

基础有机化学实验教学中的操作细节 ——常压蒸馏教学实践经验谈

李芳¹, 赵卫光^{2,*}

¹ 南开大学化学学院, 化学国家级实验教学示范中心, 天津 300071

² 南开大学化学学院, 元素有机化学研究所, 天津 300071

摘要: “致广大而尽精微”是成事之道。常压蒸馏是有机化学实验的基本操作。在文献的查询过程中发现, 无论教材还是文章, 对常压蒸馏的一些操作细节都没有进行深入的讨论。很多学生, 包括部分教师对蒸馏操作的细节都存在误区。根据多年的有机合成实践经验, 对从仪器的安装、使用方法到蒸馏操作全过程中的细节和常犯的错误进行详细的解析, 与同行共同探讨, 使学生快速掌握蒸馏操作技巧。

关键词: 常压蒸馏; 基本操作; 教学

中图分类号: G64; O6

Operation Details in Teaching Basic Organic Chemistry Experiments: Practical Technique of Atmospheric Distillation

Fang Li¹, Weiguang Zhao^{2,*}

¹ National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education, College of Chemistry, Nankai University, Tianjin 300071, China.

² State Key Laboratory and Institute of Elemento-Organic Chemistry, College of Chemistry, Nankai University, Tianjin 300071, China.

Abstract: The devil is in the details. Although atmospheric distillation is a basic purification technique in organic chemistry, a literature search on the subject revealed that many practical details of the process are not explained in depth, whether in textbooks or articles. As a result, many students and even some teachers harbor misconceptions about distillation techniques. Based on knowledge acquired from years of practical experience in organic synthesis, this paper presents these missing details as well as common mistakes encountered throughout the distillation process, from the setup and use of the lab equipment to the distillation itself. It is hoped that this paper will facilitate fruitful discussions with peers and help students master distillation in the lab.

Key Words: Atmospheric distillation; Basic operation; Teaching

《中国学生发展核心素养》认为核心素养是“学生应具备的, 能够适应终身发展和社会发展需要的必备品格和关键能力”^[1]。基础有机化学实验是大学化学中一门重要的基础实验课^[2], 笔者对于基础有机化学实验中的素质教育和思政教育曾发表过多篇论文^[3–6], 讨论在训练学生牢固掌握实验的基本操作和基础知识的同时, 如何加深学生对化学理论和基本概念的理解, 提高学生的动手能力和

分析问题、解决问题的能力,将来能够更好地应用所学解决实际问题。

习近平主席强调注重创新发展,在2014年亚太经合组织(APEC)工商领导人峰会上,他指出“惟创新者进,惟创新者强,惟创新者胜”。在2021年中央经济工作会议上,习近平主席提到“‘致广大而尽精微’是成事之道^[7]”,2022年新年贺词中再次提到“致广大而尽精微”。不谋全局者,不足谋一域,而“尽精微”才能决定成败。实践证明,创新往往存在于细节之中,细节是创新之源。

常压蒸馏在石油化工及其他化学工业中的广泛应用,是液体有机化合物的一种非常重要的分离提纯方法,也是大学基础有机化学实验中最重要实验基本操作训练之一^[8]。近些年来有关蒸馏的高考题频繁出现^[9],说明了蒸馏在化学学习各阶段的重要性。对于常压蒸馏操作已有很多讨论,如对馏分温度接收的探讨^[10],对实验中冷凝水、温度计水银球位置的探讨^[11],利用蒸馏方法分离混合物的课程设计^[12]以及从物理化学蒸气压的角度讨论蒸馏的原理等^[13,14]。然而,无论教材还是文章,对常压蒸馏的一些操作细节都没有进行很深入的讨论,很多学生,包括部分教师都没能很好地掌握常压蒸馏操作。本文根据笔者多年的有机合成实践经验和教学经验,着重对仪器的安装和蒸馏操作中的细节和常犯的错误进行详细的解析,与同行共同探讨,使学生能够快速掌握蒸馏操作技巧。

