會下降，爾後等第二成分被蒸出時，溫度始上升。

註 2：甲苯沸點高蒸餾時需調高電壓（60~70 V）。



17

實驗結束

蒸餾液、海砂、沸石等回收，器材清洗乾淨，整理實驗桌。

