

E2 蒸餾

實驗目的及原理

- ▶ 實驗目的：
 - ▶ 介紹有機化學上常用的一種分離及純化方法。
(簡單蒸餾純乙酸乙酯、醇類共沸物)。
- ▶ 實驗原理：

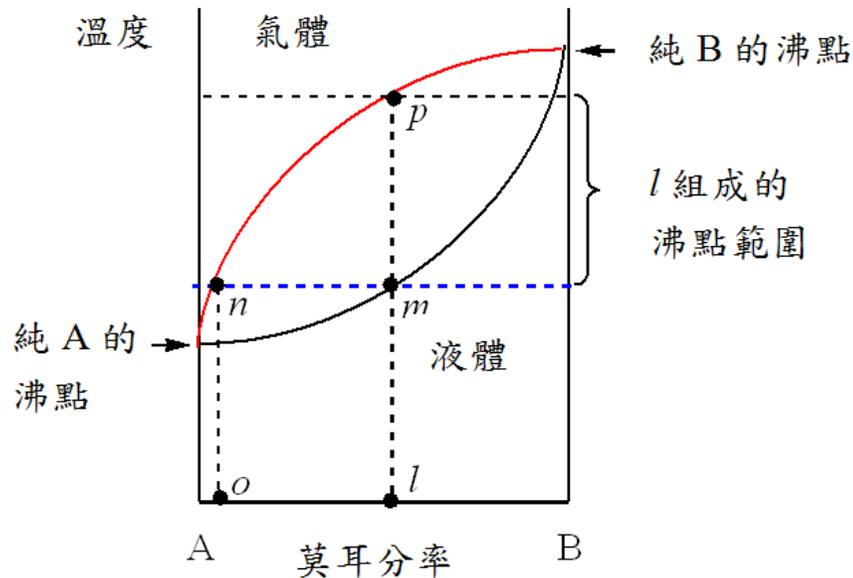


圖 3-2 溫度與組成莫耳分率的相圖

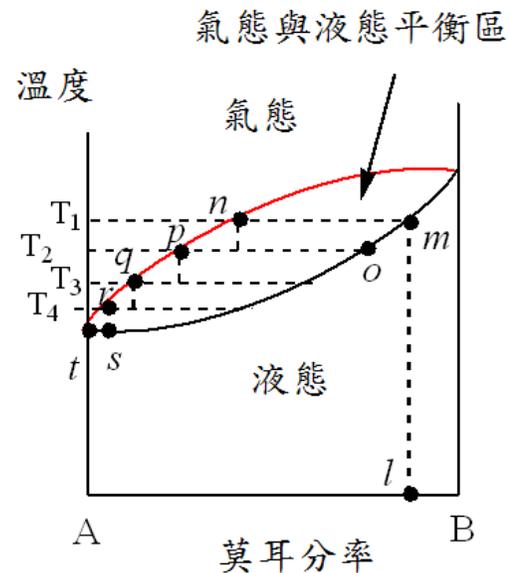
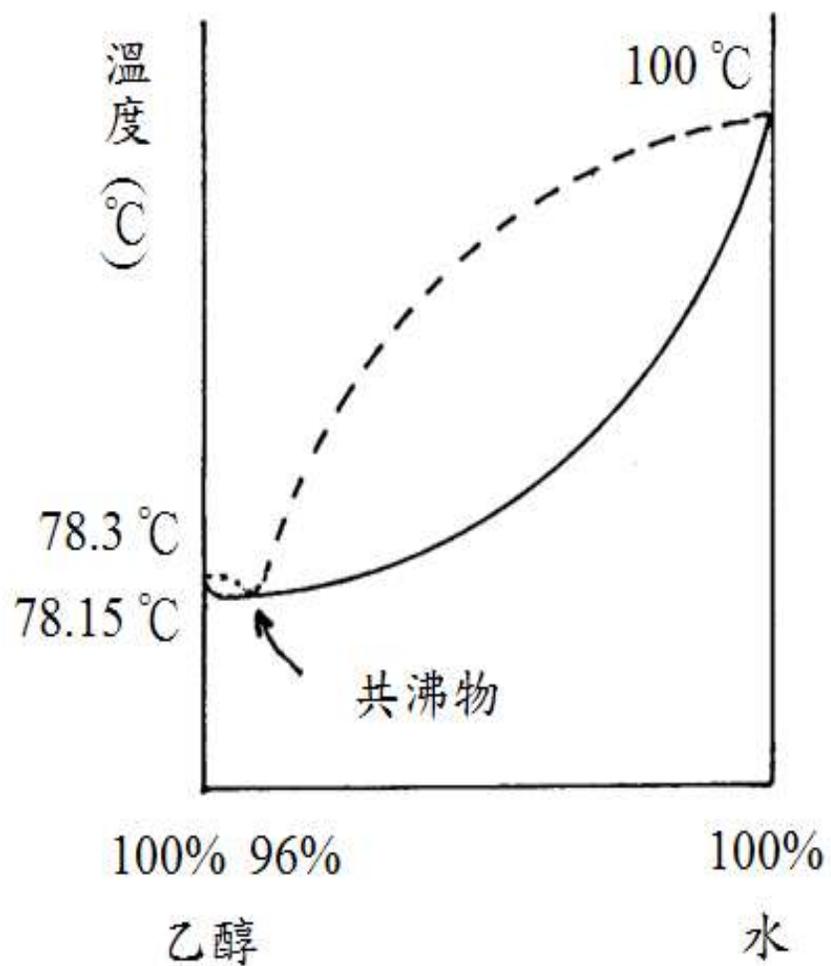


