



Τμήμα Δειφορικής Γεωργίας

Γεωπονική Σχολή

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΠΑΤΡΩΝ

Εργαστηριακές Ασκήσεις Αναλυτικής και Οργανικής Χημείας

Αγγελική Απ. Γαλάνη

Χημικός PhD, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό (ΕΔΙΠ)

3^η Εργαστηριακή Άσκηση Απόσταξη

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

ΜΕ ΤΗΝ ΑΠΟΣΤΑΞΗ ΕΠΙΤΥΓΧΑΝΕΤΑΙ Η
ΑΠΟΜΟΝΩΣΗ ΕΝΟΣ ΥΓΡΟΥ ΜΕ ΣΥΓΚΕΚΡΙΜΕΝΟ
ΣΗΜΕΙΟ ΖΕΣΕΩΣ ΑΠΟ ΕΝΑ ΜΙΓΜΑ ΤΟΥ

Διάφορες τεχνικές απόσταξης

3

Απόσταξη σε συνθήκες ατμοσφαιρικής πίεσης

Απλή

Με υδρατμούς

Κλασματική

Απόσταξη σε συνθήκες ελαττωμένης πίεσης

Εφαρμόζεται σε περιπτώσεις που ζητούμενο είναι η ελάττωση της θερμοκρασίας στην οποία ζέει η ουσία, έτσι ώστε να επιτευχθεί η απόσταξή της γρήγορα και χωρίς να αλλοιωθεί.

Απλή

Κλασματική

Ανοικτή Απ. Γαλιαν

Απλή απόσταξη εφαρμόζεται:

- όταν το υγρό του οποίου επιθυμούμε την απόσταξη έχει σχετικά χαμηλό σημείο ζέσεως,
- όταν δίδεται μίγμα υγρών των οποίων τα σημεία ζέσεως διαφέρουν κατά πολύ.

Κλασματική απόσταξη εφαρμόζεται όταν επιθυμούμε το διαχωρισμό μίγματος υγρών που έχουν μικρή διαφορά (ακόμη και λίγων βαθμών), στα σημεία ζέσεώς τους.

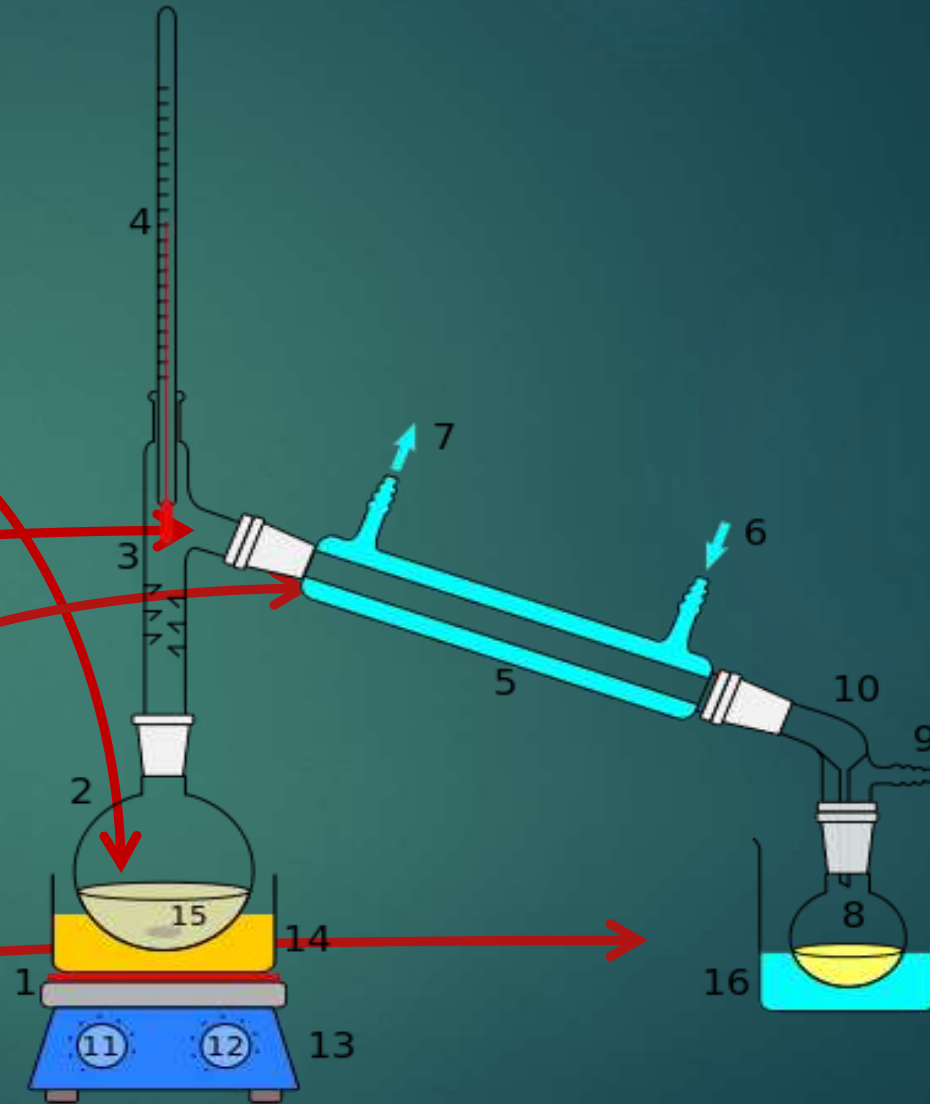
- Διύλιση πετρελαίου.
- Πετροχημική βιομηχανία (παραγωγή καυσίμων, οργανικών υλών και αντιδραστηρίων).
- Βιομηχανία τροφίμων, (παραγωγή αλκοολούχων ποτών και χυμών φρούτων).
- Προστασία περιβάλλοντος, ανάκτηση διαλυτών.

Απόσταξη με υδρατμούς εφαρμόζεται όταν ζητούμενο είναι η απομόνωση και ο καθαρισμός ευαίσθητων σε υψηλές θερμοκρασίες ουσιών. Κυρίως εφαρμόζεται στην απομόνωση φυσικών προϊόντων από τα συστατικά τους.

