l

آزمایشگاه شیمی آلی 1

گزارش کار آزمایش شماره 4

«تقطیر ساده »

محمدرضا مهدیه و رضا چائیچی حسنعلی ده

تاریخ آزمایش : 8/8/1391

تاریخ تحویل گزارش کار: 15/8/1391

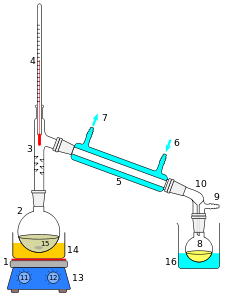
استاد: جناب آقای شکرالهی وجناب آقای زالی

# مقدمه

# هدف آزمایش:

# خالص سازی استون به روش تقطیر ساده.

# تئوری آزمایش :

**Crystallization Movie [](http://fa.wikipedia.org/w/index.php?title=%D9%BE%D8%B1%D9%88%D9%86%D8%AF%D9%87:Simple_distillation_apparatus.svg&page=1)تقطیر**

**تصویری از یک نمومه آزمایشگاهی دستگاه تقطیر: 1: گرمکن 2:** [**بالن تقطیر**](http://fa.wikipedia.org/w/index.php?title=%D8%A8%D8%A7%D9%84%D9%86_%D8%AA%D9%82%D8%B7%DB%8C%D8%B1&action=edit&redlink=1&preload=%D8%A7%D9%84%DA%AF%D9%88:%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87/%D8%A7%D8%B3%D8%AA%D8%AE%D9%88%D8%A7%D9%86%E2%80%8C%D8%A8%D9%86%D8%AF%DB%8C&editintro=%D8%A7%D9%84%DA%AF%D9%88:%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87/%D8%A7%D8%AF%DB%8C%D8%AA%E2%80%8C%D9%86%D9%88%D8%AA%DB%8C%D8%B3&summary=%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%DB%8C%DA%A9+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87+%D9%86%D9%88+%D8%A7%D8%B2+%D8%B7%D8%B1%DB%8C%D9%82+%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF%DA%AF%D8%B1&nosummary=&prefix=&minor=&create=%D8%AF%D8%B1%D8%B3%D8%AA+%DA%A9%D8%B1%D8%AF%D9%86+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87+%D8%AC%D8%AF%DB%8C%D8%AF) **3: برج تقطیر 4: [دماسنج](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%AF%D9%85%D8%A7%D8%B3%D9%86%D8%AC" \o "دماسنج)(برای تعیین [دمای جوش](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%AF%D9%85%D8%A7%DB%8C_%D8%AC%D9%88%D8%B4" \o "دمای جوش)) 5: مبرد 6: ورودی آب سرد 7: خروجی آب سرد 8: [بالن](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%A8%D8%A7%D9%84%D9%86" \o "بالن) جمع آوری محصول 9: ورودی گاز یا خلاء 10: جمع آوری کننده بخارات 11: تنظیم کننده حرارت 12: تنظیم کننده سرعت همزن 13: صفحه گرمکن 14: حمام روغن یا شن 15: همزن 16: حمام آب سرد.**

**تَقطیر، (به [انگلیسی](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%B2%D8%A8%D8%A7%D9%86_%D8%A7%D9%86%DA%AF%D9%84%DB%8C%D8%B3%DB%8C" \o "زبان انگلیسی): Distillation) یکی از مهم‌ترین و متداول‌ترین روش‌های جداسازی است و اساس آن بر توزیع اجزاء بین دو فاز بنیان گذاشته شده‌است. در واقع تقطیر یکی از متداول‌ترین راه‌های جداسازی مواد از یکدیگر به علت تفاوت نقطه جوش می‌باشد.**

**تقطیر از نظر اجزا**

1. **تقطیر دو جزئی**
2. **تقطیر چند جزئی**

**تقطیر دو جزئی**

1. **تقطیر تعادلی**
2. **تقطیر جزئی**
3. **تقطیر مداوم**

**تقطیر چند جزئی**

**روشهای میانبر (Short Cut Method)**

1. **روش فنسکی**
2. **روش آندروود**
3. **روش گیلیلان**
4. **روش براون و مارتین**
5. **روش ادولج**
6. **روش ادمیستر**
7. **روش تخمینی سینی به سینی**
8. **روش اسمیت**
9. **روش لویس- ماتسون**
10. **روش ترسیمی هنگستیبک**
11. **روش تیلی- گدس**
12. **روش وینکل و تاد**

**روش های دقیق (Exact Solution)**

1. **روش MESH**
2. **روش همگرايي تتا**
3. **روش همگرايي تتا براي برج های پيچيده**
4. **روش همگرايي تتا براي برج هاي تقطير آزئوتروپي و استخراجي**