圖 3-3 分餾原理示意圖

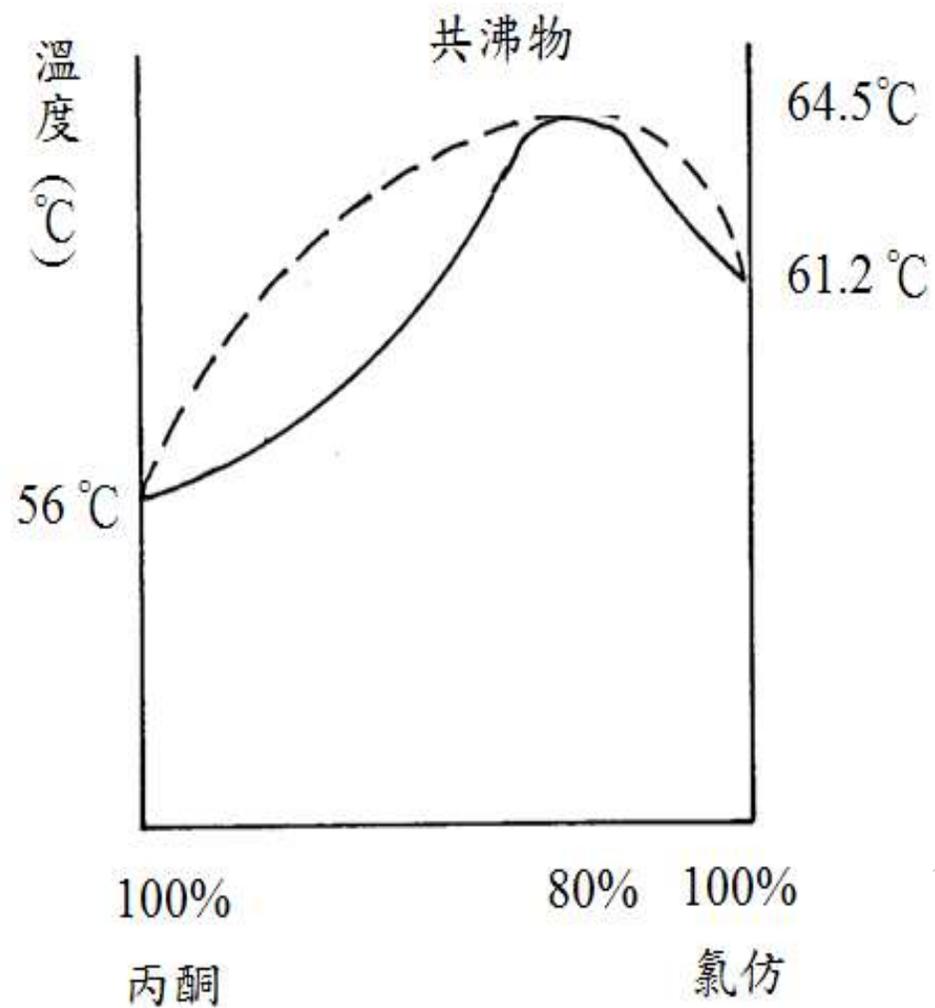
蒸餾簡介

- ▶ 過程：化合物沸騰時完全**氣化**後經冷凝管**凝結**成液體而收集。
- ▶ 方式：
 1. **簡單蒸餾**：分離兩種以上沸點相差大的液體混合物。
 2. **分餾(E3)**：分離兩種以上沸點相差小的液體混合物。
 3. **減壓蒸餾**：低壓下沸點下降，藉此分離較高沸點的液體化合物。
 4. **蒸氣蒸餾**：高沸點難溶物。
- ▶ **沸點**的定義：液體表面**蒸氣壓**與外界**大氣壓力**相等時的溫度。
- ▶ **共沸物**(azeotrope): 兩個以上成分的液體混合物在定壓下沸騰時，其**組成**與**沸點**均保持不變的現象。此時產生的**蒸氣與液體本身有著完全相同的組成**，**共沸物**無法以一般**蒸餾**或**分餾**的方法分離。原因：混合物中相異分子間的作用力大小會使其物理性質與**拉午耳定律**的理想溶液產生偏差。