1 仪器的安装

1.1 安装原则

1.1.1 选择合适的仪器

使用仪器包括铁架台(或网格架)、升降台、磁力搅拌、电热套(或油浴锅)、十字夹、铁夹、圆底烧瓶、磁子(或沸石)、蒸馏头、螺旋接头和普通温度计(或磨口温度计)、直行冷凝管、接液管以及锥形瓶或圆底烧瓶若干。

其中圆底烧瓶选择需要注意的是,所需蒸馏液体的体积不应少于烧瓶体积的1/3,不超过烧瓶体积的2/3。少于1/3会影响蒸馏收率,多于2/3容易导致烧瓶上部空间过小,沸腾时液体容易冲出。对于一些蒸馏时容易起泡的液体,体积最好不超过烧瓶体积的1/2。

1.1.2 仪器的检查

- (1) 使用前需要注意检查玻璃仪器是否有裂纹,有问题的仪器一定不能使用。
- (2) 电磁搅拌需要提前检查搅拌和加热功能是否良好。

1.1.3 安装原则

实验仪器的安装一般都是按照从下到上、从左到右的顺序(或从中间到两侧)。拆除仪器时,一般与安装仪器相反的顺序进行拆卸。

仪器安装后一定要保证周正、牢靠。从正面和侧面看,要保证仪器的垂直和水平,用手轻轻晃动仪器,仪器整体不能出现晃动。

1.2 仪器安装

如图1所示,仪器的安装首先在靠近铁架台(或网格架)处摆好升降台,调节好高度,方便加热设备的拆除或更换。

圆底烧瓶内装入磁子,并将烧瓶放入电热套内。禁止装好仪器后再放磁子,防止砸碎烧瓶。原因是高度过高,同时磁铁的吸引力会加大冲击力。

目测合适的高度固定好十字夹,不掉即可,不用拧紧。将铁夹柄夹到十字夹上,调整合适的位置,预紧固定。铁夹夹好烧瓶颈,拧紧固定,注意一定不要夹在烧瓶口。夹好后,依次用力紧固十字夹、烧瓶夹。夹子质量较差时,可能造成夹子移位,适当调整位置后,继续紧固。预紧的目的是使夹子固定在大概合适的位置,需要调整位置时,稍微用力扭动即可,不需要反复松紧螺母。

安装好蒸馏头后,在蒸馏头支管延长线,大约冷凝管一半长度的位置夹好十字夹和铁夹,预紧。将直行冷凝管接好上下水管后,与蒸馏头连接,适当调整夹子的位置和角度,使铁夹固定端刚好托住冷凝管,依次紧固十字夹、铁夹。如有位移,适当调整位置,使铁夹固定端刚好托住冷凝管,最后拧紧冷凝管的夹子。