**تقطیر مداوم**

**امروزه به‌علت اقتصادی بودن مداوم در تمام عملیات پالایش [نفت](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%86%D9%81%D8%AA" \o "نفت) از این روش استفاده می‌شود. در تقطیر مداوم برای یک نوع خوراک مشخص و برش‌های تعیین شده شرایط عملیاتی ثابت بکار گرفته می‌شود. بعلت ثابت بودن شرایط عملیاتی در مقایسه با تقطیر نوبتی به مراقبت و نیروی انسانی کمتری احتیاج است. با استفاده از تقطیر مداوم در [پالایشگاه‌ها](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%BE%D8%A7%D9%84%D8%A7%DB%8C%D8%B4%DA%AF%D8%A7%D9%87" \o "پالایشگاه) مواد زیر تولید می‌شود:**

**گاز** [**اتان**](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%A7%D8%AA%D8%A7%D9%86) **و** [**متان**](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%85%D8%AA%D8%A7%D9%86) **به‌عنوان سوخت پالایشگاه، گاز [پروپان](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%BE%D8%B1%D9%88%D9%BE%D8%A7%D9%86" \o "پروپان) و [بوتان](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%A8%D9%88%D8%AA%D8%A7%D9%86" \o "بوتان) به‌عنوان گاز مایع و خوراک واحدهای [پتروشیمی](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%BE%D8%AA%D8%B1%D9%88%D8%B4%DB%8C%D9%85%DB%8C" \o "پتروشیمی)،** [**بنزین**](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%A8%D9%86%D8%B2%DB%8C%D9%86) **موتور و نفت‌های سنگین به‌عنوان خوراک واحدهای تبدیل کاتالیستی برای تهیه بنزین با درجه آروماتیسیته بالاتر، حلال‌ها، نفت سفید، سوخت جت سبک و سنگین، نفت گاز، خوراک واحدهای** [**هیدروکراکینگ**](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%87%DB%8C%D8%AF%D8%B1%D9%88%DA%A9%D8%B1%D8%A7%DA%A9%DB%8C%D9%86%DA%AF) **و واحدهای [روغن‌سازی](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%B1%D9%88%D8%BA%D9%86" \o "روغن)، نفت کوره و انواع [آسفالتها](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%A2%D8%B3%D9%81%D8%A7%D9%84%D8%AA" \o "آسفالت).**

**تقطیر**

**تقطیر یک فرایند فیزیکی برای جداسازی اجسام با [دمای](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%AF%D9%85%D8%A7" \o "دما) جوش متفاوت است. برای پی بردن به این که فرایند تقطیر چگونه انجام می‌گیرد باید به رفتار محلول‌ها هنگام جوشیدن و متراکم شدن توجه کرد.**

**محلول‌هایی با نسبت‌های متفاوت از دو ماده را می‌گذاریم تا در دمای جوش با [بخار](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%A8%D8%AE%D8%A7%D8%B1" \o "بخار) خود به تعادل درآیند. سپس ترکیب فاز مایع و فاز بخار را اندازه می‌گیریم و نمودار تغییر درصد مولی هریک از فاز مایع و فاز بخار را در دماهای مختلف رسم می‌کنیم.**

[**مختصات**](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%85%D8%AE%D8%AA%D8%B5%D8%A7%D8%AA) **y هر نقطه بر روی منحنی نمایانگر دمای جوش محلولی است که ترکیب درصدآن با مختصات x دراین نقطه داده می‌شود. در آزمایشگاه برای جداسازی مایعات فرار، اغلب از دستگاه تقطیر جزء به جزء استفاده می‌شود. یک ستون تقطیر یا جداسازی شامل یک استوانه عمودی حاوی دسته‌ای از بشقابک‌ها، یا حلقه‌های [فولادی](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%81%D9%88%D9%84%D8%A7%D8%AF" \o "فولاد) زنگ‌نزن، گلوله‌های شیشه‌ای و یا تکه‌های سرامیک می‌باشد. که این مواد دارای سطح ویژه گسترده‌ای بوده و تماس خوبی را بین مایع - بخار در طول واحد تقطیر ممکن می‌سازند. در بالای ستون یک مبرد و در پایین آن یک واحد تبخیر کننده به نام بازجوشان reboiler قراردارد.**

**بالای ستون چون از منبع گرمایش دورتر است سردتر از پایین ستون می‌باشد و ترکیب درصد مایع و بخار در حال تعادل در بالای ستون با ترکیب درصد مایع و بخار در حال تعادل در پایین ستون می‌باشد. بنابراین در بالای ستون درصد ماده‌ای که دمای جوش کمتری دارد بیشتراست.**