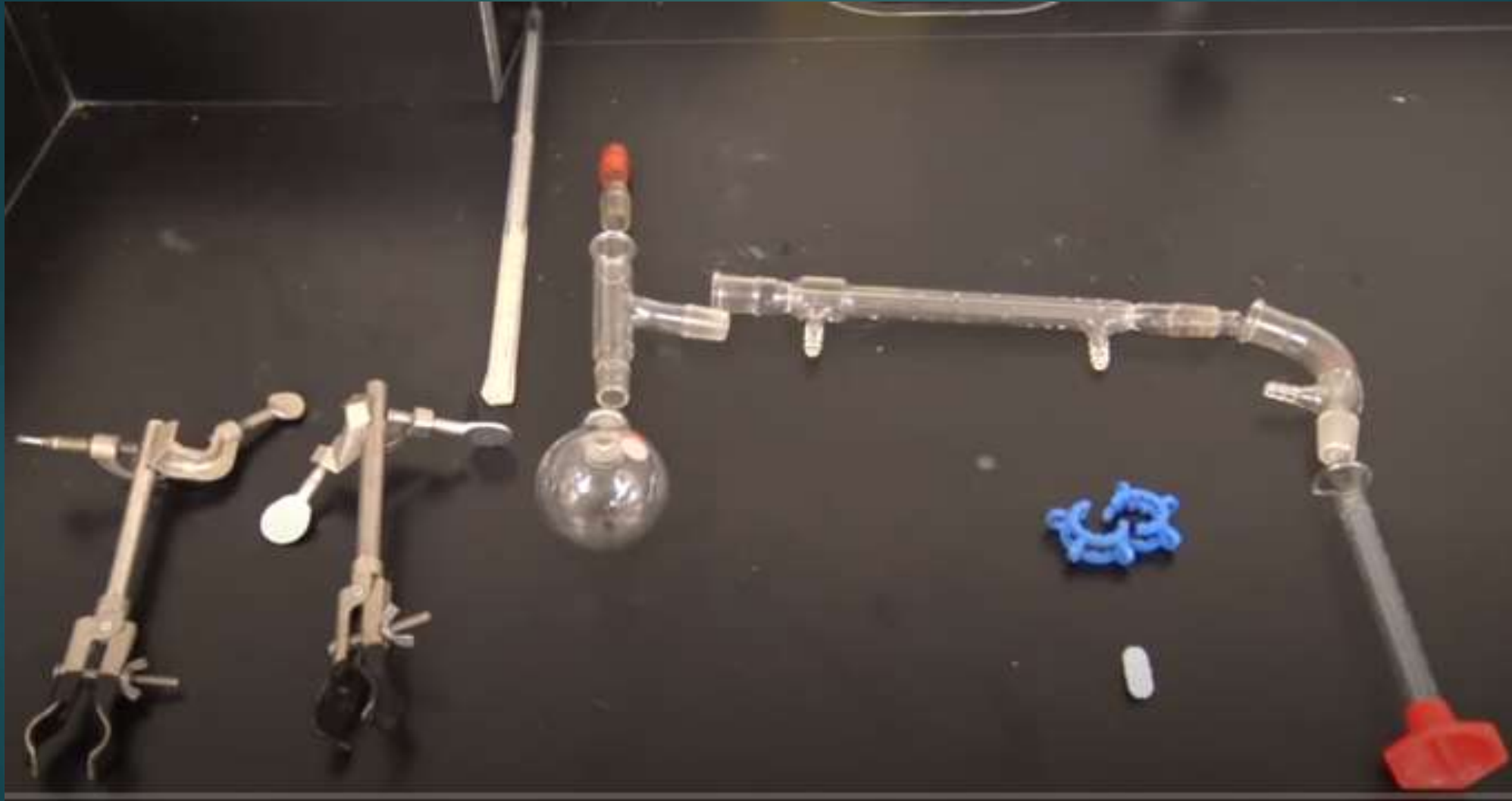
- ▶ Ιδιαίτερα χρήσιμη τεχνική όταν οι ουσίες που θέλουμε να απομονώσουμε έχουν υψηλό σημείο ζέσεως, διότι είναι δυνατόν να επιτευχθεί μείωση ακόμη και $100\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- ▶ Απαραίτητη προϋπόθεση για την εφαρμογή της, είναι οι ουσίες να είναι αδιάλυτες στο νερό και να μην αντιδρούν με αυτό, γιατί αποστάζουν μαζί του και στη συνέχεια διαχωρίζονται εύκολα με εκχύλιση.

Θερμαίνεται το μίγμα που περιέχει το υγρό του οποίου επιθυμείται η απομόνωση, μέχρι τη θερμοκρασία ζέσεως του υγρού αυτού.

Στη θερμοκρασία αυτή οι ατμοί που σχηματίζονται, οδηγούνται σε ψυκτήρα, όπου ψύχονται και μετατρέπονται σε καθαρή υγρή ουσία.



Απλή απόσταξη



ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

[HTTPS://WWW.JOVE.COM/SCIENCE-
EDUCATION/11202/SIMPLE-DISTILLATION](https://www.jove.com/science-education/11202/simple-distillation)