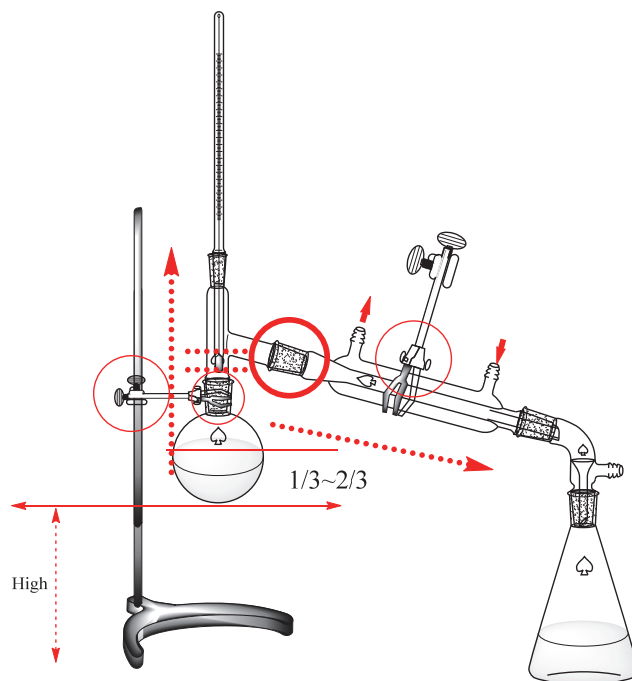


图1 常压蒸馏仪器的安装示意图

安装好接液管后，连接锥形瓶，并用升降台托住锥形瓶，此时需要注意锥形瓶和接液管之间不要留空隙，以减少挥发。接液管上有接口通大气，可以保持内外压力平衡。过去接液管需要接软管通入水槽，排出尾气，在通风橱中使用时，不需要此操作。

从正面和侧面检查仪器的安装是否垂直周正，检查仪器是否牢固，各个磨口连接处是否连接紧密，有没有脱开现象。最后装上温度计。

初次安装仪器时，蒸馏头和冷凝管之间非常容易连接不紧，留有空隙，造成蒸气外溢，降低收率，并容易发生危险，需要指导教师注意观察及时纠正。这时我们也可以使用塑料夹将烧瓶和冷凝管连接固定，此外塑料夹也可以用于冷凝管和锥形瓶的连接，以防掉落。另外，蒸馏头和圆底烧瓶有时也容易连接不紧，需要注意检查。

1.3 电热套的使用

如使用电热套加热，须注意以下事项：(1) 电热套要和圆底烧瓶规格一致，勿过小或过大，均会导致接触面积过小，以至于使用过高的电压，电阻丝温度过高，如有有机溶剂撒入容易发生意外。(2) 圆底烧瓶和电热套间距1毫米，过远会导致使用电压过高，过近容易造成局部过热。我们可以通过调节升降台，使电热套与圆底烧瓶接触，然后反向旋转半圈，略微降低高度即可。(3) 电热套不可进水或化学试剂，如进水需要更换电热套，以防短路。如使用油浴加热，需要注意试剂不要洒落到油浴里面。采用油浴加热和加热块加热的方式，还需要注意检查热电偶是否在油浴或加热块中。(4) 加热前应检查是否加入磁子，并打开搅拌。如无电磁搅拌，也可以使用电热套，并预先加入1-2粒沸石，防止爆沸。如加热过程中发现忘记加沸石，应立即停止加热，待冷却到沸点以下几度后补加沸石。

1.4 夹子的使用

蒸馏所用的夹子分为十字夹和铁夹，见图2a。其中十字夹是用来固定铁架台或网格架与铁夹的，使用时需要注意十字夹的开口一定要朝上，见图2c，以防螺丝拧不紧时，铁夹掉落。

铁夹分为烧瓶夹、万能夹和三抓夹。烧瓶夹用来固定烧瓶，也可用于冷凝管的固定。万能夹用于固定冷凝管，不能用于固定烧瓶，因为万能夹开口过大，不能夹紧烧瓶，容易发生危险。烧瓶和

冷凝管都可以使用三爪夹固定。使用时须注意铁夹固定的一端在下面，见图2b，方便调节，放好冷凝管后，上面拧紧螺丝即可；如果活动端在下，拧紧螺丝时，冷凝管会随之移动，不方便固定，或造成蒸馏装置之间相互较劲。需要说明的是三爪夹又分为单调节和双调节，对于双调节的三爪夹固定仪器时，调节好一侧，当作固定端使用即可。

