

实验台号19

# 浙江大学实验报告

92

课程名称: 有机化学实验 实验类型: 基础型实验

实验项目名称: 酒类的蒸馏及折光率的测定

学生姓名: 秦寒冰 专业: 生物科学(强基) 学号: \_\_\_\_\_

同组学生姓名: 无

指导老师: 蓝国纯

实验地点: 化学实验中心 532 实验日期: 2025 年 9 月 25 日

装订线

- 一、实验目的和要求
- 二、实验内容和原理
- 三、主要仪器设备(装置图)
- 四、主要试剂及产物的理化性质
- 五、实验步骤和现象及数据记录
- 六、实验结果与分析
- 七、讨论、心得

## 一、实验目的

- ①. 熟悉蒸馏法提纯和分离化合物的原理.
- ②. 掌握蒸馏操作的方法, 包括装置的组装, 仪器的选择, 加热方法, 馏分的接收等.
- ③. 掌握用蒸馏法测定液体化合物的沸点(常量法).

## 二、实验原理

- ①. 蒸馏: 将液体混合物加热至沸腾, 使液体气化, 然后将蒸气冷凝为液体的过程, 可以使混合物中各组分得到部分或全部分离. 当液体混合物受热时, 低沸点物质易挥发, 首先被蒸出, 高沸点物质因不易挥发或挥发少量气体易被冷凝而滞留在蒸馏瓶中,

实验名称: \_\_\_\_\_ 姓名: \_\_\_\_\_ 学号: \_\_\_\_\_

从而使混合物中某些组分纯度得以提高,通过蒸馏可除去不挥发性杂质.

②、沸腾与饱和蒸气压: 液体  $\xrightarrow[\text{一定温度}]{\text{分子热运动}}$  蒸气压  $\xrightarrow{\text{气液平衡}}$  饱和蒸气压  
温度上升时饱和蒸气压也上升,温度上升至饱和蒸气压与液体所受压力相等时,液体表面与内部都发生气化(沸腾)

③、沸程与液体纯度: 纯的液体有机化合物在一定压力下有一定的沸点,液体的沸点范围可代表其纯度. 纯的液体沸点范围一般不超过  $1-2^{\circ}\text{C}$ . 共沸物气相组成与液相组成完全相同,可以蒸出共沸物达到除去其他共沸组分的目的.

④、常压蒸馏: (1). 可以将易挥发液体与不挥发液体或固体杂质分离开来.

(2). 把混合物中沸点相差较大 ( $30^{\circ}\text{C}$  以上) 的两种或多种液体分离.

(3). 蒸馏时产生的馏出液温度为该馏分沸点,因此蒸馏可测定沸点.

### 三、主要试剂及产物的物理常数.

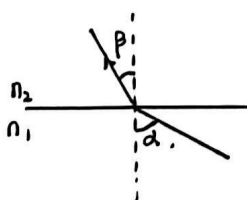
名称	分子量	性状	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	沸点/ $^{\circ}\text{C}$	相对密度 $\frac{g/\text{cm}^3}{\text{水}}$	折光率	溶解度
乙醇	46.068	无色透明液体	-114.14	78.24	0.7893	1.361	溶于水、甲醇、乙醚

H<sub>2</sub>O ?

- 2

### 二、实验原理补充:

折光率: 光在不同介质中传播速度不同,光从一种介质射入另一种介质时,在分界面上发生折射,改变光传播方法. 折光率  $n = \frac{c_1}{c_2} = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$



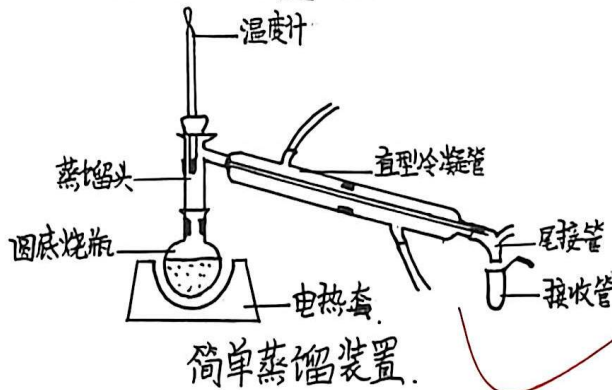
$$n_1 = 1 \text{ 时, } n = n_2 = \frac{1}{\sin \beta_0}$$

$$\text{折光率转化: } n_D^T = n_D^t + 4 \times 10^{-4} (t - T)$$

折光率的测定可以判断有机化合物纯度、鉴定有机化合物、确定液体混合组成.

实验名称: \_\_\_\_\_ 姓名: \_\_\_\_\_ 学号: \_\_\_\_\_

### 四、主要仪器设备(实验装置图)



### 五、实验步骤、现象、数据记录

- ① 选择合适的热源, 合适蒸馏瓶, 调节装置自下而上, 从左到右依次安装仪器。
- ② 量取30mL 52%的白酒, 通过长颈漏斗先加入几粒沸石在蒸馏瓶中, 再将白酒加入。
- ③ 安装温度计, 调节温度计水银球合适位置。确认装置平稳、严密后通冷却水, 加热。待有冷凝液体进入冷凝管后记录温度, 收集1~2 mL前馏分, 调节蒸馏速度1~2滴/秒。每收集2mL左右记录一次沸点与馏出液总体积。
- ④ 温度上升至90°C以上, 馏出液总体积约15 mL左右时停止加热, 关闭冷凝水, 降温后拆除装置。

#### 乙醇标准液折光率测定:

- ① 配制系列乙醇溶液浓度(V/V) 0%, 10%, 20% ~ 100% (每10%一个梯度)。
- ② 测定各浓度乙醇折光率。
- ③ 绘制标准曲线 ④ 测定馏出液的折光率