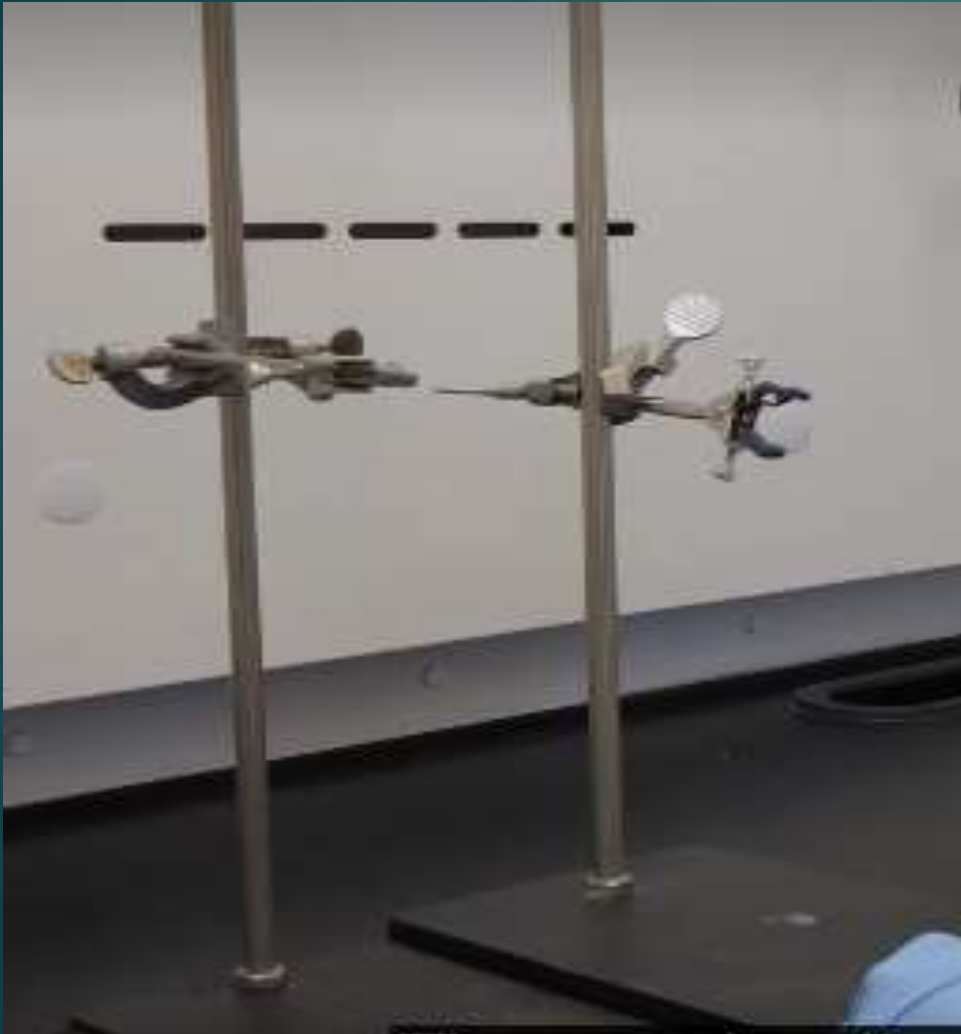


- ▶ Η όλη διαδικασία πραγματοποιείται απαραίτητα στην απαγωγό εστία.
- ▶ Φορούμε προστατευτικά γυαλιά, γάντια και ποδιά.

- ▶ Συγκεντρώνουμε όλα τα σκεύη που θα χρειαστούν για την απόσταξη.



Τοποθετούμε δύο
στηρίγματα δίπλα-δίπλα.



Στο ένα τοποθετούμε μαγνητικό
αναδευτήρα και επάνω
θερμομανδύα. Μέσα στο
θερμομανδύα προσθέτουμε άμμο
για να επιτύχουμε ομοιογενή
θέρμανση.



- ▶ Στηρίζουμε πάνω από το θερμομανδύα τη σφαιρική φιάλη στην οποία θα προσθέσουμε το προς απόσταξη μίγμα και μαγνήτη ανάδευσης.



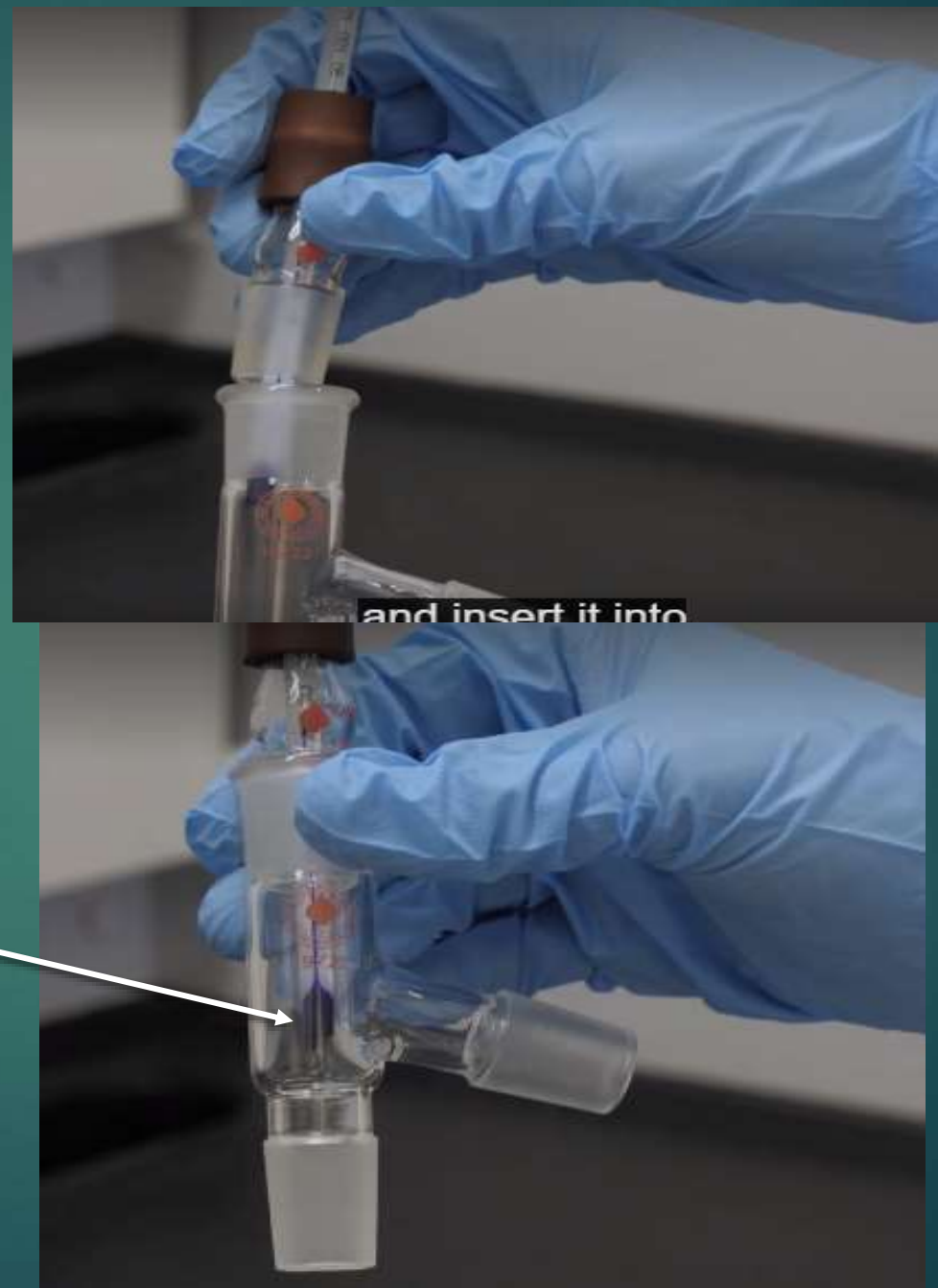
- ▶ Μετρούμε με δυο καθαρές πιπέτες τους διαλύτες που θα προσθέσουμε στη σφαιρική (2 mL κυκλοεξάνιο και 2 mL τολουόλιο).



