

آزمايشگاه شیمی آلی

*استاد ارجمند : خانم خالقیان*

*تهيه كننده : محسن طاهرسلطاني*

***نام آزمايش*: تقطیر**

 *آزمايشگاه شیمی آلی*



تقطیر اغلب یکی از بهترین روش های خالص سازی برای مایعات است . در این عمل مایع را به کمک حرارت تبخیر می کنند و بخار مربوط را در ظرف جداگانه ای متراکم می کنند و محصول تقطیر را به دست می آورند.

هنگامی که ناخالصی غیر فراری به مایع اضافه شود فشار بخار مایع تنزل پیدا می کند. علت این عمل این است که وجود جزء غیر فرار بر تبخیر مولکول های فراری که در سطح مایع بوده تاثیر گذاشته و قابلیت تبخیر مایع (فشار بخار مایع ) کم می شود. بنابراین باید درجه حرارت را بالا برد تا فشار بخار محلول در سطح محلول به فشار اتمسفر برسد. به عبارت دیگر نقطه جوش یک محلول حاوی جسم غیر فرار همواره از نقطه جوش حلال خالص بالا تر بوده و این صعود نقطه جوش با غلظت ماده حل شده متناسب است.

تقطیر دارای انواع گوناگونی می باشد:

۱ . تقطیر ساده :

این روش برای خالص سازی مایعاتی بکار می رود که ناخالصی موجود در آنها غیر فرار باشد.

وجود ناخالصی های غیرفرّار در مایع سبب کاهش فشار بخارآن می شود، زیرا وجود جزء غیر فرار به مقدار زیاد، غلظت جزء اصلی فرّار را پایین می آورد و قابلیت تبخیر مایع کم می شود، اماپس از تقطیر در باقیمانده ی تقطیر باقی می ماند و مایع به صورت خالص تقطیر می شود.

به طورکلی، بخاراتی که در سطح مایع است بیشتر از جسم فرّار تشکیل شده است و کمتر از جسم غیر فرّار است. ( قانون رائولت و دالتون )

چنانچه مخلوطی از دو یا چند مایع داشته باشیم و دمای جوش آن ها به حد کافی با هم تفاوت داشته باشد، جدا کردن آن ها از طریق تقطیر ساده امکان پذیراست. ابتدا مایعی که نقطه ی جوش کمتری دارد تقطیر می شود و سپس اجزاء دیگر مخلوط، به تناسب افزایش دمای جوششان تقطیر می شوند و بدین ترتیب می توان آن ها را از یک دیگر جدا نمود. می توان گفت اختلاف نقطه ی جوش باید بیش از ٨٠ درجه سانتیگراد باشد.

برای تقطیر ساده، بالن تقطیر، مُبرد، رابط، دماسنج، و بالن دریافت کننده لازم است. نحوه آماده کردن دستگاه مطابق شکل زیر است در تقطیر یک مایع خالص، درجه حرارت دهانه ی خروجی رابط با درجه حرارت مایع جوشان بالن تقطیر، چنانچه بالن زیاده ازحد گرم نشود، یکسان است. چنانچه فقط اندازه گیری دمای جوش، مورد نظر باشد، می توان بدون مُبرد مقدار دمای جوش را تعیین کرد.

۲ . تقطیر جزء به جزء :

اگر مخلوطی از دو یا چند مایع داشته باشیم یعنی اینکه در مخلوط ناخالصی فرار وجود داشته باشد برای جداسازی آنها از تقطیر جزء به جزء استفاده می شود.

ستونهای تقطیر جز به جز انواع متعددی دارند و در تمام آنها یک مسیر عمودی برای انتقال بخار از ظرف تبخیر به مبرد وجود دارد . در یک ستون تقطیر در شرایط ایده آل بین فاز های مایع و بخار در سراسر ستون تعادل برقرار می شود و فاز بخار بالایی تقریبا به طور کامل از جزء فرارتر تشکیل می شود و فاز مایع پایینی نسبت به جزئی که فراریت کمتری دارد غنی تر می شود.می توان با یک ستون طویل ترکیب هایی را که اختلاف کمی در نقطه جوش دارند به طور رضایت بخشی از هم جداسازی نمود.معمولی ترین راه ایجاد تماس لازم بین فازهای بخار و مایع این است که ستون با مقداری ماده بی اثر مانند شیشه یا سرامیک یا تکه های فلزی پر شود که سطح تماس وسیعی را فراهم می کنند. حفظ افت مناسبی از درجه حرارت در ستون شرط بسیار مهمی برای یک تقطیر جز به جز خوب است. در حالت مطلوب درجه حرارت پایین ستون برابر نقطه جوش جز غیر فرار است . این درجه حرارت دائما در طول ستون کم می شود تا در دهانه خروجی به نقطه جوش جز فرار برسد.چنانچه ظرف به شدت گرم شود و بخار با سرعت بسیار زیادی حرکت کند تقریبا تمام ستون بطور یکنواخت گرم می شود و تفکیکی صورت نمی گیرد.

