

## 蒸餾與分餾

- 國立臺灣大學化學系，大學化學實驗一暨實驗二第 5 版，國立臺灣大學化學系：台北，民國 111 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（2017.03）、余瑞琳講師（2024.09）。

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

二、實驗技能：量筒之使用、蒸餾與分餾操作。

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，凝結成為液體，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，因為一個純物質，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為純物質，有可能是共沸物（azeotrope），例如：乙醇與水的共沸點為 78.15 °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°C）的液體混合物。分餾則是用來分離混合液中沸點相差較小之各種不同成分的方法。由於沸點是當物質的飽和蒸氣壓與外壓相同而沸騰時的溫度，所以當外界壓力降低時，液體的沸點也隨著降低。因此所謂的減壓蒸餾就是在抽氣減壓下進行蒸餾，使所需的加熱溫度降低、操作較為容易，並可避免化合物在高溫時受熱而分解。於本實驗我們將學習簡單蒸餾與分餾之操作並了解其應用上之差異。

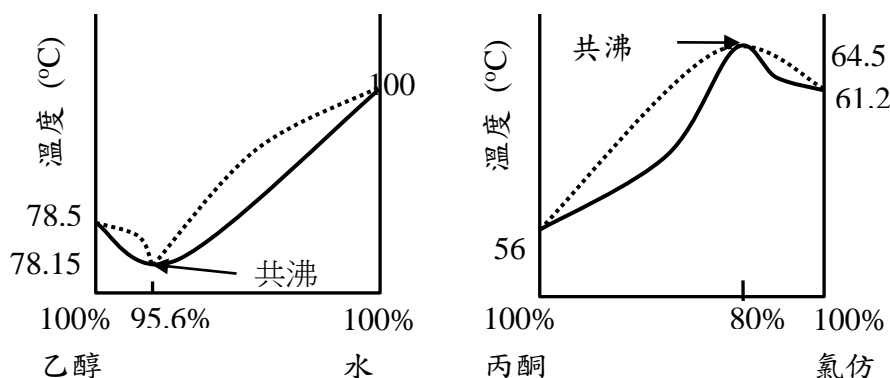


圖 1 非理想溶液之共沸現象，實線表液體組成，虛線表氣態組成



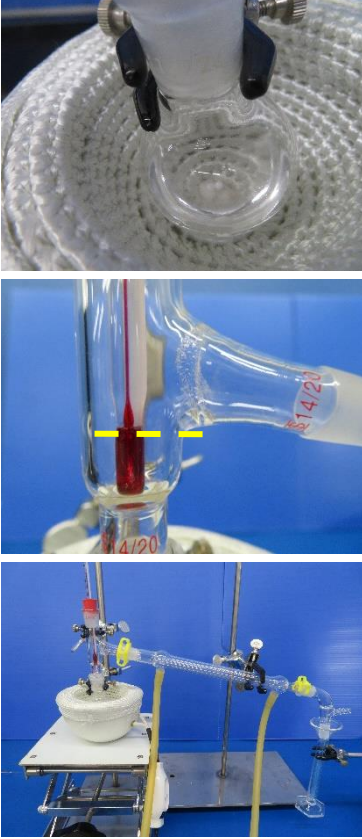
#### 四、儀器與材料：







分餾管、加熱包、升降台、變壓器（溫度控制器）、圓底瓶（25 mL）、冷凝管、橡皮管、溫度計、血清瓶塞、三叉連接管、連接彎管、量筒（10 mL，2 支）、燒杯（150 mL）、磨砂口夾（2）、三叉夾（1 大、3 小）、計時器。共用：吹風機、沸石、海砂。

#### 五、藥品：

甲苯（toluene， $C_6H_5CH_3$ ），乙酸乙酯（ethyl acetate， $CH_3COOC_2H_5$ ），洗滌用丙酮（acetone， $CH_3COCH_3$ ）。

#### 六、實驗步驟：

步驟	圖例
（一）混合液體的簡單蒸餾	
1. 記錄今天的室壓。	
2. 量取 6 mL 甲苯及 6 mL 乙酸乙酯（1：1，v/v），經由漏斗加入 25 mL 圓底瓶中，並放入 2~3 顆小沸石。	
3. 架設簡單蒸餾裝置： (1) 將升降台升高到適合的高度，上方擺放加熱包，再以廣用夾固定圓底瓶並置於加熱包中。 (2) 依序裝接三叉管、血清瓶塞與溫度計及冷凝管，並以廣用夾固定冷凝管。 (3) 使用廣用夾固定一支量筒收集蒸餾液，量筒開口處插上一漏斗以方便收集餾出液。 (4) 加適量海砂於圓底瓶周邊約到瓶內溶液的高度，以使受熱均勻。  註 1：有機物與有機溶劑常易燃，故以加熱包加熱。加熱包必須配合具變壓功能之溫度控制器使用，切勿直接插入 110 V 或 220 V 插座中。  註 2：儀器的架設要垂直，不可歪斜。各磨砂接口需密合。溫度計的酒精球上沿應與三叉管之側管下端約同高。  註 3：裝接冷凝管的橡皮管時應先沾水且深接到底，以免橡皮管脫落。冷水由冷凝管下端進入，溫水由上端流出，整支冷凝管充滿水後，將冷卻水流量調小。	