- ▶ Προσαρμόζουμε το θερμόμετρο σε αντάπτορα, πιέζοντας προσεκτικά προς τα κάτω και λιπαίνοντας το εσφυρισμένο άκρο ώστε η σύνδεση με τα υπόλοιπα τμήματα να γίνει σωστά.



- ▶ Το συνδέουμε με το επίθεμα της απόσταξης.
- ▶ Σιγουρευόμαστε ότι το θερμόμετρο είναι χαμηλότερα από την αρχή του σωλήνα απόσταξης.



- ▶ Λιπαίνουμε και το κάτω εσφυρισμένο τμήμα από το επίθεμα απόσταξης, (αυτό που συνδέεται στη σφαιρική φιάλη της απόσταξης).
- ▶ Το συνδέουμε με τη σφαιρική.

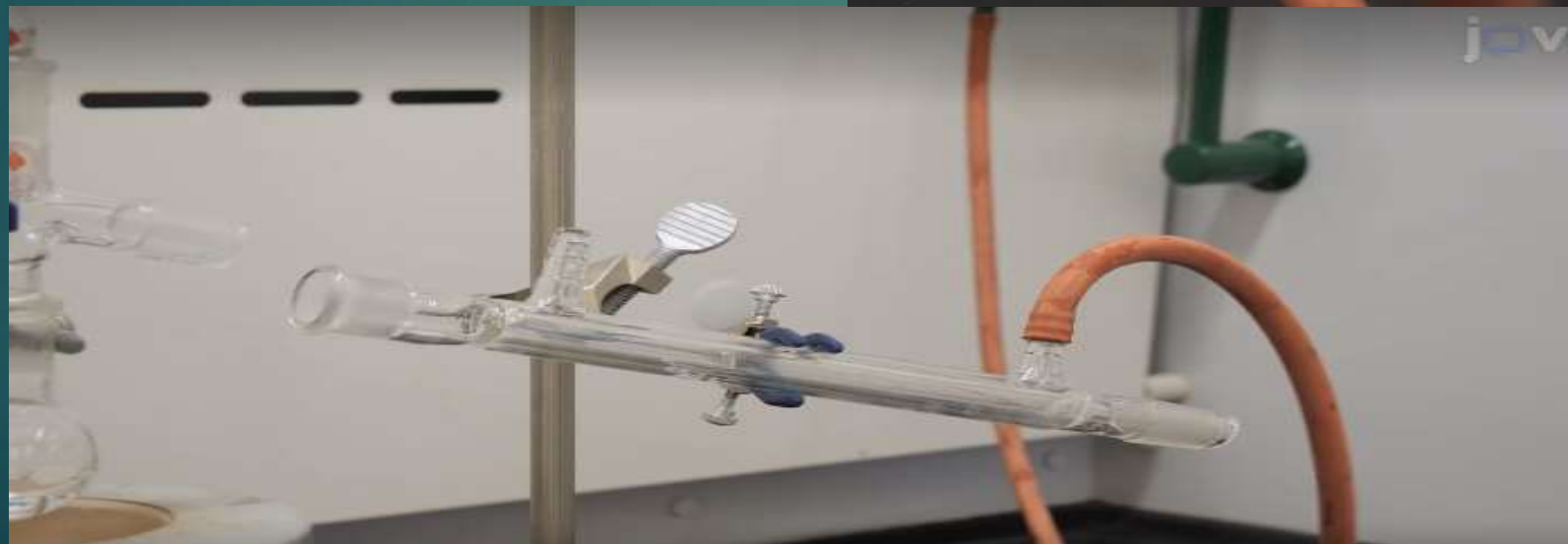


► Στο διπλανό στήριγμα, στηρίζουμε τον ψυκτήρα.

