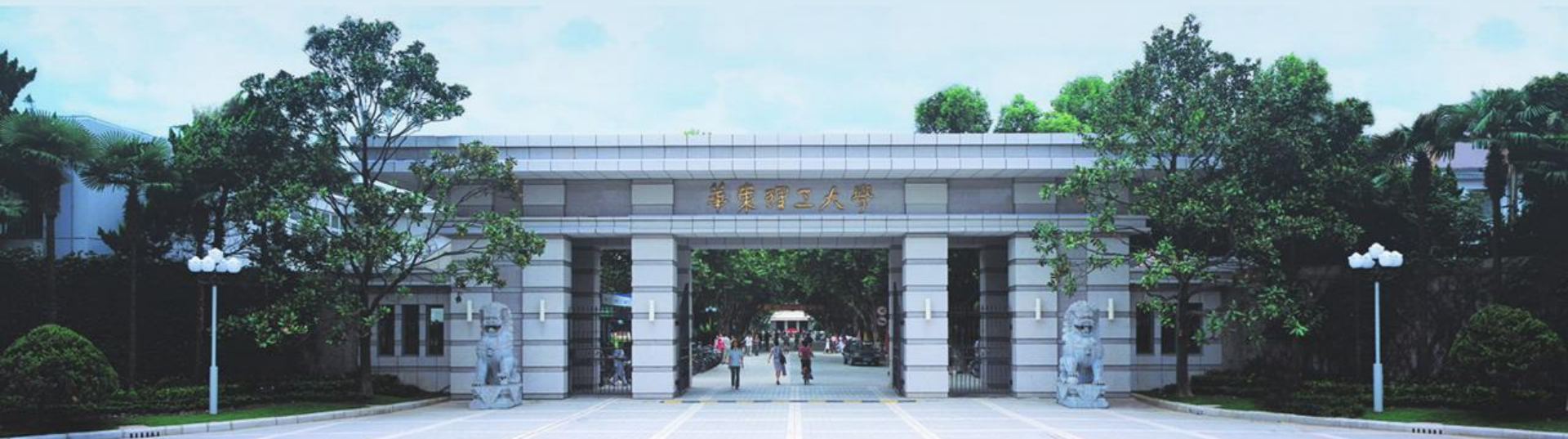




减压蒸馏实验

华东理工大学有机化学教研室、有机化学实验室



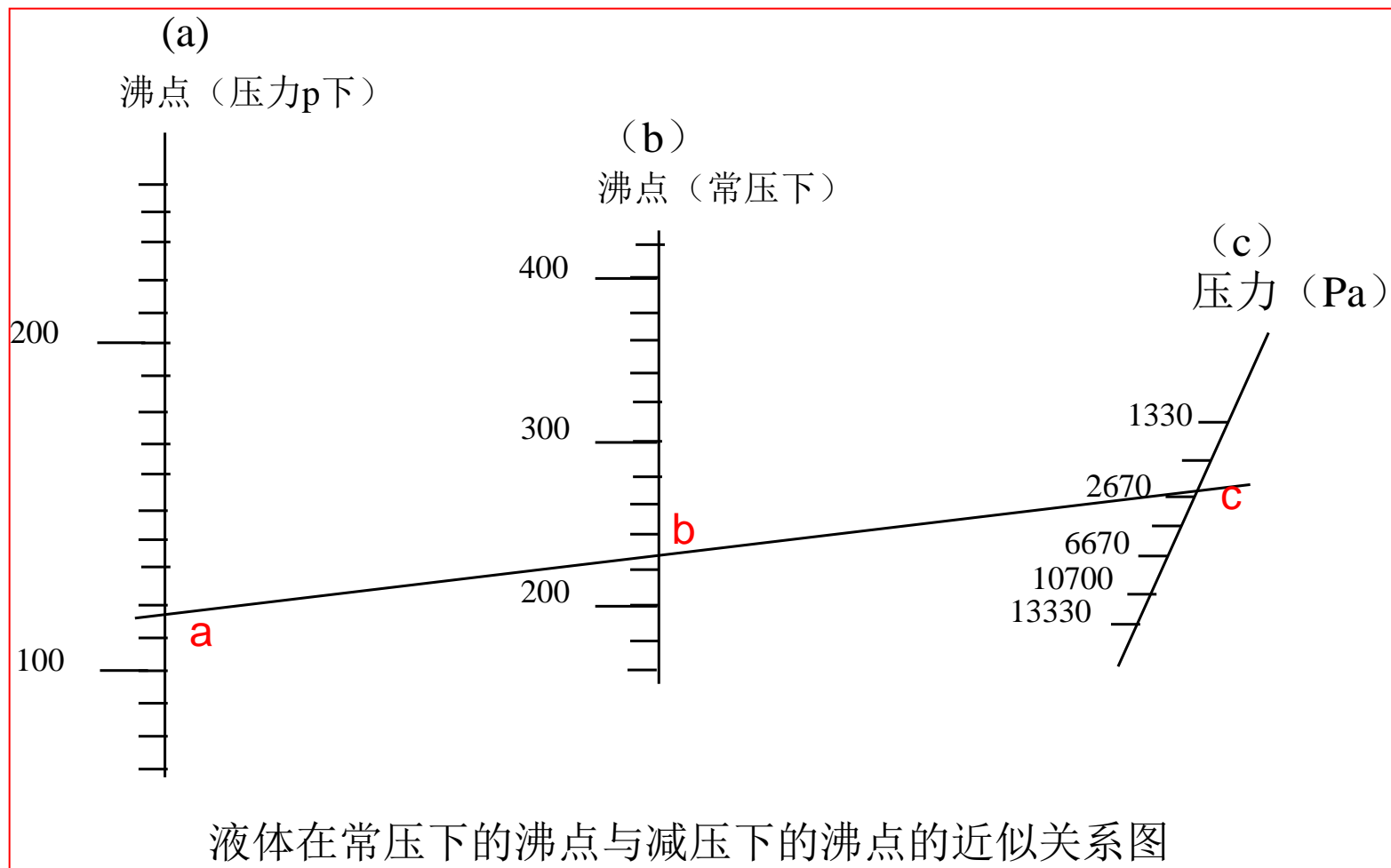
一、实验目的

- 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

- 液体沸点随着压力变化而变化。
- 外界压力降低，液体沸点也随之降低。由此可使待蒸馏体系降低蒸馏温度。
- 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℃。
- 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