蒸餾簡介



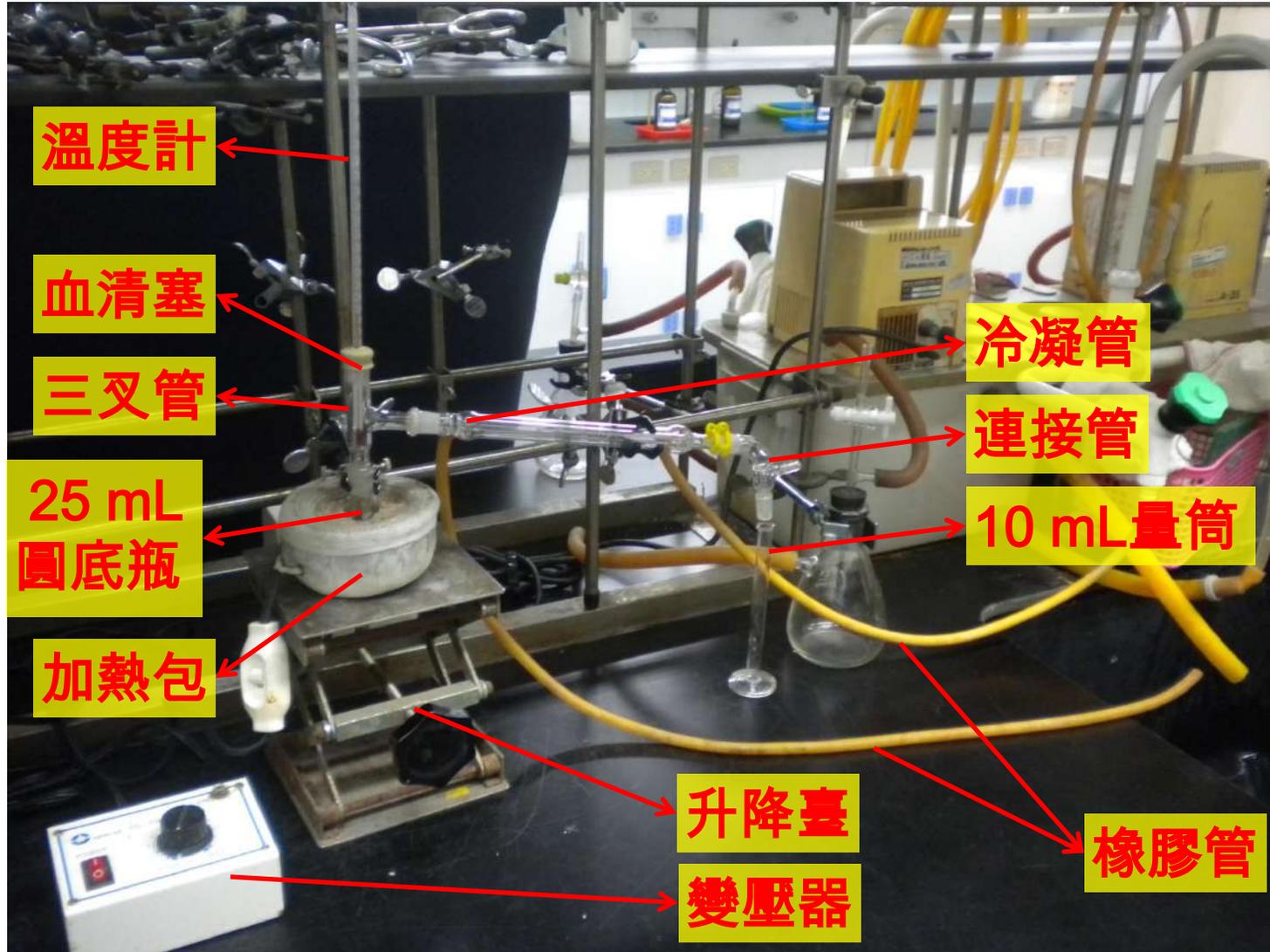
正偏差溶液



