

二、分餾

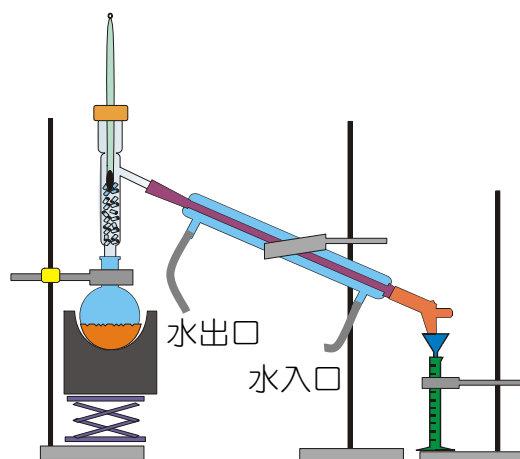


圖 2-1 分餾裝置示意圖

一、原理：

分餾 (fractional distillation) 是兩種或兩種以上的液體混合物，利用分段蒸餾的方式達到分離的目的。分餾裝置與簡單蒸餾類似，但在蒸餾瓶的上方加裝一支含有填充物的分餾管 (fractionation column)。蒸餾瓶中的液體混合物經加熱汽化，蒸汽從蒸餾瓶沿著分餾管上升，碰到溫度稍低的填充物，部分蒸汽會凝結，凝結的液體有些將再度蒸發，因此在分餾管中會發生一連串凝結與蒸發。由於凝結的液相中含有較多低揮發性的成分，蒸發的氣體中則含有較多高揮發性成分，因此當蒸汽往上升，其中的高揮發性物質含量增多，在理想的狀況下，最後到達管頂的蒸汽幾乎全是高揮發的物質，留在蒸餾瓶底部的液體則多為低揮發組成分，而達到分離的目的。一般沸點差異較小的液體混合物，無法利用簡單蒸餾達到完全分離的效果時，利用分餾，讓氣體和液體在分餾管中經多次的平衡，可達到分離沸點相近混合物的目的，分離曲線如圖 2-2~2-4 所示。

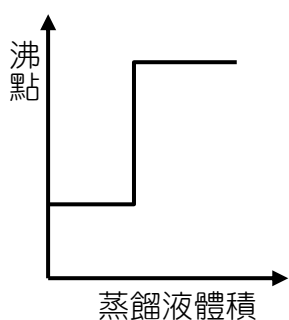


圖 2-1 二成分液體理想分離曲線

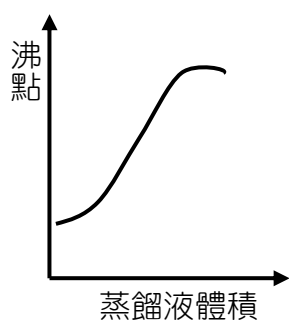


圖 2-2 二成分沸點相近液體以簡單蒸餾分離之曲線

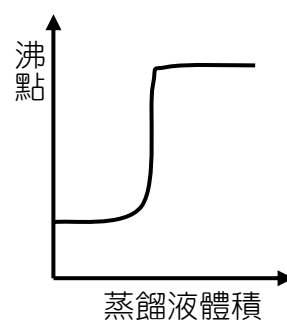


圖 2-3 二成分沸點相近液體以分餾法分離之曲線

二、器材：

分餾的儀器裝置主要由蒸餾瓶、分餾管、三叉管、溫度計、冷凝管、連接彎管和收集瓶組成。其他器材包括：鐵架、廣用夾、升降台、加熱包、變壓器、海砂、沸石以及鋁箔。

分餾管

分餾管是達成分餾分離最重要的部分。影響分餾效率的因素包含：分餾管的填充材料、分餾管的長度、分餾管的溫度控制以及混合溶液中各成分的沸點差距。填充物必須是不與試樣溶液反應的材料，例如玻璃或鋼絲絨。填充物的表面積越大或者是分餾管越長，能使氣液相平衡越充分，分離的效果會越好；不過留在填充物表面所損失的殘液就越多，收集的餾出液就會變少，因此必須在純度與收量之間求取平衡，以決定使用何種填充物與分餾管的長度。理想的分餾過程，分餾管下方的溫度與蒸餾瓶內液體的沸騰溫度接近，往上溫度隨之降低，分餾管頂端的溫度則與易揮發成分的沸點接近。透過蒸餾速率的調節以及分餾管的保溫才能建立管內的理想溫度梯度而有良好的分離效果。

