

آزمایشگاه شیمی آلی ۱

گزارش کار آزمایش شماره ۴

«تقطیر ساده»

محمدرضا مهدیه و رضا چائیچی مسنعلی ده

تاریخ آزمایش: ۱۳۹۱/۸/۸

تاریخ تحویل گزارش کار: ۱۳۹۱/۸/۱۵

استاد: جناب آقای شکرالهی و جناب آقای زالی

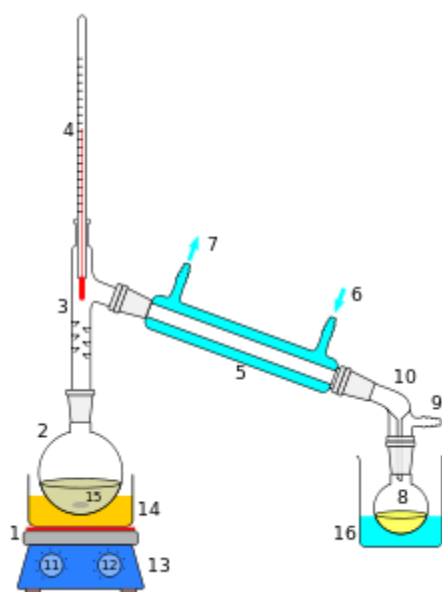
هدف آزمایش:

خالص سازی استون به روش تقطیر ساده.

تئوری آزمایش :

تقطیر

تصویری از یک نمونه آزمایشگاهی دستگاه تقطیر: ۱: گرمکن ۲: بالن تقطیر ۳: برج تقطیر ۴: دماسنج (برای تعیین دمای جوش) ۵: مبرد ۶: ورودی آب سرد ۷: خروجی آب سرد ۸: بالن جمع آوری محصول ۹: ورودی گاز یا خلاء ۱۰: جمع آوری کننده بخارات ۱۱: تنظیم کننده حرارت ۱۲: تنظیم کننده سرعت همزن ۱۳: صفحه گرمکن ۱۴: حمام روغن یا شن ۱۵: همزن ۱۶: حمام آب سرد.



تقطیر، (به انگلیسی: Distillation) یکی از مهم ترین و متداول ترین روش های جداسازی است و اساس آن بر توزیع اجزاء بین دو فاز بنیان گذاشته شده است. در واقع تقطیر یکی از متداول ترین راه های جداسازی مواد از یکدیگر به علت تفاوت نقطه جوش می باشد.

تقطیر از نظر اجزا

۱. تقطیر دو جزئی
۲. تقطیر چند جزئی

تقطیر دو جزئی

۱. تقطیر تعادلی
۲. تقطیر جزئی
۳. تقطیر مداوم

تقطیر چند جزئی

روش های میانبر (Short Cut Method)

۱. روش فنسکی
۲. روش آندروود
۳. روش گیلیان
۴. روش براون و مارتین

۵. روش ادولج
۶. روش ادمیستر
۷. روش تخمینی سینی به سینی
۸. روش اسمیت
۹. روش لويس - مائسون
۱۰. روش ترسیمی هنگستییک
۱۱. روش تیلی - گدس
۱۲. روش وینکل و تاد

روش های دقیق (Exact Solution)

۱. روش MESH
۲. روش همگرایی تتا
۳. روش همگرایی تتا برای برج های پیچیده
۴. روش همگرایی تتا برای برج های تقطیر آزنوتروپی و استخراجی

تقطیر مداوم

امروزه به علت اقتصادی بودن مداوم در تمام عملیات پالایش نفت از این روش استفاده می شود. در تقطیر مداوم برای یک نوع خوراک مشخص و برش های تعیین شده شرایط عملیاتی ثابت بکار گرفته می شود. بعلاوه ثابت بودن شرایط عملیاتی در مقایسه با تقطیر نوبتی به مراقبت و نیروی انسانی کمتری احتیاج است. با استفاده از تقطیر مداوم در پالایشگاه ها مواد زیر تولید می شود:

گاز اتان و متان به عنوان سوخت پالایشگاه، گاز پروپان و بوتان به عنوان گاز مایع و خوراک واحدهای پتروشیمی، بنزین موتور و نفت های سنگین به عنوان خوراک واحدهای تبدیل کاتالیستی برای تهیه بنزین با درجه آروماتیسیته بالاتر، حلال ها، نفت سفید، سوخت جت سبک و سنگین، نفت گاز، خوراک واحدهای هیدروکراکینگ و واحدهای روغن سازی، نفت کوره و انواع آسفالتها.

تقطیر

تقطیر یک فرایند فیزیکی برای جداسازی اجسام با دمای جوش متفاوت است. برای پی بردن به این که فرایند تقطیر چگونه انجام می گیرد باید به رفتار محلول ها هنگام جوشیدن و متراکم شدن توجه کرد.

محلول هایی با نسبت های متفاوت از دو ماده را می گذاریم تا در دمای جوش با بخار خود به تعادل در آیند. سپس ترکیب فاز مایع و فاز بخار را اندازه می گیریم و نمودار تغییر درصد مولی هریک از فاز مایع و فاز بخار را در دماهای مختلف رسم می کنیم.

مختصات Y هر نقطه بر روی منحنی نمایانگر دمای جوش محلولی است که ترکیب درصد آن با مختصات X در این نقطه داده می شود. در آزمایشگاه برای جداسازی مایعات فرار، اغلب از دستگاه تقطیر جزء به جزء استفاده می شود. یک ستون تقطیر یا جداسازی شامل یک استوانه عمودی حاوی دسته ای از بشقابک ها، یا حلقه های فولادی زنگ نزن، گلوله های شیشه ای و یا تکه های سرامیک می باشد. که این مواد دارای سطح ویژه گسترده ای 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 قرار دارد.