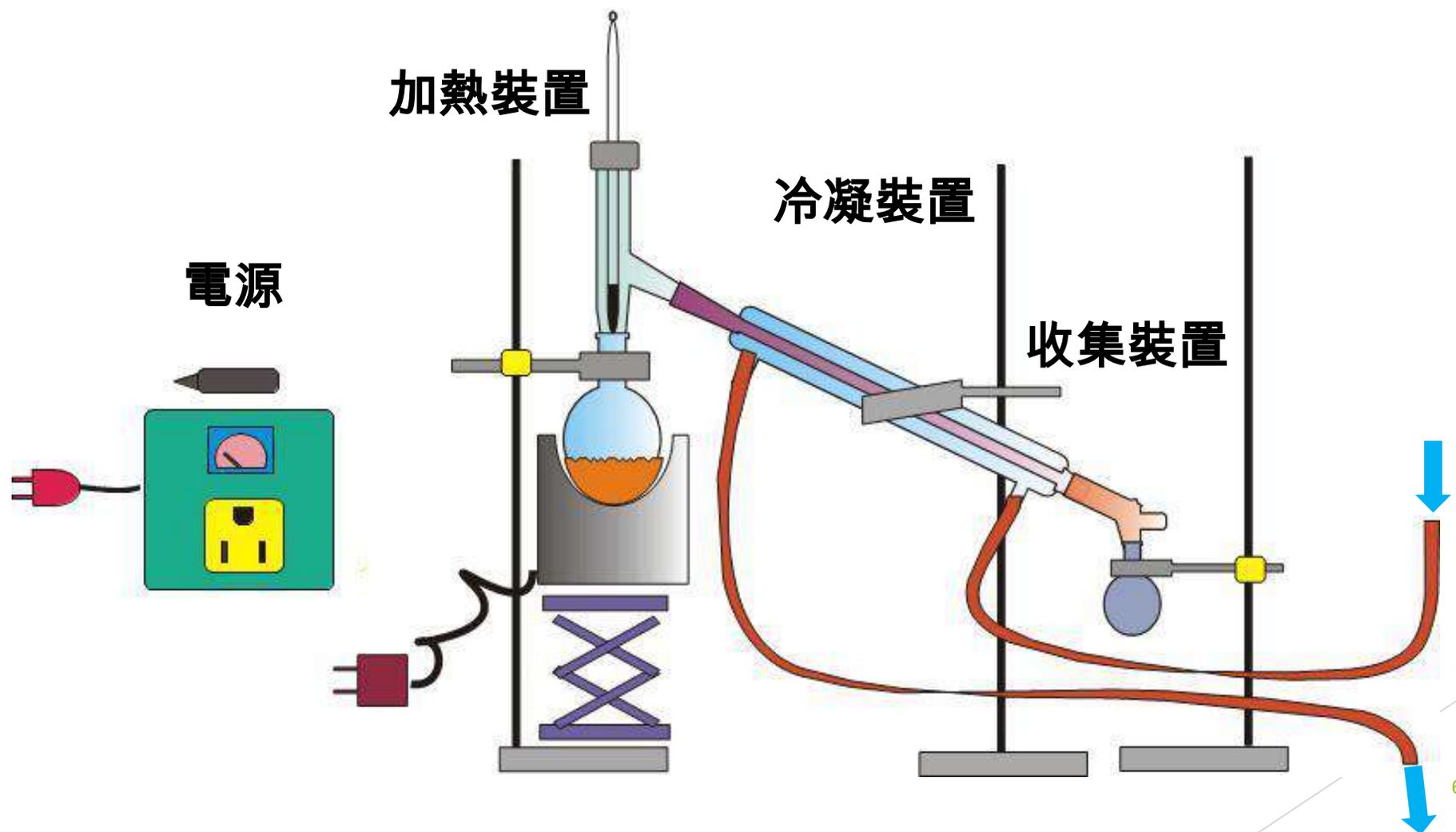
負偏差溶液

實驗器材

蒸餾裝置



標準蒸餾裝置(示意圖)



