



基本操作—减压蒸馏实验



一、实验目的

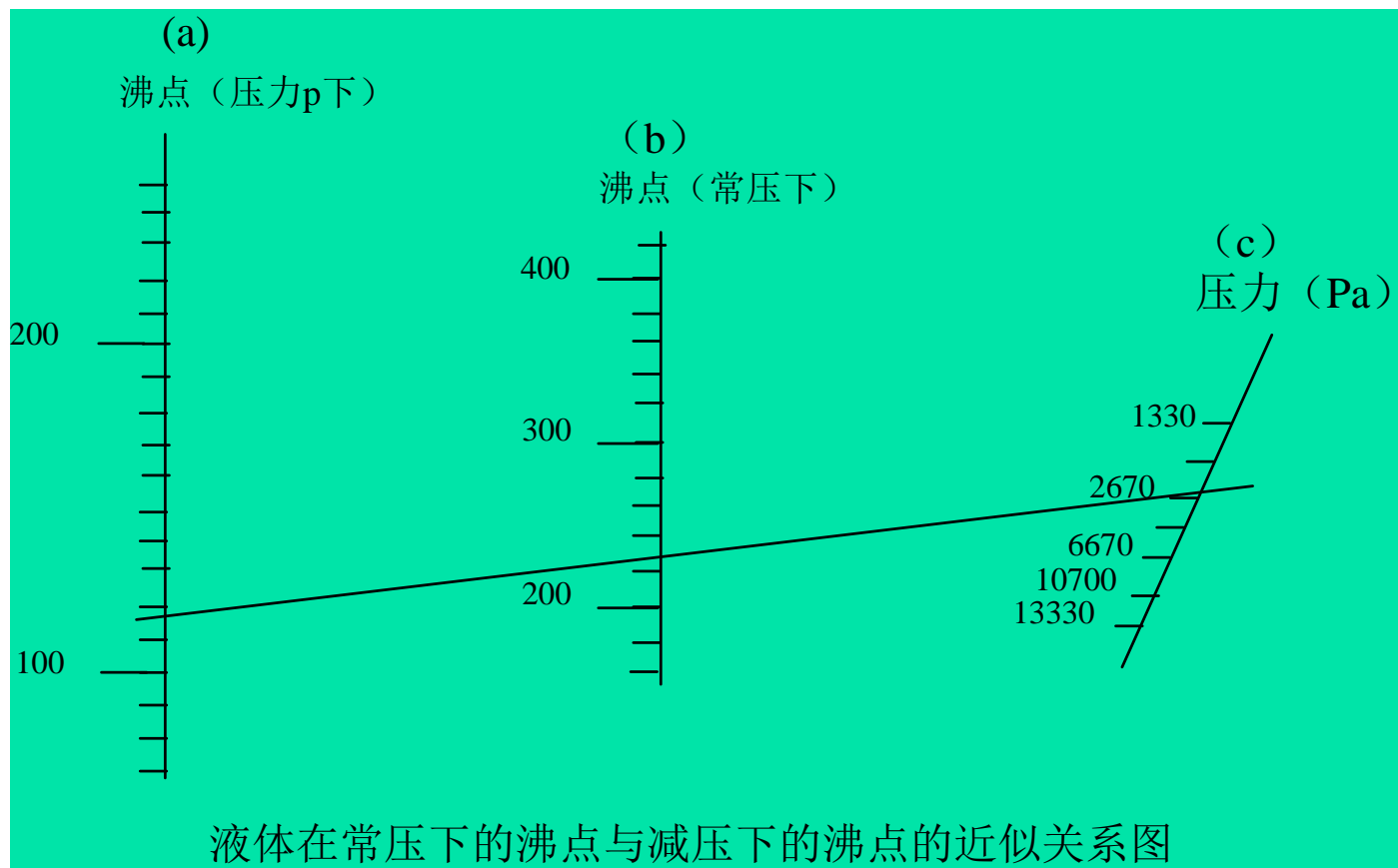
- 了解减压蒸馏的原理和应用
- 掌握减压蒸馏仪器安装和操作方法



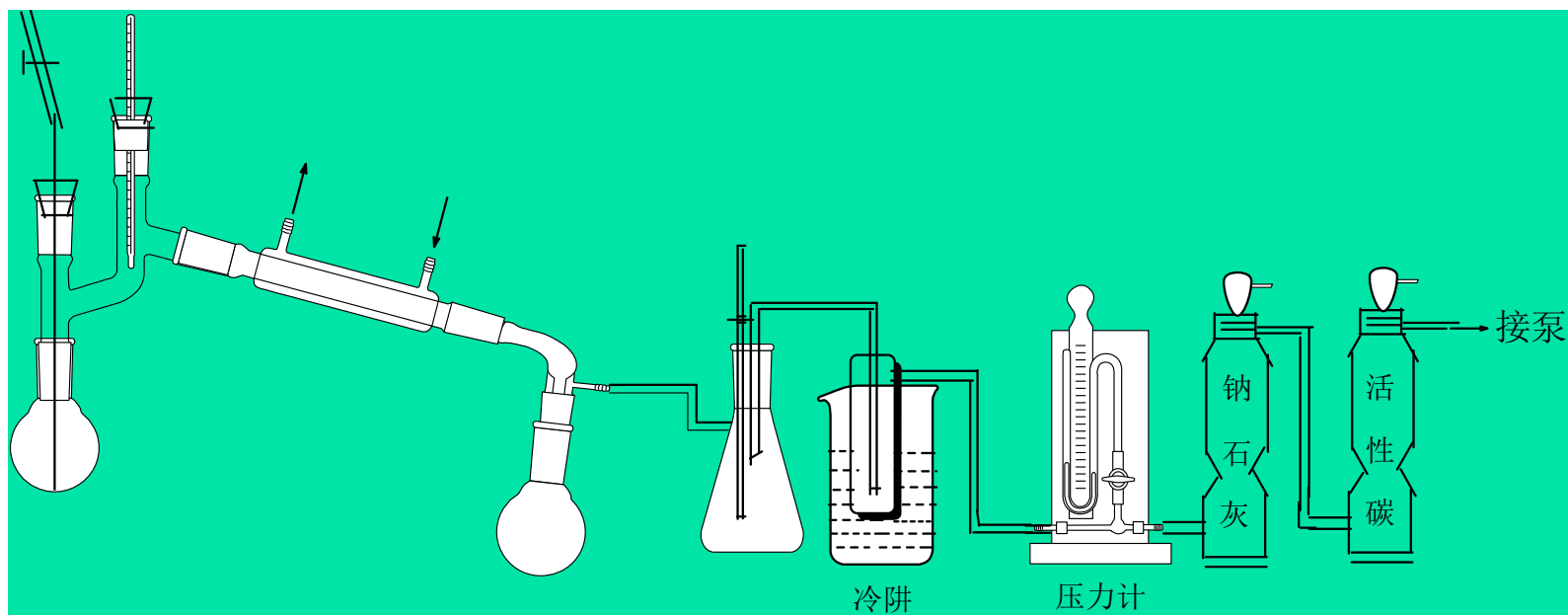
二、实验原理

- 原理： 外界压力降低，液体沸点也随之降低，如压力降到2.666kPa（20mmHg），多数有机物的沸点将比正常沸点降低100℃，由此可使待蒸馏体系降低蒸馏温度。
- 使用场合： 常压蒸馏时易分解、氧化、聚合的高沸物。
- 沸点估算： 可查文献，或根据下图估算

沸点估算图



三、实验装置图





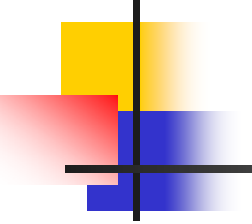
四、实验试剂与器材

- 实验试剂：20ml苯甲酸乙酯
- 器材：减压蒸馏装置包括以下四部分：
 - 蒸馏部分：克氏蒸馏头，园地烧瓶，温度计，毛细管，冷凝管，带支口的接引管（多头接引管），接受器；
 - 抽气部分：水泵或油泵（0.1mmHg）；
 - 测压部分：开口或一端封闭的U形压力计；
 - 保护部分：安全瓶、冷阱、吸收塔。



五、实验操作

- 圆底烧瓶中加好待蒸馏物料（20ml苯甲酸乙酯），旋紧毛细管上的螺旋夹子，打开安全瓶上的二通旋塞，然后开泵抽气。再慢慢关闭安全瓶上的二通旋塞，并通过该旋塞调节体系真空度至所需值。调节毛细管上的螺旋夹子导入，使能冒出一连串小气泡为宜。开冷凝水，用热浴液对蒸馏烧瓶加热（热浴温度一般比烧瓶内液体的温度高20—30℃）。蒸馏速度以2滴/秒