**در صنعت برای تقطیر در مقیاس تجارتی و جداسازی مخلوط چند ماده از برج تقطیر جزء به جزء مانند آن چه که دراینجا ملاحظه می‌نمایید استفاده می‌شود. در هر طبقه از برج از بشقابی حبابی مانند () به کار رفته‌است. با اجرای مراحل گوناگون تقطیر نفت خام به فراورده‌های سودمندی تفکیک می‌شود. و بر مبنای دمای جوش خود از ترازهای مختلف برج خارج می‌شود.**

**دید کلی**

**نفت خام حاصل از چاه دارای مواد ناخواسته از قبیل آب و جامداتی مانند [شن](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%B4%D9%86" \o "شن)،** [**قیر**](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%82%DB%8C%D8%B1) **و گازهای متان و اتان می‌باشد. برای جداسازی اینگونه عوامل آن‌را وارد مخازنی می‌کنند تا جامدات موجود در آن ته‌نشین شده و گازهای آن خارج شود. سپس وارد جداساز سانتریفوژی شده که نقش آن جدا کردن تتمه آب، گاز و جامدات معلق در آن می‌باشد برای حذف نمک‌های معدنی، نفت را با آب ولرم می‌شویند. آنگاه قسمتی از نفت توسط لوله به پالایشگاه فرستاده شده و قسمتی جهت صدور به بنادر تلمبه می‌شود.**

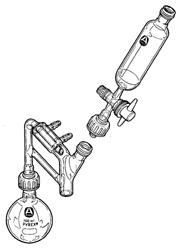
**تقطیر**

**برای تفکیک برش‌های متشکله نفت خام عملیات [فیزیک](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%81%DB%8C%D8%B2%DB%8C%DA%A9" \o "فیزیک) و شیمیایی چندی بر روی آن به عمل می‌آورند تا فرآورده‌های مورد نیاز جامعه امروزی را تولید نمایند. از مهم‌ترین آنها تقطیر جز به جز نفت و استخراج [4] می باشد. تقطیر جز به جز عبارت است از یکسری تبخیر و تبرید که در سینی‌های یک برج استوانه‌ای صورت می‌گیرد. مایعات خالص در فشار محیط در دمایی به جوش می‌آیند که در آن دما فشار بخار آن برابر فشار محیط گردد. مایعات مخلوط در حدود دمایی که حاصل جمع فشارهای جزئی عوامل تشکیل دهنده آنها برابر فشار محیط گردد به جوش می‌آید.**

**در نقطه جوش فازهای بخار و مایع در حال تعادل می‌باشند. چنانچه فشار کاهش یابد تبخیر صورت می‌گیرد و در حالت معکوس تبرید اتفاق می‌افتد. از فشار بخار برای محاسبه ترکیب گازهای مخلوط در حالت تعادل استفاده می‌شود. وقتی که اجزا تشکیل دهنده یک محلول در برج تقطیر بطور دائم جدا می‌شوند بخارهایی که به سمت بالا حرکت می‌کند ترکیبات فرارتر مایع برگشت کننده به سمت پایین سرازیر است برخورد کرده و غلیظ‌تر می‌شود.**

**انواع تقطیر**

1. **تقطیر در فشار محیط: در این روش، فرآیند تقطیر در فشار محیط صورت می‌گیرد.**
2. **تقطیر با بخار آب: وقتی که تقطیر در مجاورت بخار ماده مخلوط نشدنی صورت می‌گیرد. فشار بخار یکی تحت تأثیر دیگری قرار نگرفته و مخلوط در دمایی که مجموع فشارهای جزئی آنها برابر فشار محیط گردد تقطیر می‌شود.**
3. **تقطیر در خلاء: در این روش فرآیند تقطیر در خلاء (در فشار ۴۰ میلیمتر جیوه) صورت می‌گیرد.**
4. **تقطیر در خلاء و بخار: این روش با انتقال گرما توسط بخار آب و با استفاده هم‌زمان از پمپ خلا جهت کاهش فشار کلی صورت می‌گیرد. بطور کلی این روش دارای اشکالاتی بوده و از آن زیاد استفاده نمی‌شود.**
5. **تقطیر در فشار: این روش برعکس تقطیر در خلا بوده و باعث می‌شود که فرایند تقطیر در دمای بیشتری نسبت به آن در فشار محیط صورت گیرد و دمای بالاتر باعث گسسته شدن مولکول‌های نفت گردیده و ترکیب آنها را تغییر می‌دهد.**