架設順序

1. 固定25 mL圓底瓶
可先放入數粒沸石

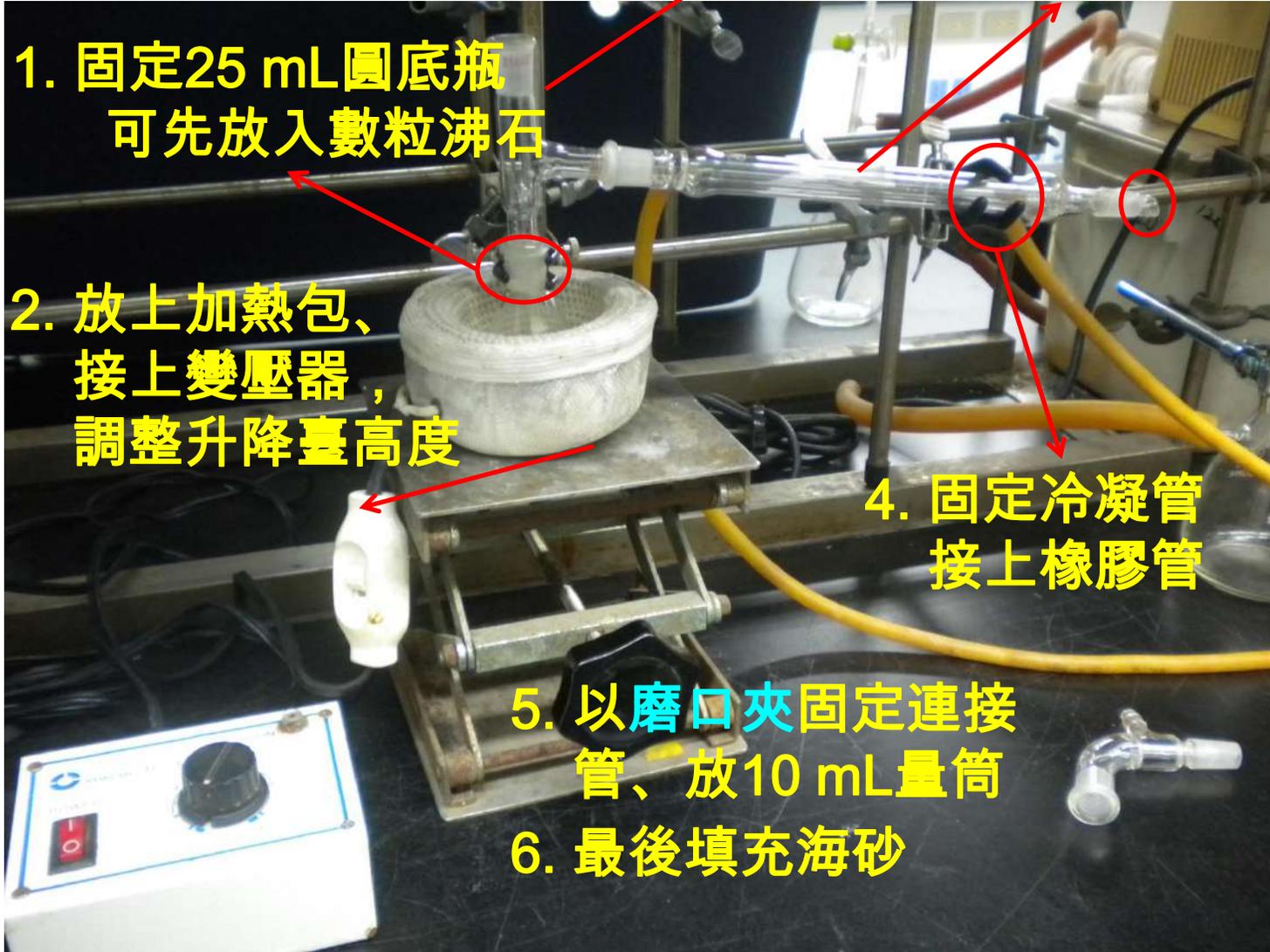
2. 放上加熱包、
接上變壓器，
調整升降臺高度

3. 裝上三叉管及冷凝管
裝上溫度計和血清塞

4. 固定冷凝管
接上橡膠管

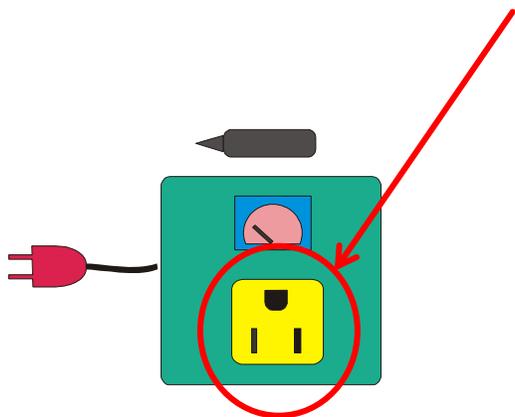
5. 以磨口夾固定連接
管、放10 mL量筒

6. 最後填充海砂



變壓器之操作

加熱包插頭插入



輸入電壓: AC 110 V

物質	沸點 (°C)
乙酸乙脂 (EA)	77.10
2-丁醇共沸物	88.5

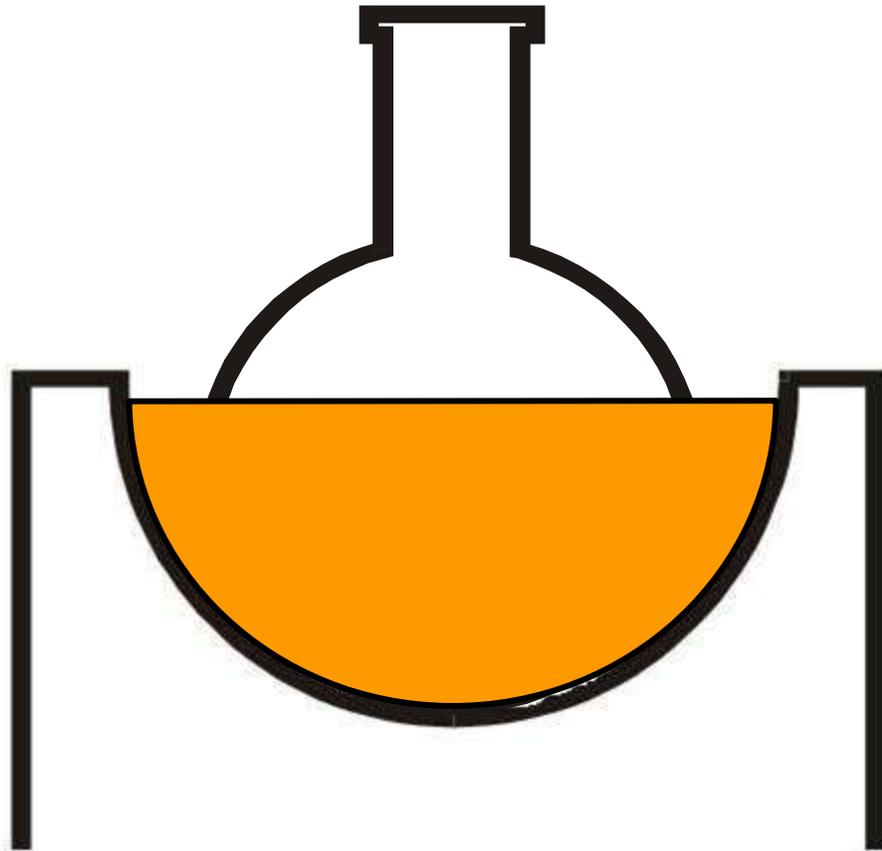
新型變壓器刻度與加熱包之對應溫度(參考用)