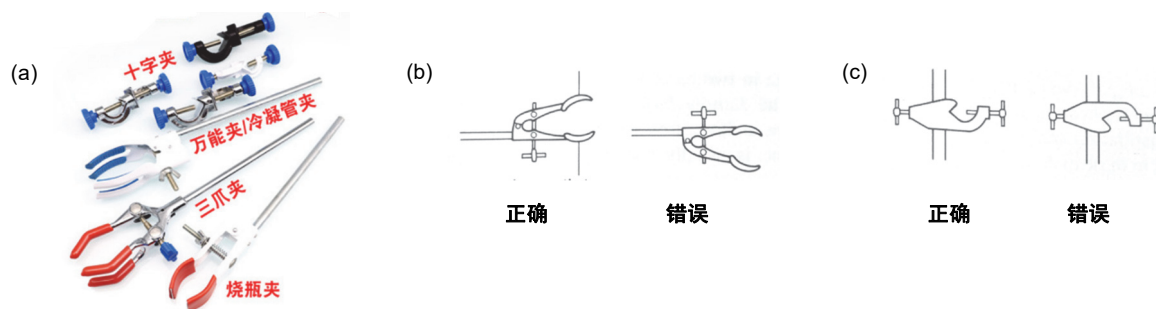


图2 十字夹和铁夹种类及使用方法

1.5 冷凝管的使用

首先在安装冷凝管前，需要先连接水管，尽量避免仪器安装好后安装水管，此时安装较为不便，特别是对初学者来说，容易造成仪器损坏，并带来人身伤害事故。

其次在安装水管时，拿冷凝管的手一定握紧水管连接处，见图3a；如握得过远，见图3b，非常容易使冷凝管断裂，造成划伤，极端情况会造成严重事故。另一只手拿住胶管来回旋转拧入，不要用力过猛，如果胶管内径过细，可以用胶管沾水润滑。同时胶管应插到冷凝管进出水口宝塔头第二层以后，见图3c，避免使用过程中胶管脱落。

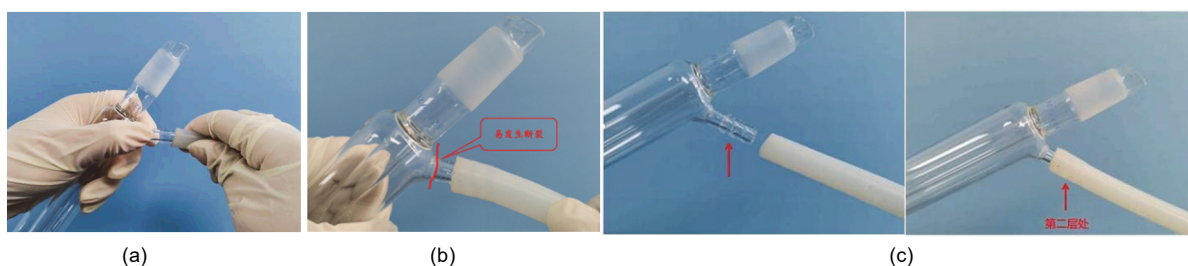


图3 冷凝管安装示例

冷凝水需要注意上进下出，如果冷凝管进出水口同侧，则均向上，见图4a；如果冷凝管进出水口异侧，则出水口向上，进水口向下，见图4b。一方面，使冷凝管夹层可以被水充满；另一方面，也使冷凝水的流向和馏分的流向相反，形成逆流，提高冷却效果，节约用水。开冷凝水时观察出水口流量，不宜过大，保证冷凝管出口温度与水温接近即可。

1.6 温度计的位置和调整

教材中指出蒸馏的时候温度计水银球的上沿应该与蒸馏烧瓶支管口的下沿平齐，如图1所示。此时蒸气包裹水银球以后，立刻通过蒸馏头支管进入冷凝管冷凝，是真实的馏出物的沸点温度。如果温度计过高，蒸气达不到，会导致实际显示的温度偏低。如果过低，则会使显示温度偏高，这是由于加热温度需要高于沸点20–30 °C，溶剂过热、有时烧瓶上部也会受热，造成蒸气温度偏高，烧瓶颈同时会有冷却作用，造成上下温度不一致。收集馏分时我们通常要保持每秒1–2滴的流速也是这个原因，过快导致溶剂过热，沸点偏高，不能有效分离不同的物质，过慢则浪费时间。