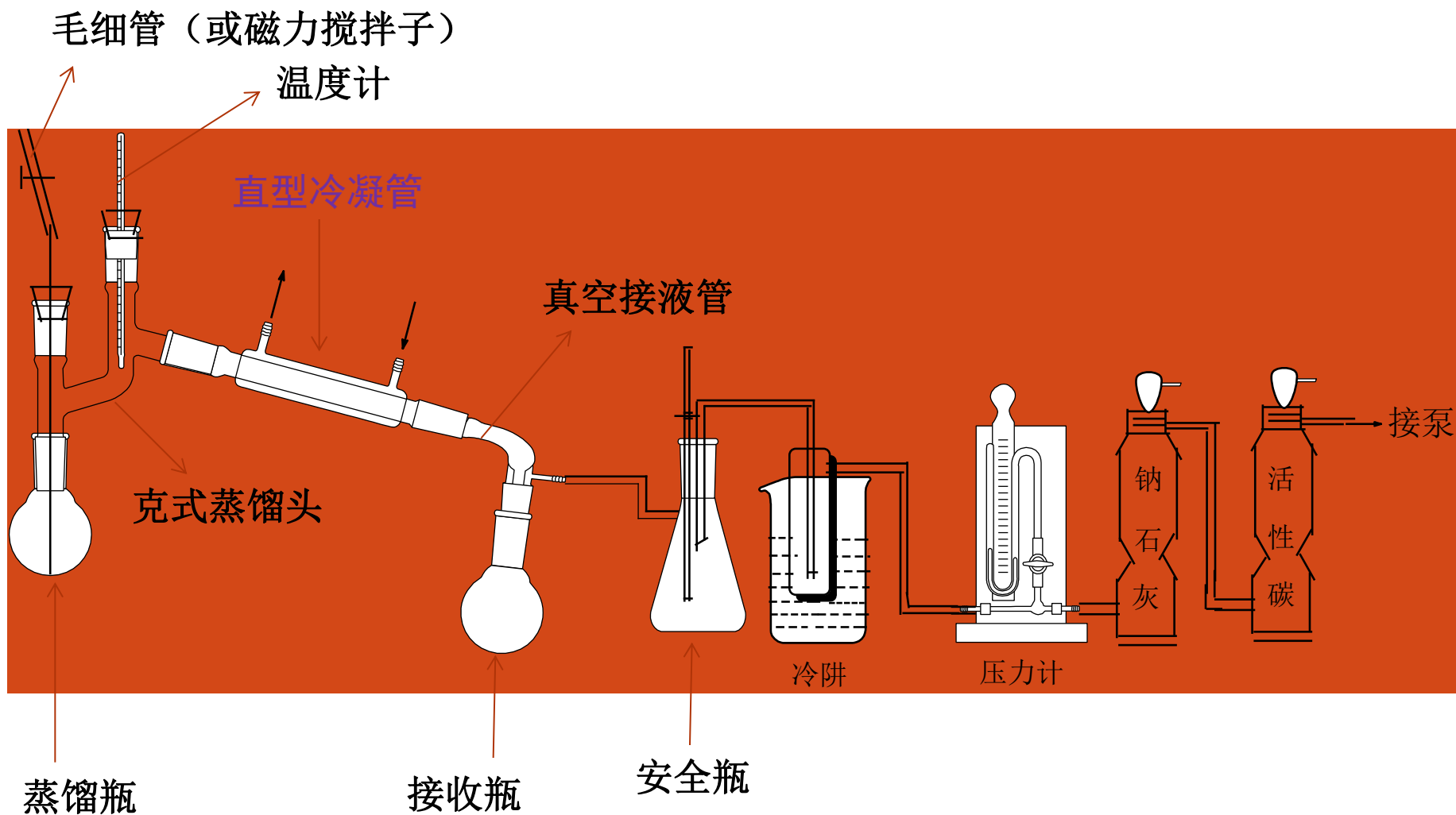
沸点估算图

还可以使用下列公式近似地求出给定压力下的沸点

$$\lg p = A + B/T$$

- p ——液体表面的蒸气压；
- T ——沸点(绝对温度)；
- A 、 B ——常数。
- 如以 $\lg p$ 为纵坐标， $1/T$ 为横坐标作图，可以近似地得到一条直线。因此可从两组已知的压力和温度算出 A 和 B 的数值，再将所选择的压力代入上式即可算出液体的沸点。

三、实验装置



- **减压蒸馏装置包括以下四部分：**

蒸馏部分：克氏蒸馏头，圆底烧瓶，温度计，毛细管或磁力搅拌子，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；或压力计

保护部分：安全瓶、冷阱、吸收塔。

四、主要试剂

苯甲酸乙酯 (ethyl benzoate)

熔点: $-34.6\text{ }^{\circ}\text{C}$; 沸点: $212.6\text{ }^{\circ}\text{C}$; 水溶性: 微溶于热水

外观: 无色透明液体; 闪点: $88\text{ }^{\circ}\text{C}$

天然存在于桃、菠萝、醋栗、红茶中, 也存在于烤烟烟叶中

应用: 用于配制香水香精和人造精油, 也大量用于食品中

- 常用于较重花香型中, 尤其是在依兰型中, 其他如香石竹、晚香玉等香型香精。亦适用于配制香薇等非花香精中, 或可与岩蔷薇制品共用于革香型香精。
- 也用做食用香料, 在鲜果、浆果、坚果香精中均可适用, 如香蕉、樱桃、梅子、葡萄等香精以及烟用和酒用香精中。
- 用作纤维素酯、纤维素醚、树脂等的溶剂。

注意事项

- **健康危害**：吸入、摄入或经皮肤吸收后对身体有害。蒸气或烟雾对眼睛、皮肤、粘膜和上呼吸道有刺激作用。
- **燃爆危险**：该品可燃，具刺激性。

急救措施

皮肤接触：脱去污染的衣着，用流动清水冲洗。