	<p>註 4：連接彎管應有一開口，以隨時平衡蒸餾系統之內外壓力，不可在封閉系統下進行蒸餾。</p>	
4.	<p>開啟加熱，控制熱源以每秒一滴的速率收集餾液，觀察記錄加熱時間、溫控器設定及第一滴液體流下時蒸氣的溫度，而後每收集 0.5 mL 之液體，讀取並記錄溫度與加熱時間一次，直至收集 10 mL 餾液或圓底瓶僅剩少量液體時停止加熱。</p>	
5.	<p>蒸餾完成後盡速將升降台降低，讓圓底瓶自海砂中取出，以免餘熱使溶液蒸乾，圓底瓶破裂。</p>	
6.	<p>移開加熱包並將海砂倒出至一乾淨 150 mL 燒杯。 注意：此時的海砂是燙的，須戴麻布手套以避免燙傷。</p>	
<p>(二) 混合液體的分餾</p>		
7.	<p>拆卸簡單蒸餾裝置，將冷凝管內管及連接彎管以少量丙酮略微淋洗後，吹乾備用。</p>	
8.	<p>將收集到之液體重新倒回圓底瓶中，並加入新的 2 顆沸石。 註：若收集之液體體積不足 10 mL，可補加適量甲苯與乙酸乙酯混合液 (1:1, v/v)。</p>	

9.	<p>架設分餾裝置： 於蒸餾裝置的圓底瓶和三叉管間加裝分餾管。</p> <p>註：圓底瓶、分餾管、三叉管及冷凝管應以三叉夾夾住以固定。</p>	
10.	<p>調整加熱包之溫度控制設定，開始加熱，觀察記錄第一滴液體流下及每收集 0.5 mL 餾液時的溫度、加熱時間、溫控器設定等。當溫度開始下降且似乎沒有餾液滴出時，記錄下降溫度及餾液體積。</p> <p>註：應使用鋁箔紙包覆整支分餾管以保溫，讓足夠的飽和蒸氣在三叉管處凝結滴出。加熱溫度無須設定的過高，以免發生液泛。</p>	
11.	<p>更換另一支 10 mL 量筒以收集第二部分餾液，略微調高加熱溫度。記錄各收集餾液之體積、溫度、加熱時間、溫控器設定。</p>	
12.	<p>拆卸分餾裝置，廢液、海砂、沸石等回收，玻璃器材清洗乾淨，分餾管沖洗後交回。</p>	

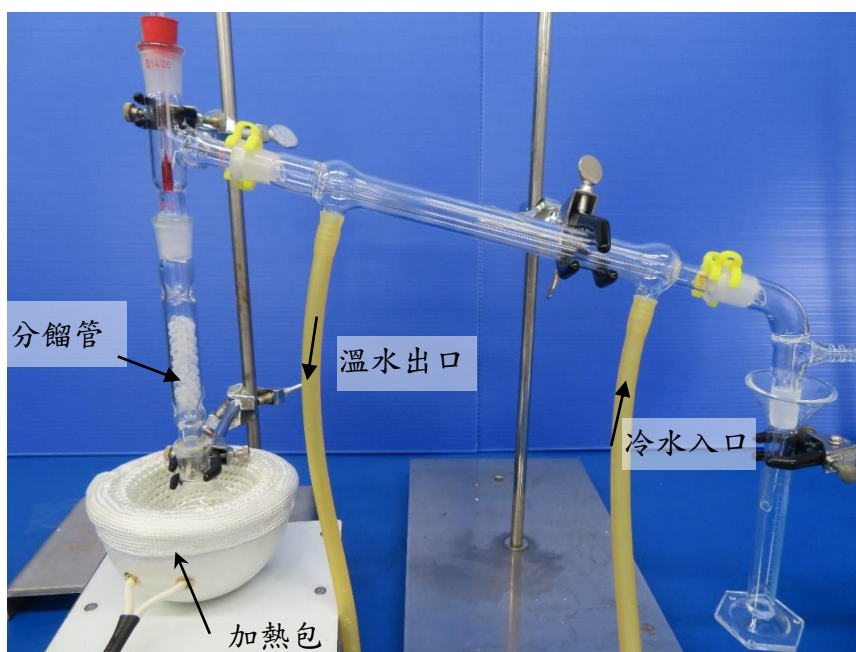


圖 25-7 分餾裝置 (分餾管應包覆鋁箔紙)