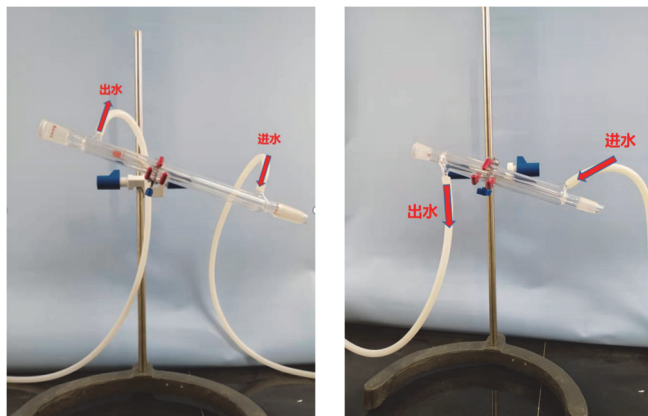


图4 冷凝管水管连接示意图

在我们实际使用时,有些蒸馏头支管呈倒V字形(图5),这时候,我们需要注意的是温度计水银球的上沿应该与蒸馏烧瓶支管下沿的最高处平齐,理由同上。

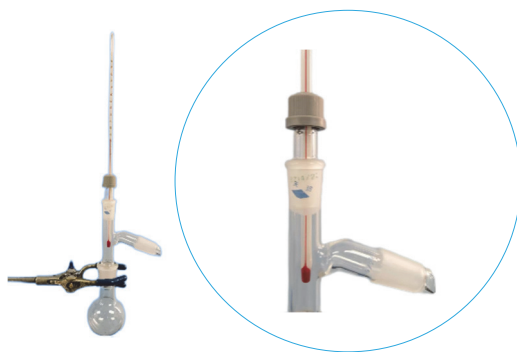


图5 温度计的位置

通常的磨口温度计不能调整,选择合适的磨口温度计即可。如使用普通温度计,须将螺旋套管塑料帽拧松,插入温度计,略拧紧,使温度计可以移动,不至掉落,放入蒸馏头上口,调节温度计位置后,拧紧即可。塑料帽内有O型垫圈用于密封,如不能固定温度计,需要更换O型垫圈,或是更换稍粗的温度计。

2 常压蒸馏操作步骤

- (1) 量取20 mL工业乙醇(或用天平称量相应质量的乙醇15.9 g)。
- (2) 将接收瓶称重,并记录数据。
- (3) 将温度计取下,蒸馏头上口放上长颈三角漏斗(长颈漏斗的颈部长度超过蒸馏头支管下沿),将乙醇倒入。熟练后也可以在安装前加入乙醇。
- (4) 打开搅拌,慢慢调节转速至有明显的漩涡产生,并在实验过程中注意观察磁子是否转动正常,如果磁子跳动,应将转速调零后,再慢慢提高转速至正常。
- (5) 缓慢拧开水龙头,让冷凝水缓慢流入直形冷凝管中。
- (6) 打开加热,电压适当调高(180 V左右),待蒸馏头底部有液滴出现时,电压调节至100 V左右。这样可以缩短实验时间,电压为参考值,仪器不同温度有所差异,根据流出速度调节电压。使用油浴加热时,油浴温度一般高于沸点20–30 °C即可。
- (7) 温度计水银球开始接触蒸气时,显示温度快速上升,待温度计显示稳定时,观察冷凝管上端凝结的液滴完全流入接收瓶后,更换接收瓶,并记录温度 t_1 ,这样可以减少前馏分的污染。