眼睛接触：提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗。就医。

吸入：脱离现场至空气新鲜处。如呼吸困难，给输氧。就医。

食入：饮足量温水，催吐。就医。

五、实验操作

- 安装蒸馏、保护、抽气和测压装置
- 压力计清零
- 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
- 检查体系是否漏气：

逐一捏橡皮管，观察压力计读数是否变化，如有变化，相应部分漏气，做相应调整至无变化。

● 蒸 馏

- 圆底烧瓶中加入待蒸馏物料（20ml 苯甲酸乙酯）；
- 开冷凝水，开动搅拌；减压（压力计清零、开泵、关闭安全瓶上的二通旋塞）；
- 加热蒸馏烧瓶，蒸馏速度以1-2滴/秒为宜；
- 当压力稳定，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；
- 关闭时，应先移去热源，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，最后关压力计。

六、注意事项

- 磁力搅拌子起沸腾中心和搅动作用，
- 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。
- 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去，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。**

七、实验清理

- 1. 固体废弃物（玻璃、纸屑、沸石、滤纸等）不得丢入水槽内，需要倒入指定的固体回收桶
- 2. 滤液倒入废液桶
- 3. 苯甲酸乙酯倒入回收瓶

八、思考题

- 1、减压蒸馏的原理是什么？
- 2、减压蒸馏前，低沸物应尽量除尽的原因是什么？
- 3、减压蒸馏的装置是由哪几部分组成？
- 4、油泵和水泵，都需要保护吗？