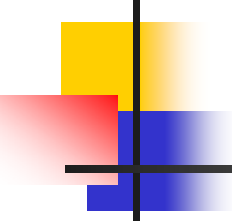
为宜。当有馏分蒸出时，记录其沸点及相应的压力读数，如果待蒸馏物中有几种不同沸点的馏分，可通过旋转多头接引管，收集不同的馏分。实验中测定三组压力和沸点的关系，或将所需的馏分蒸出温度下降即可停止。

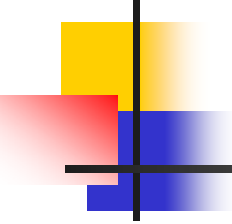
- 关闭时，应先移去热源，旋开毛细管上的螺旋夹子，再慢慢打开安全瓶上的活塞，待系统内外的压力达到平衡后，关闭油泵。



六、注意事项

- 毛细管起沸腾中心和搅动作用，安装时要尽量接近圆底烧瓶底部。
- 待蒸馏溶液的量不超过烧瓶容积的 $1/3$ — $1/2$ 。
- 除冷凝水管外，连接用的橡皮管必须是真空橡皮管。
- 打开油泵后，若系统的真空度无法达到 20mmHg 以上，就该检查系统是否漏气。检查前先将油泵关闭，再分段检查连接部位。

- 
- 如果在蒸馏装置漏气，可在装置的各个连接部位适当地涂一点真空酯，并通过旋转使磨口接头处吻合致密。若在气体吸收塔及压力计等部位漏气，可涂上少许融化的石蜡，并用电吹风加热熔融。检查完毕，再按上述程序开启油泵。
 - 使用油泵时，应防止水分、有机物、酸性物质侵入泵内，配置安全瓶、冷阱、吸收塔的目的就是保护油泵。为了防止泵油倒吸，还可在油泵处配置缓冲瓶。吸收塔中可装上钠石灰、

- 
-
- 活性炭、无水氯化钙，颗粒状氢氧化钠及片状固体石蜡等。
 - 待蒸馏液体中若含有低沸组分，应先进行普通蒸馏尽量把低沸物除区，以保护油泵。
 - 减压蒸馏结束时，安全瓶上的活塞一定要缓慢打开。如果打开太快，系统内外压力突然变化，使水银压力计的压差迅速改变，可导致水银柱破裂。