18



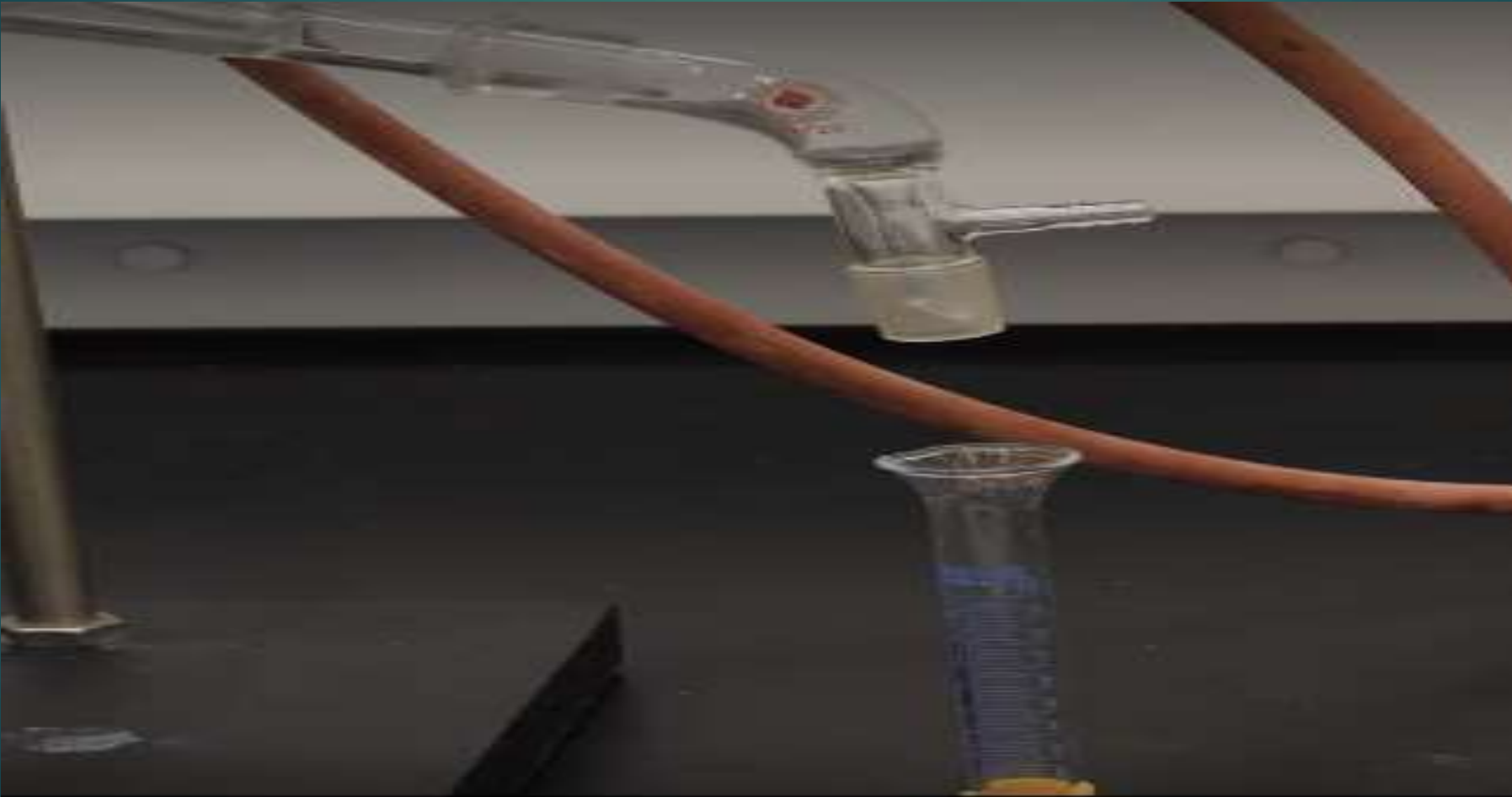
- ▶ Το κάτω λάστιχο του ψυκτήρα το προσαρμόζουμε στη βρύση.
- ▶ Το πάνω λάστιχο το αφήνουμε στην αποχέτευση.



- ▶ Συνδέουμε τον ψυκτήρα στο επίθεμα απόσταξης.
- ▶ Λιπαίνουμε το εσφυρισμένο άκρο του ψυκτήρα και στη συνέχεια σε αυτό συνδέουμε το επίθεμα συλλογής αποστάγματος.

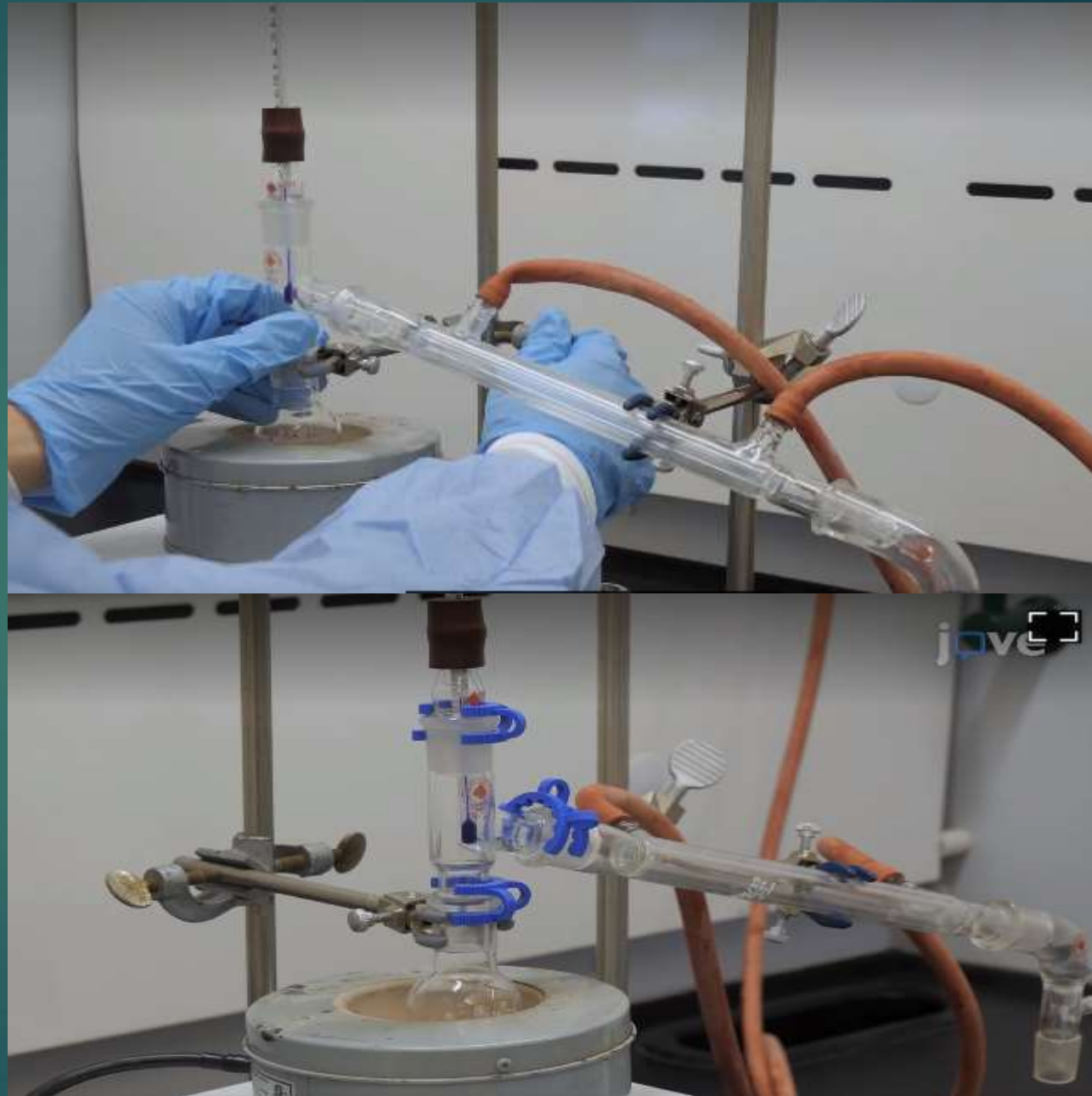


- ▶ Κάτω από το επίθεμα συλλογής αποστάγματος τοποθετούμε ογκομετρικό κύλινδρο για τη συλλογή του.