刻度	加熱包溫度(°C)
1	65
2	155
3	235
4	300

約10~15 mins達到恆溫

實際情況：開8-9或全開

加熱包海砂填充法



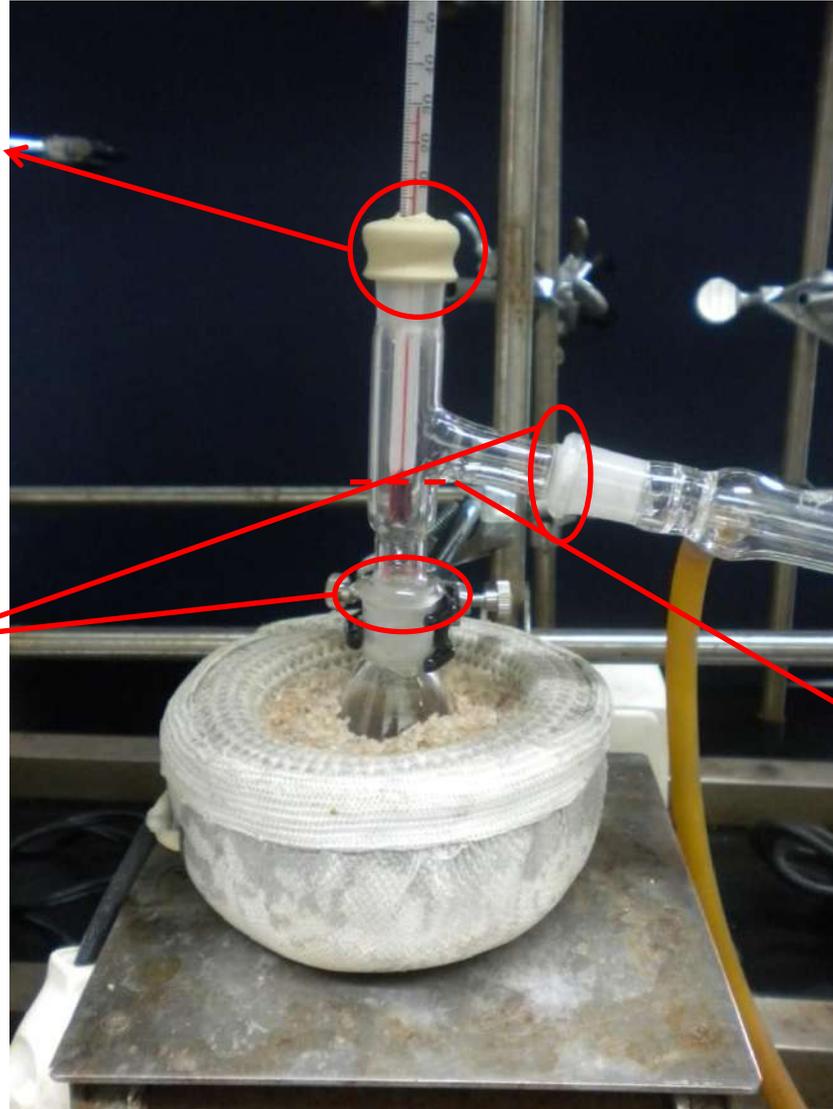
1. 先**放置圓底瓶**。
2. 放置圓底瓶後再**添加海砂**。
3. 海砂**不要添加太滿**，蓋過液面即可。
4. 加熱完冷卻後**海砂回收至鋼瓶**。

