l

آزمایشگاه شیمی آلی 1

گزارش کار آزمایش شماره 5

«تقطیر با بخار آب »

محمدرضا مهدیه و رضا چائیچی حسنعلی ده

تاریخ آزمایش : 15/8/1391

تاریخ تحویل گزارش کار: 22/8/1390

استاد: جناب آقای شکرالهی وجناب آقای زالی

# مقدمه

# هدف آزمایش:

# خالص سازی آنیلین به روش تقطیر با بخار آب.

# تئوری آزمایش :

# غالبا به کمک تقطير با بخار آب ميتوان ترکيبات آلي فراري را که با آب مخلوط نميشوند يا تقريبا با آن غير قابل اختلاط هستند تفکيک و تخليص کرد. در اين روش مخلوط آب و جسم آلي با هم تقطير ميشوند. که به دو صورت امکان پذير است:

# 1)  روش مستقيم: که مخلوط آب و ماده آلي با همديگر حرارت داده ميشوند (تقطير بوسيله آب).

# 2)  روش غير مستقيم: که بخار آب را در ظرف ديگري ايجاد کرده و از داخل ماده آلي عبور ميدهند.

# در تقطير با بخار آب طبق قانون دالتون فشار بخارهاي حاصله در درجه حرارت معين، برابر با مجموع فشارهاي جزئي همان بخارها است:

# PT = P1 + P2 + P3 + …

# از اين عبارت چنين بر مي ايد که همواره در هر درجه حرارتي فشار بخار کل مخلوط حتي از فشار بخار فرار ترين جزء در آن درجه حرارت بيشتر است، زيرا که فشار بخار اجزاي ديگر مخلوط هم دخالت ميکنند. بنابر اين بايد درجه جوش مخلوط ترکيبهاي غير قابل اختلاط کمتر از جزئي باشد که کمترين نقطه جوش را دارد.

# آب (با نقطه جوش 100 درجه) و بروموبنزن (با نقطه جوش 156 درجه) در يکديگر نامحلولند. اين مخلوط در حدود 95 درجه سانتيگراد ميجوشد. در اين درجه، فشار بخار کل مخلوط برابر با فشار آتمسفر است. همانگونه که طبق نظريه دالتون پيش بيني ميشد اين درجه کمتر از نقطه جوش هر يک از اين دو ماده به صورت خالص است.

# ◄   مزيت استفاده از تقطير با بخار آب:

# مزيت استفاده از تقطير با بخار آب در اين است که درجه حرارت در اين تقطير نسبتا پايين است (کمتر از 100 درجه) و اين روش براي خالص سازي موادي به کار ميرود که نسبت به حرارت حساسند و در حرارتهاي بالا تجزيه ميشوند. همچنين اين روش براي جدا کردن ترکيب، از مخلوط واکنشي که محتوي مقدار زيادي از مواد قير مانند باشد مفيد است. ◄   تقطير با بخار آب بروموبنزن:

# در يک بالن ته گرد مقدار 20 ميلي ليتر بروموبنزن و 10 ميلي ليتر آب بريزيد و دستگاه تقطير با بخار آب را مطابق شکل ببنديد.

#  شکل دستگاه تقطير با بخار آب

# http://www.fadak.us/A.database/Chemistry/learn/L.002/Image/Archive.0072.1.jpg 1- حرارت، 2-  آب، 3- ماده آلي، 4- مخلوط آب و ماده آلي تقطير شده، 5- لوله اطمينان (طول 36-24 اينچ، قطر داخلي بزرگتر يا مساوي 8 ميليمتر)

#  حرارت را آغاز کنيد. براي جلوگيري از جمع شدن آب در ظرف حاوي ماده آلي (ظرف3) آنرا نيز حرارت دهيد محصول را جمع آوري نماييد و هنگامي که ديگر بر اثر افزوده شدن محصول تقطير حجم بروموبنزن تقطير شده تغيير نکرد زمان پايان تقطير است. حجم کل محصول تقطير جمع آوري شده و حجم بروموبنزن موجود در آن را ياداشت کنيد.

# وسایل مورد نیاز

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

# روش انجام آزمایش

# مقدار 5 گرم از آنیلین ناخالص برداشته شد ( در این جا چون دانسیته آنیلین تقریبا برابر 1 است پس مقدار 5 گرم از آن با 5 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 نیس 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 100 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: 184 درجه سانتی گراد

# دانسیته آنیلین : 1.02 kg=1L

# مقدار آنیلین همرا با ناخالصی: 5 ml

# مقدار آنیلین خالص شده نهایی: 4 ml

# مقدار آب جداسازی شده: 40 ml