► Τοποθετούμε πιο χαμηλά και ακριβώς στο μανδύα θέρμανσης τη σφαιρική φιάλη απόσταξης, και προσαρμόζουμε καλύτερα και τον ψυκτήρα ελέγχοντας προσεκτικά την όλη συνδεσμολογία.

► Τοποθετούμε πλαστικά κλιπς για μεγαλύτερη ασφάλεια.



- ▶ Ανοίγουμε προσεκτικά και όχι γρήγορα τη ροή του νερού στον ψυκτήρα ώστε να μην υπάρχει περίπτωση διαρροής νερού από τα λάστιχα του.



- ▶ Ανοίγουμε την ανάδευση στη χαμηλότερη θέση.
- ▶ Ανοίγουμε τη θέρμανση στους 90 °C.



- ▶ Όταν παρατηρήσουμε στο υγρό της σφαιρικής φιάλης φυσαλίδες βρασμού, μειώνουμε τη θέρμανση τόσο ώστε να αποστάζουν περίπου δύο σταγόνες ανά λεπτό.
- ▶ Επίσης θα πρέπει να βλέπουμε να σχηματίζονται σταγόνες στο άκρο του θερμόμετρου.



- ▶ Σημειώνουμε τη ένδειξη του θερμομέτρου κάθε δύο σταγόνες ή κάθε λεπτό, και τον αντίστοιχο όγκο αποστάγματος στον ογκομετρικό κύλινδρο.
- ▶ Όταν μέσα στη σφαιρική απομείνουν περίπου 0,5 mL του μίγματος, σταματάμε τη θέρμανση και αποσυνδέουμε τη διάταξη.
- ▶ Ποτέ δεν πρέπει να παραμείνει χωρίς καθόλου υγρό η σφαιρική.

ΠΡΟΣΟΧΗ ΣΤΗΝ ΠΕΡΙΠΤΩΣΗ
ΑΥΤΗ ΥΠΑΡΧΕΙ ΚΙΝΔΥΝΟΣ
ΕΚΡΗΞΗΣ



- ▶ Ανασηκώνουμε την όλη διάταξη με πολύ ΠΡΟΣΟΧΗ ΤΑ ΣΚΕΥΗ ΕΙΝΑΙ ΘΕΡΜΑ
- ▶ Απομακρύνουμε τον θερμομανδύα και κλείνουμε το νερό του ψυκτήρα.



- ▶ Κατεβάζουμε το προστατευτικό της απαγωγού και αφήνουμε τη διάταξη να κρυώσει εντελώς.
- ▶ Όταν κρυώσουν εντελώς τα σκεύη της διάταξης τα αποσυνδέουμε προσεκτικά.



- ▶ Τα απορρίμματα από την απόσταξη τα κρατούμε σε ειδικά δοχεία απορριμμάτων με κατάλληλη ένδειξη.
- ▶ Καθαρίζουμε τα σκεύη με ακετόνη και τα ξεπλένουμε και με απεσταγμένο νερό.
- ▶ Τέλος τα αφήνουμε να στεγνώσουν.
- ▶ Πριν αποχωρήσουμε από το εργαστήριο πετούμε τα γάντια και πλένουμε τα χέρια μας.