三叉管部分

小心將溫度計插入血清塞或者橡皮塞，力矩勿太長。

1. 記得放入沸石數粒
2. 可先用水潤濕溫度計

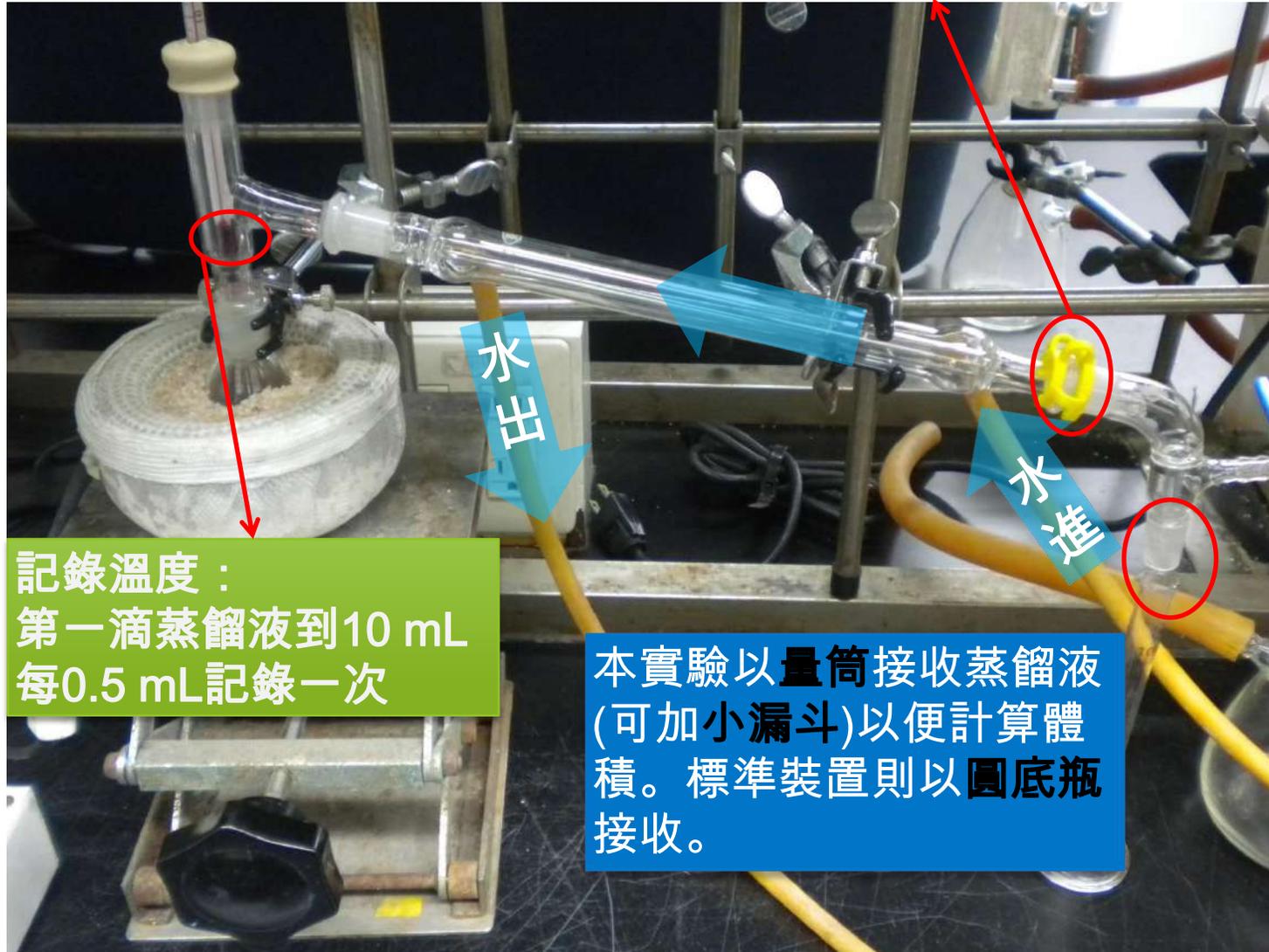
以重力固定磨口處



注意溫度計位置：
酒精球切齊側管下緣

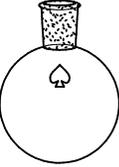
收集與記錄

以磨口夾固定。小心勿掉落！



實驗步驟

純物質的蒸餾(乙酸乙酯)

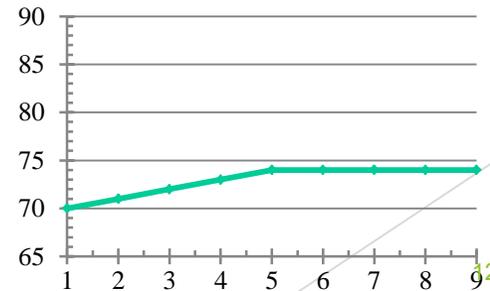

25 mL圓底瓶
15 mL乙酸乙酯

放入數粒沸石 架好簡單蒸餾裝置 變壓器開8-9或全開
(固定玻璃器材、充填海砂、開冷卻水等)
助教檢查後方可
開始加熱

觀察第一滴蒸餾液
流下時的蒸氣溫度
每0.5 mL記錄一次
溫度，直到10 mL
停止蒸餾：降下加熱包 拆卸
記錄圓底瓶內液體殘餘體積
用以計算系統逸失量

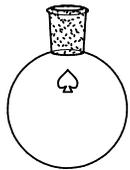
乙酸乙酯回收至有機
廢液回收桶(不含鹵)
沸石未經處理不可重
複使用，丟固體回收。

結報整理數據：用MS-
Excel程式以溫度(°C)
為縱座標、體積(mL)
為橫座標作圖。
(記錄當天的**大氣壓力**)



實驗步驟

共沸物的蒸餾(飽和 2-丁醇 水溶液)



50 mL圓底瓶

放入數粒沸石

架好簡單蒸餾裝置

給助教檢查

變壓器開8-9或全開

21 mL 水

5 mL 2-丁醇

觀察第一滴蒸餾液
流下時的蒸氣溫度

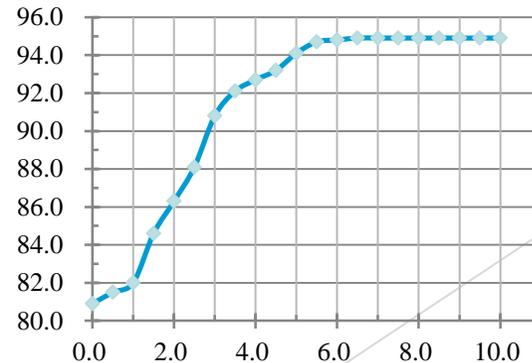
每0.4 mL記錄一次
溫度，直到8 mL

收集4-5 mL後
可調大電壓

停止蒸餾：降下加熱包 拆卸
記錄圓底瓶內液體殘餘體積
用以計算系統逸失量

2-丁醇回收至有機
廢液回收桶(不含鹵)
沸石丟回收瓶。

結報整理數據：同樣以
MS- Excel程式作圖。
(記錄當天的大氣壓力)



