

آزمایشگاه شیمی آلی ۱

گزارش کار آزمایش شماره ۵

«تقطیر با بخار آب»

محمد رضا مهدیه و رضا چائیچی مسنعلی ده

تاریخ آزمایش: ۱۳۹۱/۸/۱۵

تاریخ تحویل گزارش کار: ۱۳۹۰/۸/۲۲

استاد: جناب آقای شکرالهی و جناب آقای زالی

هدف آزمایش:

خالص سازی آنیلین به روش تقطیر با بخار آب.

تئوری آزمایش:

غالباً به کمک تقطیر با بخار آب میتوان ترکیبات آلی فراری را که با آب مخلوط نمیشوند یا تقریباً با آن غیر قابل اختلاط هستند تفکیک و تخلیص کرد. در این روش مخلوط آب و جسم آلی با هم تقطیر میشوند. که به دو صورت امکان پذیر است:

(۱) روش مستقیم: که مخلوط آب و ماده آلی با همدیگر حرارت داده میشوند (تقطیر بوسیله آب).

(۲) روش غیر مستقیم: که بخار آب را در ظرف دیگری ایجاد کرده و از داخل ماده آلی عبور میدهند.

در تقطیر با بخار آب طبق قانون دالتون فشار بخارهای حاصله در درجه حرارت معین، برابر با مجموع فشارهای جزئی همان بخارها است:

$$P_T = P_1 + P_2 + \dots + P_n$$

از این عبارت چنین بر می آید که همواره در هر درجه حرارتی فشار بخار کل مخلوط حتی از فشار بخار فرار ترین جزء در آن درجه حرارت بیشتر است، زیرا که فشار بخار اجزای دیگر مخلوط هم دخالت میکنند. بنابر این باید درجه جوش مخلوط ترکیبهای غیر قابل اختلاط کمتر از جزئی باشد که کمترین نقطه جوش را دارد.

آب (با نقطه جوش ۱۰۰ درجه) و بروموبنزن (با نقطه جوش ۱۵۶ درجه) در یکدیگر نامحلولند. این مخلوط در حدود ۹۵ درجه سانتیگراد میجوشد. در این درجه، فشار بخار کل مخلوط برابر با فشار آتمسفر است. همانگونه که طبق نظریه دالتون پیش بینی میشد این درجه کمتر از نقطه جوش هر یک از این دو ماده به صورت خالص است.

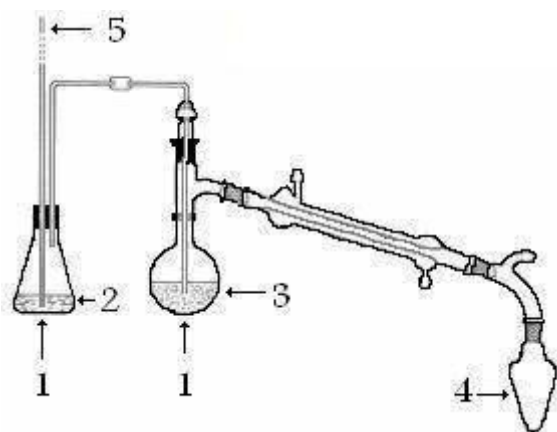
◀ مزیت استفاده از تقطیر با بخار آب:

مزیت استفاده از تقطیر با بخار آب در این است که درجه حرارت در این تقطیر نسبتاً پایین است (کمتر از ۱۰۰ درجه) و این روش برای خالص سازی موادی به کار میرود که نسبت به حرارت حساسند و در حرارتهای بالا تجزیه میشوند. همچنین این روش برای جدا کردن ترکیب، از مخلوط واکنشی که محتوی مقدار زیادی از مواد قیر مانند باشد مفید است.

◀ تقطیر با بخار آب بروموبنزن:

در یک بالن ته گرد مقدار ۲۰ میلی لیتر بروموبنزن و ۱۰ میلی لیتر آب بریزید و دستگاه تقطیر با بخار آب را مطابق شکل ببندید.

شکل دستگاه تقطیر با بخار آب



۱- حرارت، ۲- آب، ۳- ماده آلی، ۴- مخلوط آب و ماده آلی
تقطیر شده، ۵- لوله اطمینان (طول ۲۴-۳۶ اینچ، قطر داخلی
بزرگتر یا مساوی ۸ میلیمتر)

حرارت را آغاز کنید. برای جلوگیری از جمع شدن آب در ظرف
حاوی ماده آلی (ظرف ۳) آنرا نیز حرارت دهید محصول را جمع
آوری نمایید و هنگامی که دیگر بر اثر افزوده شدن محصول
تقطیر حجم بروموبنزن تقطیر شده تغییر نکرد زمان پایان تقطیر
است. حجم کل محصول تقطیر جمع آوری شده و حجم بروموبنزن
موجود در آن را یادداشت کنید.

وسایل مورد نیاز

آنیلین ناخالص، ابزار دستگاه تقطیر با بخار آب، دو عدد بالون ته صاف.

روش انجام آزمایش

مقدار ۵ گرم از آنیلین ناخالص برداشته شد (در این جا چون دانسیته آنیلین تقریباً برابر ۱ است پس مقدار ۵ گرم از آن با
۵ میلی لیتر از آن برابر است) و در بالون ته گرد دوم قرار داده شد. سپس دستگاه تقطیر با آب مقطر مطابق شکل تئوری
بسته شد. سپس اندک اندک حرارت به بالون اول که حاوی آب معمولی می باشد داده شد (چون با جوشیدن آب ، آب
مقطر حاصل می شود لازم نیست از آب مقطر استفاده می گردد) تا زمانی که رفته رفته از ته لوله عمود بر بالون حجمی
اولیه (شامل آب) حبابهایی خارج گردید. با این حال همچنان حرارت داده شد تا بخارات از لوله باریک به بالون حاوی
آنیلین انتقال یابد چون بخارات عبوری در دمای ۱۰۰ درجه قرار دارند و رفته رفته با عث افزایش دمای آنیلین می گردد. و
بخارات آب با خارج شدن از محلول، با خود آنیلین حمل می کنند و همین موجبات جداسازی را فراهم آورد.

با گذشت زمان مقدار حجم محلول در بالون دوم افزایش می یابد ولی اندک اندک قطرات تقطیر از انتهای لوله خارج
میگردد. این قطرات حاوی دو نوع ماده آلی و آبی هستند. وقتی جداسازی تا آخرین نقطه ادامه یافت، در آخر ماده بدست
آمده از تقطیر در دکانتور قرار داده شد تا دو فاز آلی و آبی جدا گردند. سپس این دوماده جداسازی شد و جچم هر کدام
ثبت گردید.

محاسبات

داده های بدست آمده از کاتالوگ:

نقطه جوش آنیلین: ۱۸۴ درجه سانتی گراد

دانسیته آنیلین : $1.02 \text{ kg} = 1 \text{ L}$

مقدار آنیلین همراه با ناخالصی: ۵ ml

مقدار آنیلین خالص شده نهایی: ۴ ml

مقدار آب جداسازی شده: ۴۰ ml