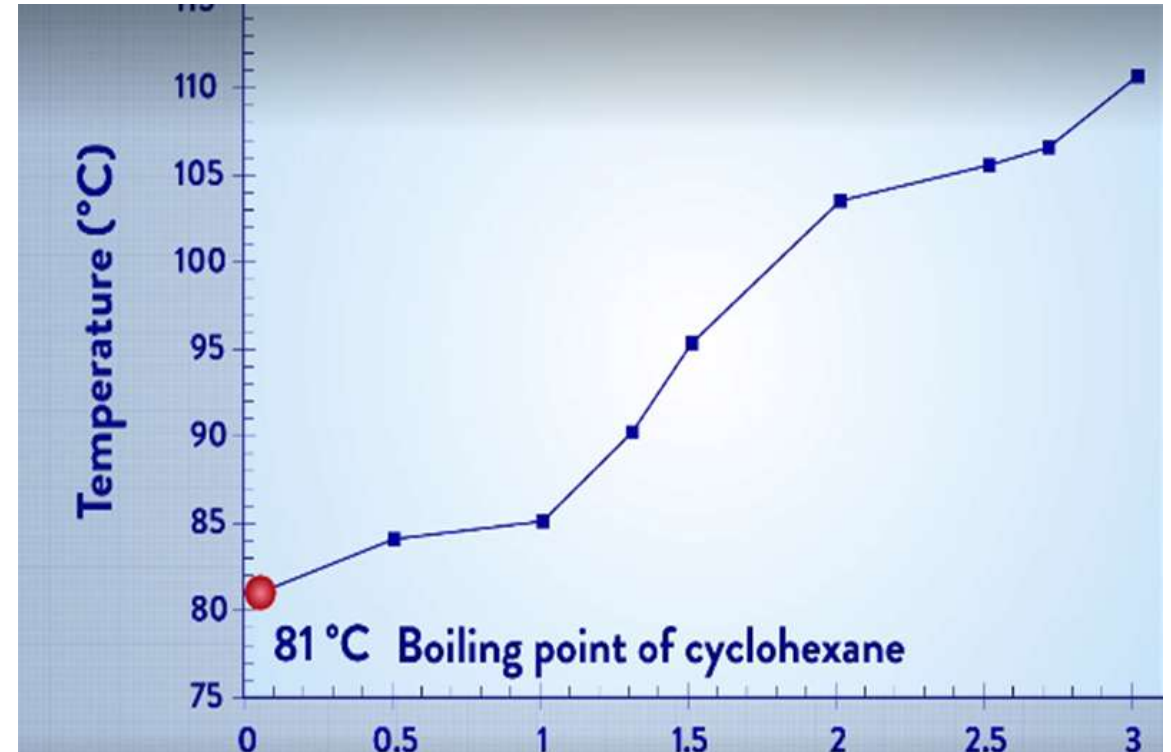


Χρόνος (min)	Όγκος αποστάγματος (mL)	Θερμοκρασία

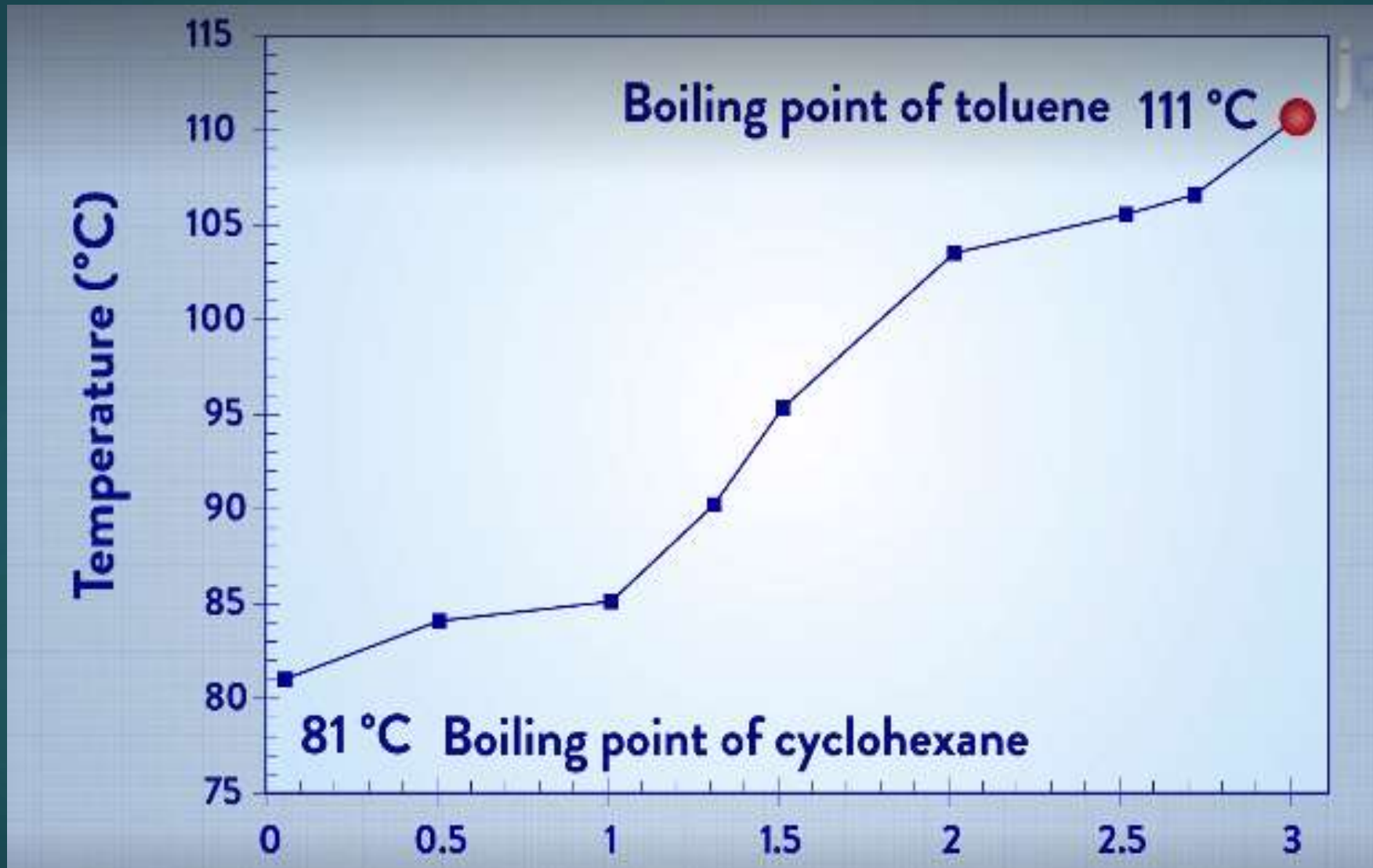
Αποτελέσματα

31

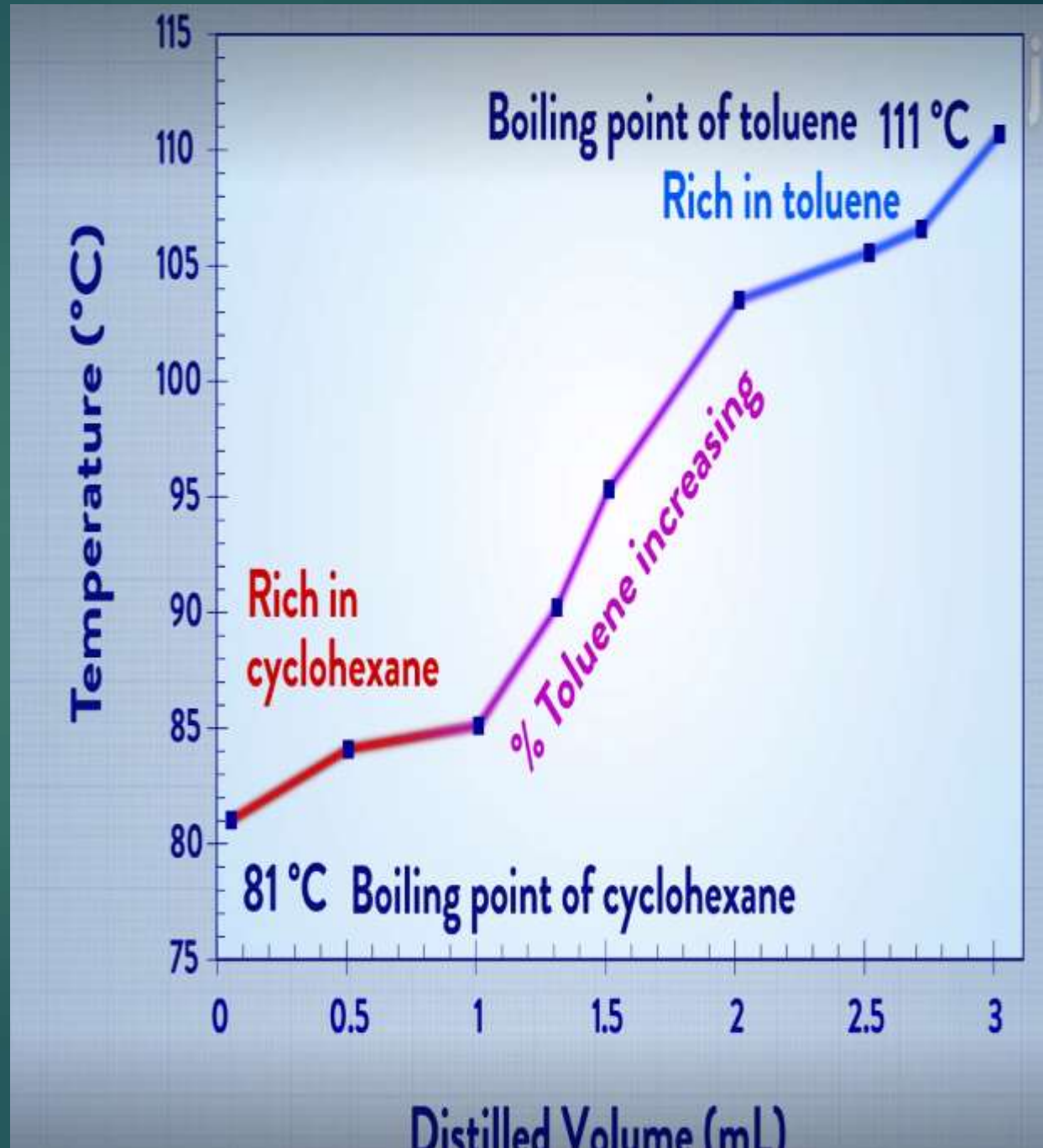
- ▶ Κατασκευάζουμε γραφική παράσταση θερμοκρασίας συναρτήσεως του όγκου του αποστάγματος. Παρατηρούμε