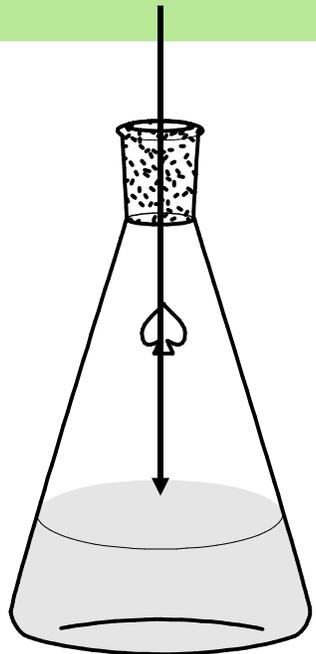
注意事項

- ▶ 2-丁醇、乙酸乙酯為易燃化合物，須遠離熱源。
- ▶ 裝置需用廣用夾固定。架設玻璃裝置不要夾太緊，避免力矩及負壓產生。
- ▶ 橡皮管裝接的深度需足夠。冷卻水下入上出、水壓不可太高。(有流動即可)
- ▶ 連接管側邊開口應保持開放。
- ▶ 記得加熱開始前加入沸石，架好裝置後始可加熱。
- ▶ 加熱包需配合變壓器使用，溫度要適當。
- ▶ 蒸餾完成後關閉電源，並立即移除熱源(調低升降臺)。小心勿蒸乾，否則可能圓底瓶會破裂。

E3 酒精發酵

藥品配製

25 g sucrose
3 g yeast
50 mL water
0.15 g Na_2HPO_4

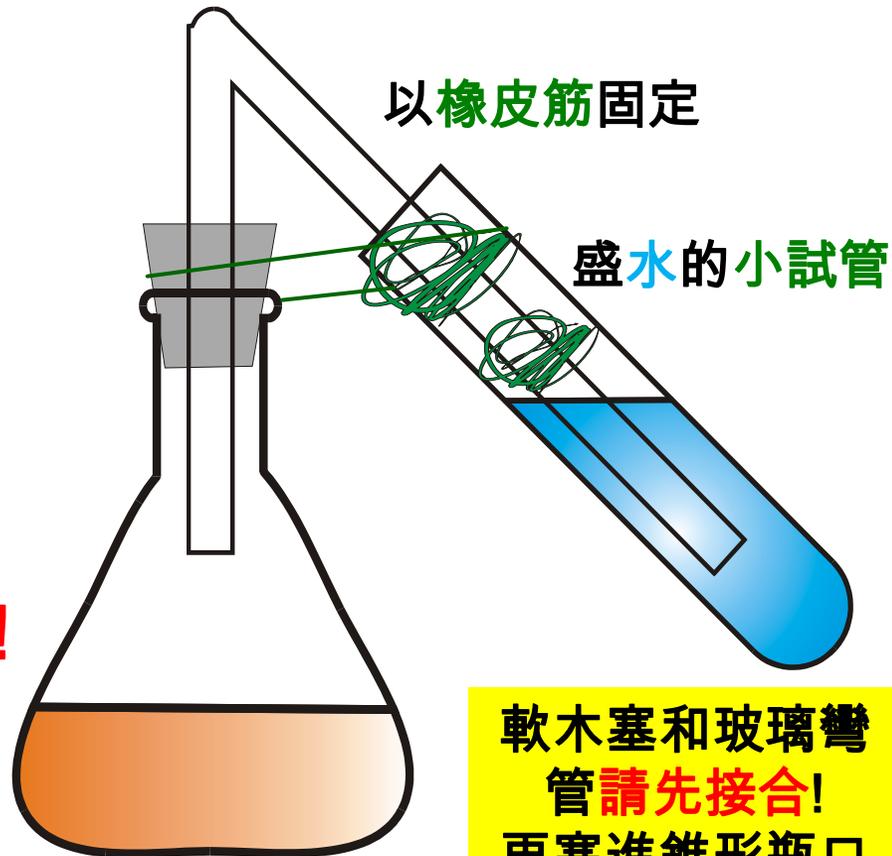


250 mL 錐形瓶

小心將玻璃管塞入軟木塞並塞好錐形瓶、避免劇烈搖晃錐形瓶

記得記錄數據！

留置通風櫥
待次週分餾發酵產生的酒精



以橡皮筋固定

盛水的小試管

軟木塞和玻璃彎管請先接合！再塞進錐形瓶口

實驗數據 (課堂)

- ▶ 乙酸乙酯之蒸餾溫度與體積對照表。
- ▶ 飽和 2-丁醇水溶液之蒸餾溫度與體積對照表。
- ▶ 兩次蒸餾之**殘留液體體積**。

數據分析 (回家)

- ▶ 1. 記算**系統逸失量**。
- ▶ 2. **Excel** 作圖兩張。

誤差討論 (回家)

- ▶ **沸點**文獻值。

結果討論 (回家)

- ▶ 實驗觀察討論。

- 沸石丟hood廢固體回收
- 廢液倒有機不含鹵廢液