(8) 注意观察馏出速度, 保持每秒1–2滴的速度蒸馏, 同时注意观察蒸馏温度, 期间温度会缓慢上升。

(9) 当温度计显示温度发生明显变化时, 立即更换接收瓶, 并将变化前的温度记录为 t_2 。

(10) 蒸馏结束前, 蒸馏瓶需要保留一定量的液体, 切勿蒸干。这个需要养成习惯, 避免今后蒸馏时存在如过氧化物(醚类溶剂易产生过氧化物)或是未知易爆物质在蒸干时发生爆炸。

(11) 关闭加热, 立即撤去电热套, 防止电热套余温蒸干液体。

(12) 待蒸馏瓶温度降至沸点以下后, 关闭冷凝水。

(13) 记录前馏分和馏分的质量, 或是量筒量取体积。

(14) 计算收率。

(15) 蒸馏瓶冷却后, 按与安装时相反的顺序, 依次拆除接收瓶、接液管、冷凝管、蒸馏头、烧瓶, 并清洗备用。

3 常压蒸馏注意事项

前面已经提到了常压蒸馏的一些注意事项, 图6是实验过程中可能会观察到的温度计温度变化的一些情况。通常在蒸馏过程中, 液体蒸气没有到达一定温度前, 温度计上升非常缓慢; 等液体蒸气到达蒸馏温度时, 温度计会显示一个快速上升的过程。当温度计显示温度稳定时, 待冷凝管中的液体全部流入接收瓶后, 这是为了避免冷凝管中残留的液体影响产品的含量, 此时接收瓶中的液体称之为前馏分。然后我们需要更换接收瓶收集产品, 并记录温度 t_1 , 仔细观察, 正馏分流出现期间, 温度计显示温度会有缓慢上升, 当温度突然变化时, 无论温度上升或是下降, 都需要立即更换接收瓶, 并记录变化前的温度 t_2 , 防止杂质污染产品。温度范围 t_1 – t_2 即我们所说的沸程。一般来讲, 馏分纯度很高的情况下, 物质的沸程为1–2 °C, 这主要可能是随着液体变少, 溶液过热导致蒸气温度升高造成的。个别物质沸程变化可能稍大, 在3–4 °C。一般超过这个范围, 则意味着馏分不纯。如果两个馏分沸点差别不大, 体系有足够蒸气, 正馏分蒸馏完后, 温度计可能会显示一个快速升温的过程, 如图6中橙色线。通常这种情况是两个馏分沸点相差不大(30–40 °C), 中间交叉的馏分比较多, 蒸馏量较少时, 较难得到的纯组分; 蒸馏量较大时, 需要舍弃较多的馏分。实验室条件下, 可以在蒸馏瓶和蒸馏头之间加分馏柱, 蒸馏头冷凝的液体与上升的蒸气进行热交换, 高沸点的气体遇冷液化, 低沸点的液体不能液化, 则可达到较好的分离效果。精馏即采用这样的原理通过填料和设定回流比强化气液的热交换来分离沸点差别很小的物质。当两个馏分的沸点相差较大时, 温度计可能会先显示温度下降, 待第二馏分蒸气到达温度计水银球时, 温度再次快速上升, 如图6中蓝色线。这时按照