三、實驗操作：

(一) 填充分餾管

使用已裝填玻璃碎片的分餾管，或者是將玻璃珠經粉體漏斗裝填到空的分餾管中備用。

(二) 架設儀器裝置 (如圖 2-1)

1. 準備試樣

選用大小適當之蒸餾瓶放在燒杯中或是瓶墊上，藉由漏斗加入試樣溶液及 2-3 顆沸石。

2. 架設蒸餾瓶

加熱包置於升降台上，並將電源插頭與由變壓器所連接出來的插座連接。蒸餾瓶以廣用夾固定好後，調整升降台的高度，讓蒸餾瓶放置於加熱包中。

3. 加海砂

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，以幫助熱的傳遞。

4. 裝接分餾管、溫度計及冷凝管

蒸餾瓶上裝接一支分餾管，再依序裝上三叉管、溫度計與冷凝管，並且用廣用夾固定冷凝管。冷卻水之橡皮管先沾一點水，再裝接至冷凝管上，裝接的深度要足夠，以免橡皮管脫落。要注意冷水是從下方流入，上方流出。

5. 裝接接收器皿

冷凝管的出口接上連接彎管，並且用磨砂口夾固定。連接彎管下端接上以廣用夾固定的圓底瓶以收集蒸餾液。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。

6. 檢查裝置

檢查整個蒸餾裝置架設正直不歪斜，並且磨砂口接合緊密。

(三) 加熱蒸餾

1. 冷凝水

打開冷凝管的冷卻水，讓整支冷凝管充滿水後，再將進水量調小。

2. 進行加熱蒸餾

打開變壓器調整到適當的電壓，開始進行加熱。可以使用鋁箔或紗布包裹分餾管以保溫。

3. 觀察、收集與記錄

注意觀察蒸餾瓶內的液體，當沸騰時，三叉管及溫度計附近出現迴流環，蒸汽進入冷凝管中，經由冷卻凝結收集蒸餾液於收集瓶裏，記錄第一滴餾出液流下時的溫度，及第一成分被完全蒸出的體積與溫度。如果分離效果好，而且混合成分的沸點差距大，當第一成分被完全蒸出，而第二成分尚未大量氣化，溫度計附近並無足夠蒸汽，此時溫度可能會下降，等到第二成分大量氣化時，溫度又開始上升。如果沒有觀察到這一個現象，則應該以第一成分的正常沸點（normal boiling point）為基準，收取適當沸點範圍內（如 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ）的蒸餾液，所收取的範圍越大純度越差。第一成分收集完成後，更換乾淨的漏斗以及量筒，以便收集第二成分。由於第二成分的沸點較高，應調高可變電壓以加大熱源加熱，並繼續讀取、記錄溫度，直到要收集的部分蒸出。

4. 停止蒸餾

關閉變壓器停止加熱，並且立即降低升降台移除熱源，以免加熱包的餘熱持續加熱，造成試樣溶液被蒸乾而瓶子破裂或爆炸的危險。

5. 記錄

量測並記錄所得各成分餾出液的沸點溫度範圍、體積或重量，以計算回收率。此外，分餾管的長度以及填充物的材質，均是分餾完成後必需登錄的重要參數。

（四）實驗結束處理

實驗結束後關閉冷卻水，逐一拆卸分餾裝置。加熱包中的海砂置於玻璃皿中，冷卻後回收。廢液回收後，清洗器具及玻璃珠，並清理桌面完成實驗。

（五）實驗注意事項

1. 分餾管的填充物必須是不與試樣溶液反應的材料。
2. 溫度計之水銀球上沿須位於三叉管支管開口的下方。
3. 冷卻水自冷凝管下端流入、上端流出。
4. 加熱溫度要適當，必要時使用鋁箔或紗布包裹分餾管以保溫。
5. 蒸餾完成後，必須立即移除熱源；蒸餾瓶中殘餘液不可完全蒸乾。

四、參考資料：

1. 國立台灣大學化學系有機教研小組，*大學有機化學實驗*，第七版，國立台灣大學出版中心：台北市，**2004**。
2. Pavia, D. L.; Lampman, G. M.; Kriz, G. S. *Introduction to Organic Laboratory Techniques: a Contemporary Approach*; Saunders College Publishing: New York, **1976**.
3. Shugar, G. J.; Shugar, R. A.; Bauman, L.; Bauman, R. S. *Chemical Technicians' Ready Reference Handbook*; 2nd. ed.; McGraw-Hill Book Co.: New York, **1981**.