**روشهای جدید تقطیر: این روشها شامل یک یا دو مرحله تقطیر در فشار محیط بوده که توسط تقطیر با بخار همراه می‌شود.**

**مراحل تقطیر با استفاده از قانون رائول**

* **در تقطیر محلولی از A و B ، غلضت A در بخاری که خارج شده و مایع می‌شود بیش از غلضت آن در مایع باقی مانده است. با ادامه عمل تقطیر ، ترکیب درصد اجزا در بخار و مایع دائما تغییر می‌کند و این در هر لحظه عمومیت دارد. با جمع آوری مایعی که ازسرد شدن بخار حاصل می‌شود و از تقطیر مجدد آن و با تکرار پی در پی این عمل ، سرانجام می‌توان اجزای سازنده مخلوط اصلی را به صورتی واقعا خالص به دست آورد.**
* **سیستمهای که از قانون رائول انحراف دارند بر دو نوع هستند:**
  + **سیستمهای که از قانون رائول انحراف مثبت دارند:**

**در این حالت در منحنی فشار کل ، ماکسیممی وجود دارد. این ماکسیم مربوط به محلولی ، با ترکیب درصد معینی است که فشار بخار آن بالاتر از فشار بخار هر یک اجزای خالص است. این نوع محلول که محلول آزئوتروپ با نقطه جوش مینیمم نام دارد، در دمایی به جوش می‌آید که پایین‌تر از نقطه جوش هر یک از اجزای آن در حالت خاص است.**

* + **سیستمهای که از قانون رائول انحراف منفی دارند:**

**اگر سیستمی انحراف منفی از قانون رائول نشان دهد، در منحنی فشار کل مینیممی وجود خواهد داشت. محلولی که غلظت متناظر با این مینیمم دارد، فشار بخاری خواهد داشت که در هر دمایی ، پایین‌تر از فشار بخار هر یک از اجزای آن در حالت خاص است. چنین محلولی در دمایی بالاتر از نقطه جوش هر یک از اجزای سازنده در حالت خاص ، می‌جوشد. این محلول آزئوتروپ با نقطه جوش ماکسیم نامیده می‌شود.**

**تعادل بخار با محلول آزئوتروپ**

**بخار در حالت تعادل با مایع آزئوتروپی چگونه به دست می‌آید؟**

**بخار در حالت تعادل با مایع همگن که نقطه جوش ماکسیمم یا مینیمم دارد، دارای همان غلظتی است که مایع آن دارد. از این رو آزئوتروپ‌ها ، مانند مواد خالص ، بدون تغییر تقطیر می‌شوند. از محلول جز به جز یک محلول دو جزئی که آزئوتروپی تشکیل می‌دهند، سرانجام یک جز خالص ، و آزئوتروپ حاصل می‌شود ولی دو جز آن به صورت خالص به دست نمی‌آید.**

# وسایل مورد نیاز

**محلول استون کثیف، گرمکن ،** [**بالن تقطیر**](http://fa.wikipedia.org/w/index.php?title=%D8%A8%D8%A7%D9%84%D9%86_%D8%AA%D9%82%D8%B7%DB%8C%D8%B1&action=edit&redlink=1&preload=%D8%A7%D9%84%DA%AF%D9%88:%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87/%D8%A7%D8%B3%D8%AA%D8%AE%D9%88%D8%A7%D9%86%E2%80%8C%D8%A8%D9%86%D8%AF%DB%8C&editintro=%D8%A7%D9%84%DA%AF%D9%88:%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87/%D8%A7%D8%AF%DB%8C%D8%AA%E2%80%8C%D9%86%D9%88%D8%AA%DB%8C%D8%B3&summary=%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%DB%8C%DA%A9+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87+%D9%86%D9%88+%D8%A7%D8%B2+%D8%B7%D8%B1%DB%8C%D9%82+%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF%DA%AF%D8%B1&nosummary=&prefix=&minor=&create=%D8%AF%D8%B1%D8%B3%D8%AA+%DA%A9%D8%B1%D8%AF%D9%86+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87+%D8%AC%D8%AF%DB%8C%D8%AF) **،** [**دماسنج**](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%AF%D9%85%D8%A7%D8%B3%D9%86%D8%AC)**(برای تعیین [دمای جوش](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%AF%D9%85%D8%A7%DB%8C_%D8%AC%D9%88%D8%B4" \o "دمای جوش))، مبرد ،** [**بالن**](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%A8%D8%A7%D9%84%D9%86) **جمع آوری محصول ،سنگ جوش.**

# روش انجام آزمایش

# مقدار 150 میلی لیتر از محلول کثیف استون برداشته شد. سپس دستگاه تقطیر مطابق شکل در تئوری بالا نصب گردید. شیر آب سرد باز گذاشته شد تا مبرد به درستی کار کند. به زیر بالن تقطیر حرارت داده شد. مشاهده شد که محلول تا دمای 53 درجه افزایش یافت و شروع به دادن قطرات تقطیر شده کرد. این دما همچنان ثابت ماند تا زمانی که تمامی استون خالص گردید.