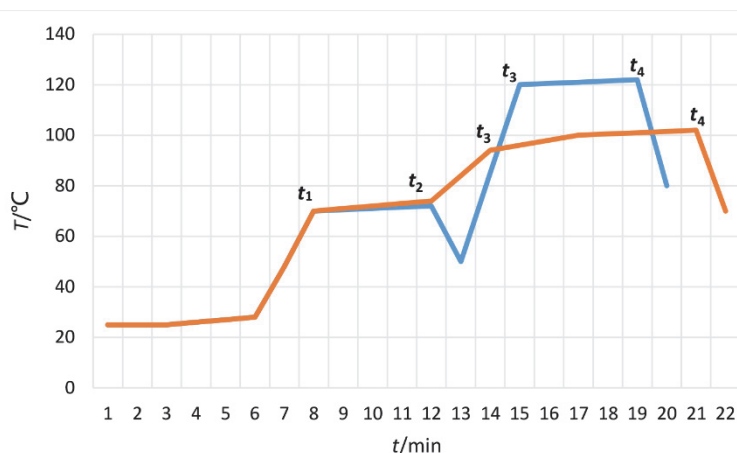


图6 蒸馏实验时间和温度关系示意图

电子版为彩图

前面的要求接收第二馏分,并如实记录温度即可。一般来讲第二馏分升温越快,分离的效果越好,升温越慢,意味着分离效果越差,需要多接一些前馏分,这在蒸馏混合物时常常会遇到,特别是第一种情况。

在接收主馏分时,通常以温度稳定来判断是否接收,而不是根据文献沸点来接收,是因为有很多因素会影响馏分蒸出的温度。温度计显示不准确也是原因之一,除了温度计质量问题,温度计长期使用,或使用温度计的极限温度,也会造成温度计显示不准,因此在使用前应该对温度计进行校正,但实际操作时往往会忽视这一点。因此,在温度计显示稳定时收集馏分是最佳方法。如果不确认温度计是否准确时,可以分段收集,标注好温度范围,在蒸馏结束后,及时分析馏分温度异常的原因,根据沸点和纯度合并馏分,这样可以保证较高的收率,也可避免因不同馏分交叉过多,而不得不重新蒸馏。

另外天气过冷时,对于有些高沸点的液体,可以用石棉布将蒸馏头包裹保温,以便提高收率。

4 实验结果表述

学生在写实验结果时,数据经常不齐全,常常忽略理化性质,沸程只写一个温度。一般来讲,比较完整的实验结果通常表述如下:

工业乙醇,无色透明液体,具有酒香的气味

沸程: 78–79 °C

产量: 12.7 g (或16 mL)

收率: 80%

前馏分: 1.3 g

釜残: 1.5 g

这里需要注意的是,收率的计算应一般保留到个位,或是小数点后一位即可,而不是越多越好。

5 结语

本文对常压蒸馏实验中学生容易犯的错误和容易忽视的细节进行了详细的描述,并对可能遇到的现象进行了合理的解释,为今后指导学生常压蒸馏的规范操作提供了一个参考。

本文所述的注意事项,大部分也适用于减压蒸馏操作。

参 考 文 献

- [1] 核心素养研究课题组. 中国教育旬刊, **2016**, No. 10, 1.
- [2] 张毓凡, 曹玉蓉, 冯霄, 张宝申, 王佰全, 杨家慧. 有机化学实验. 天津: 南开大学出版社, 2001: 1.
- [3] 赵卫光, 关英. 化学教育(中英文), **2021**, 42 (18), 125.
- [4] 赵卫光, 关英. 大学化学, **2021**, 36 (4), 2005076.
- [5] 姜雅茹, 赵亮, 赵卫光, 关英. 大学化学, **2020**, 35 (11), 195.
- [6] 赵卫光, 关英. 大学化学, **2020**, 35 (5), 256.
- [7] 陈凌. 人民日报. [2021-12-15]. http://paper.people.com.cn/rmrb/html/2021-12/15/nw.D110000renmrb_20211215_2-04.htm
- [8] 邱晓航, 李一峻, 韩杰, 尚贞锋. 基础化学实验(第2版). 北京: 科学出版社, 2017: 187–188.
- [9] 苑凌云, 岳文虹. 化学教育(中英文), **2018**, 39 (7), 74.
- [10] 伍强. 化学教育(中英文), **2019**, 40 (23), 67.
- [11] 严平. 化学教育, **2006**, 27 (4), 55.
- [12] 熊英, 王晓玲, 侯安新. 大学化学, **2012**, 27 (3), 48.
- [13] 候文化, 陈静. 化学教育(中英文), **2011**, 32 (4), 70.
- [14] 曹晓燕, 李先国, 包木太. 大学化学, **2008**, 23 (2), 27.