开始加热后, 圆底烧瓶内有水雾产生。温度计变化缓慢。

加热一段时间后, 温度计示数上升明显, 有液体冷凝出来 **外观?**

收集馏出液时前几份温度变化不明显, 待收集较多馏出液后, 温度上升明显。

	温度	体积
前馏分	80°C ~ 81°C	2 mL
①	82°C	2.5 mL
2	82°C	2 mL
3	82°C ~ 83°C	2.3 mL
4	83°C ~ 84°C	2 mL
5	84°C ~ 88°C	2.4 mL
6	88°C ~ 92°C	1.7 mL

标准液浓度:	0%	10%	20%	30%	<del>40%</del>	50%	60%	70%	80%	90%	100%
折光率	1.3329	1.3302	1.3448	1.3463		1.3509	1.3541	1.3541	1.3557	1.3573	1.3573
温度/°C	28.1	28.1	28.1	28.0		27.8	27.8	27.6	27.5	27.3	27.3

实验名称: \_\_\_\_\_ 姓名: \_\_\_\_\_ 学号: \_\_\_\_\_

### 六、实验结果与分析.

本次实验收集到的前馏分 2mL ; 主馏分 12.9 mL . 30mL 的 52% 白酒预计的馏分总体积应为  $V_{预} = 30\text{mL} \times 52\% = 15.6\text{mL}$  . 总馏分收集为  $V_{总} = 14.9\text{mL}$

总的产品馏分收率为  $w_{总} = \frac{V_{总}}{V_{预}} \times 100\% = \frac{14.9}{15.6} \times 100\% \approx 95.5\%$  .

主馏分的产品馏分收集为  $w_{主} = \frac{V_{主}}{V_{预}} \times 100\% = \frac{12.9}{15.6} \times 100\% \approx 82.7\%$  .

分析: 整体的产品收率还是较为不错, 收率高.

对于产品折光率的分析: 标准系列体积分数的酒精体积与折光率分析:

由于系列标准液测折光率时温度存在差异, 因此利用换算公式统一:  $n_D^T = n_D^t + 4 \times 10^{-4} (t - T)$  .

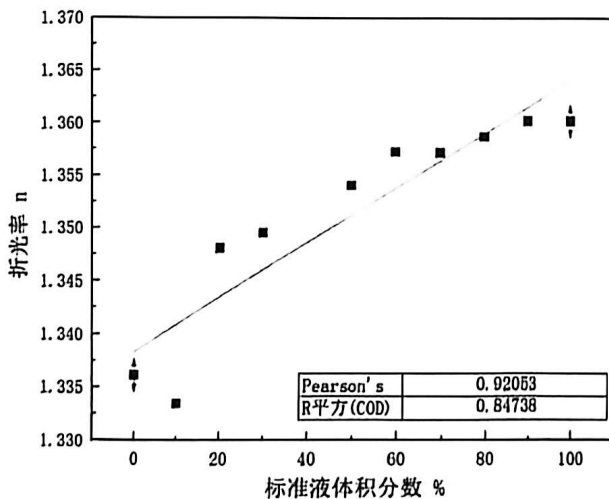
以下为修正为 20°C 后对应的折光率与体积分数表.

浓度%: 0 10 20 30 50 60 70 80 90 100

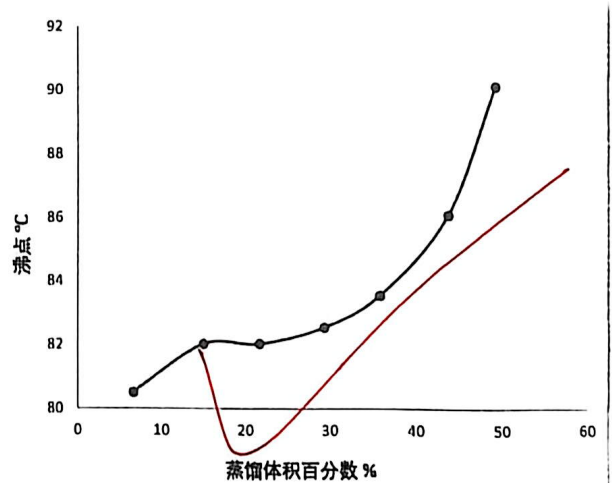
折光率: 1.33614 1.33344 1.34804 1.34950 1.35402 1.35722 1.35714 1.35870 1.36022 1.36022 .

根据上述可做出不同体积浓度的酒精与折光率关系图.(图一).

同时, 由不同收集馏分的体积与对应沸点温度范围关系, 可做出沸点对蒸馏线体积分数的蒸馏曲线图.(图二).



图一 体积分数与折光率关系图



图二 蒸馏体积百分数与沸点关系图

### 七、实验讨论、心得.

本次实验酒精中所蒸馏得到的产率较高, 总体蒸馏效果不错. 对于产品产率的提高, 可以尝伏多收集一些 90°C 之后的馏分, 如 90-100°C 之间, 观察这一部分馏分体积, 大致判断蒸馏情况.

实验名称: \_\_\_\_\_ 姓名: \_\_\_\_\_ 学号: \_\_\_\_\_

而对于折光率的测定,由于整体实验中此部分复现性较差,存在不同体积分数标准液的折光率相同的现象,因此仅可由部分数据进行大致描绘.由图一可见,除部分数据的偏差,整体上标准液体积与折光率呈线性相关.体积分数越大,折光率越大.

本次操作中折光率来推断主馏分体积分数为一种方法,可以尝试对不同浓度酒精的标准液进行密度测定,通过密度进而判断馏出液的纯度.

-4

甘  
霖  
25.10.22

装

订

线