# حجم نهایی که شامل استون خالص می باشد ثبت گردید.

# محاسبات

# حجم ابتدایی برداشته شده(همراه با ناخالصی): 150ml

# حجم انتهایی(خالص سازی شده): 132ml

# عوامل خطا

# افزایش ناگهانی دما.

# باقی ماندن اندکی مایع تقطیر شده در مبرد.

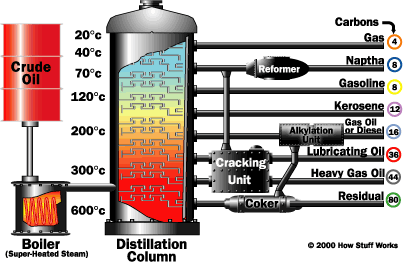
پرسشها

1. **چرا اتیل الکل معمولی شامل تقریبا 5% آب است؟**

**برای مخلوط اتانول با آب بالاترین نقطه آزئوتروپ جوش برای ۹۵٪ الکل و ۵٪ آب است. بنابراین جزء تقطیر شده مخلوط اتانول و آب نمی‌تواند خالصتر از ۹۵ درصد باشد. برای تولید اتانول خالص‌تر، مقدار کمی بنزن به آن اضافه می‌شود.**

1. **اصول تقطیر در برج های تقطیر را توضیح دهید؟**

**طرز کار یک برج سینی دار**

**بطور کلی فرآیندی که در یک برج سینی دار اتفاق می افتد، عمل جداسازی مواد است. همانطور که ذکر شد فرآیند مذکور به طور مستقیم یا عیرمستقیم انجام می پذیرد.در فرآیند تقطیر منبع حرارتی (Reboiler)، حرارت لازم را جهت انجام عمل تقطیر و تفکیک مواد سازنده یک محلول تأمین میکند. بخار بالارونده از برج با مایعی که از بالای برج به سمت پایین حرکت می کند، بر روی سینی ها تماس مستقیم پیدا می کنند. این تماس باعث ازدیاد دمای مایع روی سینی شده و نهایتا باعث نزدیک شدن دمای مایع به دمای حباب می گردد. با رسیدن مایع به دمای حباب به** **تدریج اولین ذرات بخار حاصل می شود که این بخارات غنی از ماده فرار (ماده ای که از نقطه جوش کمتری و یا فشار بالاتری برخوردار است) می باشد.از طرفی دیگر در فاز بخار موادی که از نقطه جوش کمتری برخوردار هستند، تحت عمل میعان قرار گرفته و بصورت فاز مایع به سمت پایین برج حرکت می کند. مهمترین عملکرد یک برج ایجاد سطح تماس مناسب بین فازهای بخار و مایع است. هر چه سطح تماس افزایش یابد عمل تفکیک با راندمان بالاتری صورت میگیرد. البته رژیم جریان مایع بر روی سینی نیز از جمله عوامل مهم بر عملکرد یک برج تفکیک می باشد.**

1. **نتایج بدست آمده از تقطیر جز به جز و معمولی را مقایسه کنید؟ تقطیر جز به جز انجام نشد.**

منابع

1. [**↑**](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%AA%D9%82%D8%B7%DB%8C%D8%B1#cite_ref-HarwoodMoodyEOCPAP141_0-0) **Laurence M. Harwood, Christopher J. Moody (13 June 1989). Experimental organic chemistry: Principles and Practice (Illustrated ed.). Oxford: WileyBlackwell. pp. 141–143.** [**ISBN**](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%B4%D8%A7%D8%A8%DA%A9)[**978-0632020171**](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%88%DB%8C%DA%98%D9%87:%D9%85%D9%86%D8%A7%D8%A8%D8%B9_%DA%A9%D8%AA%D8%A7%D8%A8/978-0632020171)**.**

**2. تقطیر چند جزئی ، سامان موسویان- داود عشوری، انتشارات یزدا، چاپ اول.**

**3- کتاب عملیات واحد (1)، سامان موسویان- داود عشوری،امیر حسین قندی، انتشارات یزدا، چاپ اول.**