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 بیشتر است.

در صنعت برای تقطیر در مقیاس تجاری و جداسازی مخلوط چند ماده از برج تقطیر جزء به جزء مانند آن چه که در اینجا ملاحظه می‌نمایید استفاده می‌شود. در هر طبقه از برج از بشقابی حبابی مانند () به کار رفته است. 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، قیر و گازهای متان و اتان می‌باشد. برای جداسازی اینگونه عوامل آن را 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 تئمه 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 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 [۴] می‌باشد. 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.

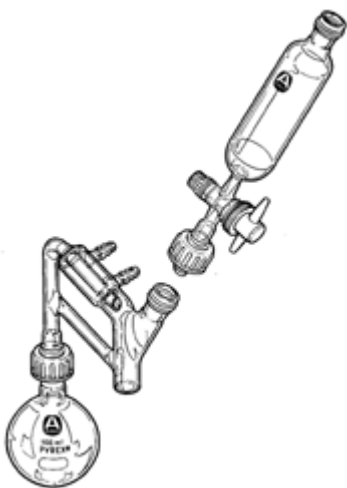
انواع تقطیر

۱. تقطیر در فشار محیط: در این روش، فرآیند تقطیر در فشار محیط صورت می‌گیرد.
۲. 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.
۳. تقطیر در خلاء: در این روش فرآیند تقطیر در خلاء (در فشار ۴۰ میلیمتر جیوه) صورت می‌گیرد.

۴. 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.
۵. 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 راول



- در تقطیر محلولی از A و B ، غلظت A در بخاری که خارج شده و مایع می‌شود بیش از غلظت 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 از سرد 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 راول انحراف دارند بر دو نوع هستند:

○ سیستمهای که از قانون راول انحراف مثبت دارند:

در این حالت در منحنی فشار کل ، ماکسیمم وجود دارد. این ماکسیمم 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 آزنوتروپ 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 راول انحراف منفی دارند:

اگر سیستمی انحراف منفی از قانون راول نشان دهد، در منحنی فشار کل مینیمم 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 آزنوتروپ با نقطه جوش ماکسیمم نامیده می‌شود.

تعادل بخار با محلول آزنوتروپ

بخار در حالت تعادل با مایع آزنوتروپی 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 آزنوتروپها ، مانند مواد خالص ، بدون تغییر تقطیر می‌شوند. از محلول جز به جز یک محلول دو جزئی که آزنوتروپی تشکیل می‌دهند، سرانجام یک جز خالص ، و آزنوتروپ حاصل می‌شود ولی دو جز آن به صورت خالص به دست نمی‌آید.

وسایل مورد نیاز

محلول استون کثیف، گرمکن، بالن تقطیر، دماسنج (برای تعیین دمای جوش)، مبرد، بالن جمع آوری محصول، سنگ جوش.

روش انجام آزمایش

مقدار ۱۵۰ 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 ۵۳ 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): ۱۵۰ ml

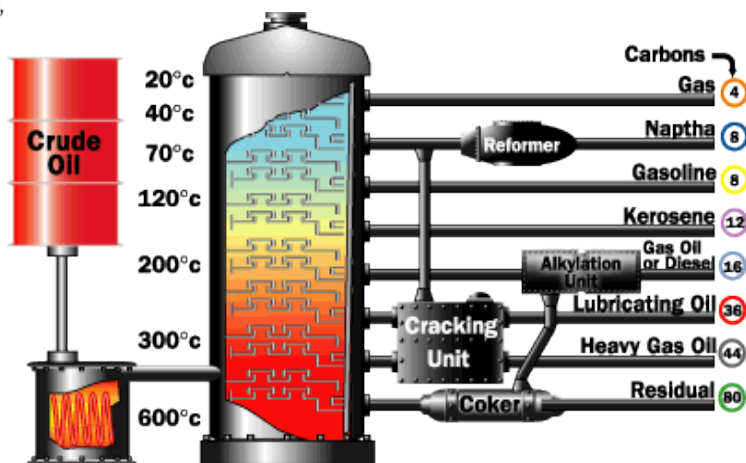
حجم انتهایی (خالص سازی شده): ۱۳۲ ml

عوامل خطا

- (۱) افزایش ناگهانی دما.
- (۲) باقی ماندن اندکی مایع تقطیر شده در مبرد.

پرسشها

- (۱) چرا اتیل الکل معمولی شامل تقریباً ۵٪ آب است؟
برای مخلوط اتانول با آب بالاترین نقطه آزنوتروپ جوش برای ۹۵٪ الکل و ۵٪ آب است. بنابراین جزء تقطیر شده مخلوط اتانول و آب نمی تواند خالصتر از ۹۵ درصد باشد. برای تولید اتانول خالص تر، مقدار کمی بنزن به آن اضافه می شود.
- (۲) 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 غیرمستقیم 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 نهایتاً 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.

(۴) نتایج بدست آمده از تقطیر جز به جز و معمولی را مقایسه کنید؟ تقطیر جز به جز انجام نشد.

منابع

۱. (↑ Laurence M. Harwood, Christopher J. Moody (۱۳۹۸ June ۱۹). Experimental organic chemistry: Principles and Practice Illustrated ed.). Oxford: WileyBlackwell.) ۱۴۳-۱۴۱pp. ISBN ۹۷۸-۰۶۳۲۰۲۰۱۷۱-۹۷۸

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

۳- کتاب عملیات واحد (۱)، سامان موسویان - داود عشوری، امیر حسین قندی، انتشارات یزدا، چاپ اول.