تقطیر در خلاء (تحت فشار کاهش یافته):

اگر یک ترکیب در حلالی حل شده باشد که به گرما حساس بوده و در دمای بالا تجزیه گردد با کاهش فشار , نقطه جوش حلال را کاهش می دهیم تا از تجزیه شدن ترکیب مورد نظر جلوگیری نمائیم.

تقطیر با بخار آب :

همان تقطیر ساده است با این تفاوت که هنگام تقطیر بخار آب را وارد دستگاه تقطیر می کنند. بخار آب باعث می شود که فشار بخار تغییر کند (فشار بخار کاذب ایجاد شود) بخار آب می تواند ترکیباتی که معمولا در آب حل نمی شودرا در خود حل کند مثلا روغن های خوراکی که از آفتابگردان یا سویا گرفته می شوند دارای بو هستند (بعلت ترکیبات آلی موجود در آنها) لذا از سوراخ های ته مخزن بخار آب وارد آن می کنند, حباب های حاوی بخار آب ناخالصی های موجود در روغن را در هنگام عبور از ترکیب حل می کنند و از سطح روغن خارج می شوند.همچنین ترکیبات آلی دیگری که دمای جوش آنها از دمای جوش آب کمتر است توسط بخار آب گرم شده و به بخار تبدیل می شوند و به طرف بالا حرکت می کنند و از سیستم خارج می شوند

شرح آزمایش (تقطیر ساده):

ابتدا بالونی را به یک گیره می بندیم و مخلوطی را که می خواهیم تقطیر (خالص سازی ) داخل بالون می ریزیم و دو عدد سنگ جوش داخل آن می اندازیم. یک سه راهی را که دهانه های آن به مقدار بسیار کمی چرب شده است به دهانه بالون متصل کرده و یک طرف آن را به مبرد (کندانسور) متصل می کنیم و مبرد را به گیره دیگری وصل می نماییم. به دهانه دیگر سه راهی یک ترمومتر متصل کرده یا با درپوش چوب پنبه ای مسدود می نماییم. در صورت استفاده از ترمومتر مخزن آن باید روبروی شاخه جانبی قرار گیرد.لوله پایین مبرد را با شلنگ به ورودی آب و قسمت بالا را به خروجی آب متصل می کنیم. به طوری که هیچ گونه نشتی آب وجود نداشته باشد. شلنگ مورد استفاده بایستی نرم باشد و هنگام اتصال از فشار آوردن بیش از اندازه به مبرد اجتناب شود چون سبب شکستن آن می گردد. آب سرد باعث تبدیل بخار به مایع (میعان) می گردد شیر آب باید به آهستگی باز شود تا از جدا شدن شلنگ ها از مبرد جلوگیری شود. به هنگام عمل تقطیر نیز جریان بسیار کمی از آب کفایت می کند. برای جمع آوری مایع تقطیر شده یک ارلن در محل خروجی مبرد قرار می دهیم با حرارت دادن بالون , مایع خالص از دهانه مبرد خارج می گردد که در این لحظه می توان دما را ثبت نمود که همان نقطه جوش است . در تمام مدت تقطیر مایع دما ثابت باقی می ماند. وقتی که حجم محلول موجود در بالن به حدود ۵ میلی لیتر رسید را متوقف می کنیم.

مزیتی که در تعیین نقطه جوش به روش تقطیر وجود دارد این است که اگر ناخالصی غیر فرار در مخلوط وجود داشته باشد تأثیر آنچنانی بر روی نقطه جوش نخواهد داشت . چون بخار ترکیب بالا آمده است و در حالت جوش این بخارات با مایع مورد نظر در حال تعادل می باشند لذا وقتی دمای بخار خوانده می شود همان دمای جوش مایع است

**دانشجویان گرامی برای دریافت مطالب و گزارش کار آزمایشگاه های رشته صنایع غذایی می توانید به سایت صنایع غذایی دانشگاه آزاد ورامین به آدرس زیر مراجعه فرمایید.**

[**foo**](http://fooda.blogfa.com)**da.ir**