ότι οι πρώτες σταγόνες αποστάγματος συλλέγονται στον ογκομετρικό κύλινδρο όταν η θερμοκρασία φθάσει στους 81 °C (σημείο ζέσεως κυκλοεξανίου).



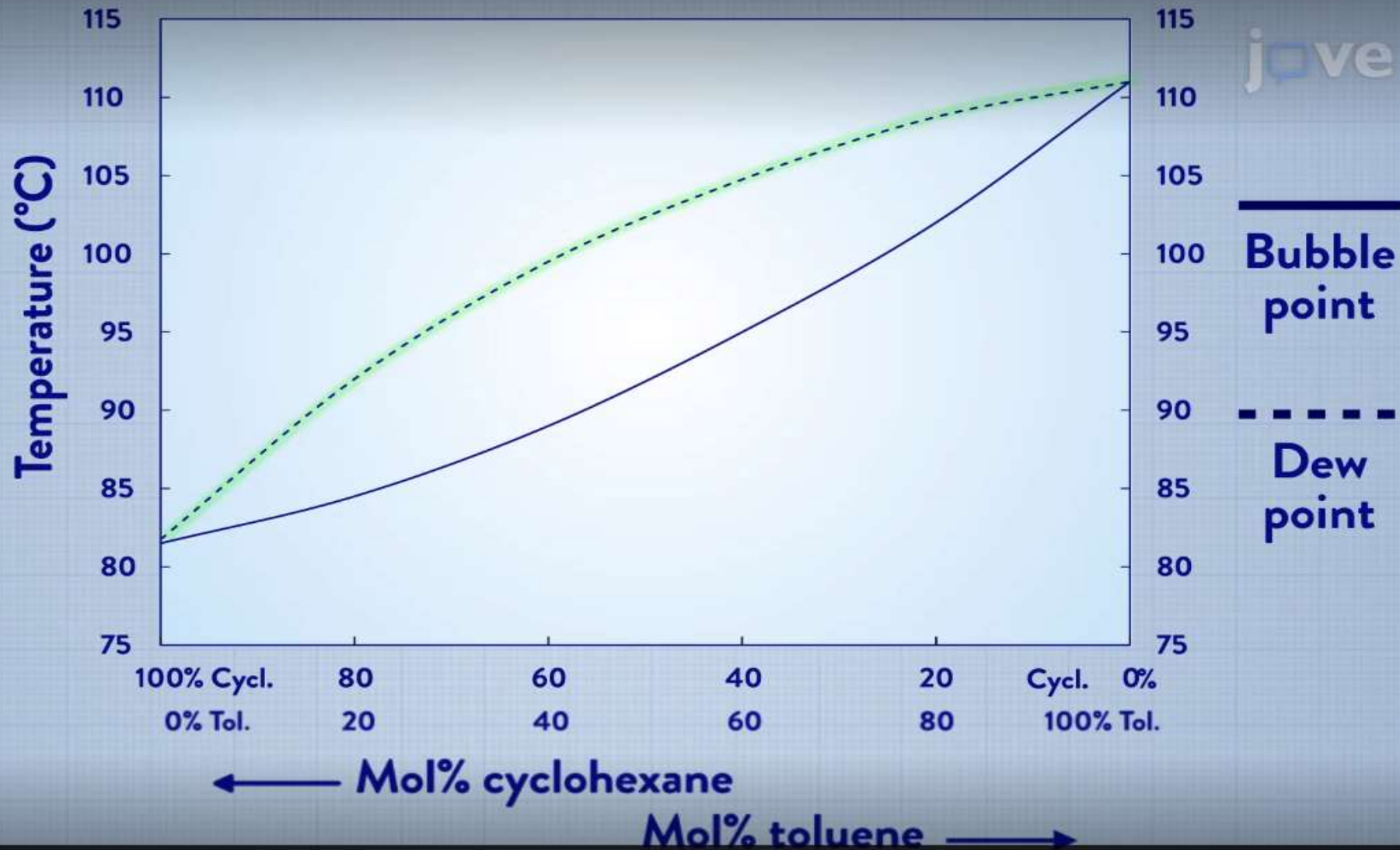
- ▶ Όσο η απόσταξη προχωρά, η θερμοκρασία φτάνει στους 111 °C που είναι το σημείο ζέσεως του τολουολίου.

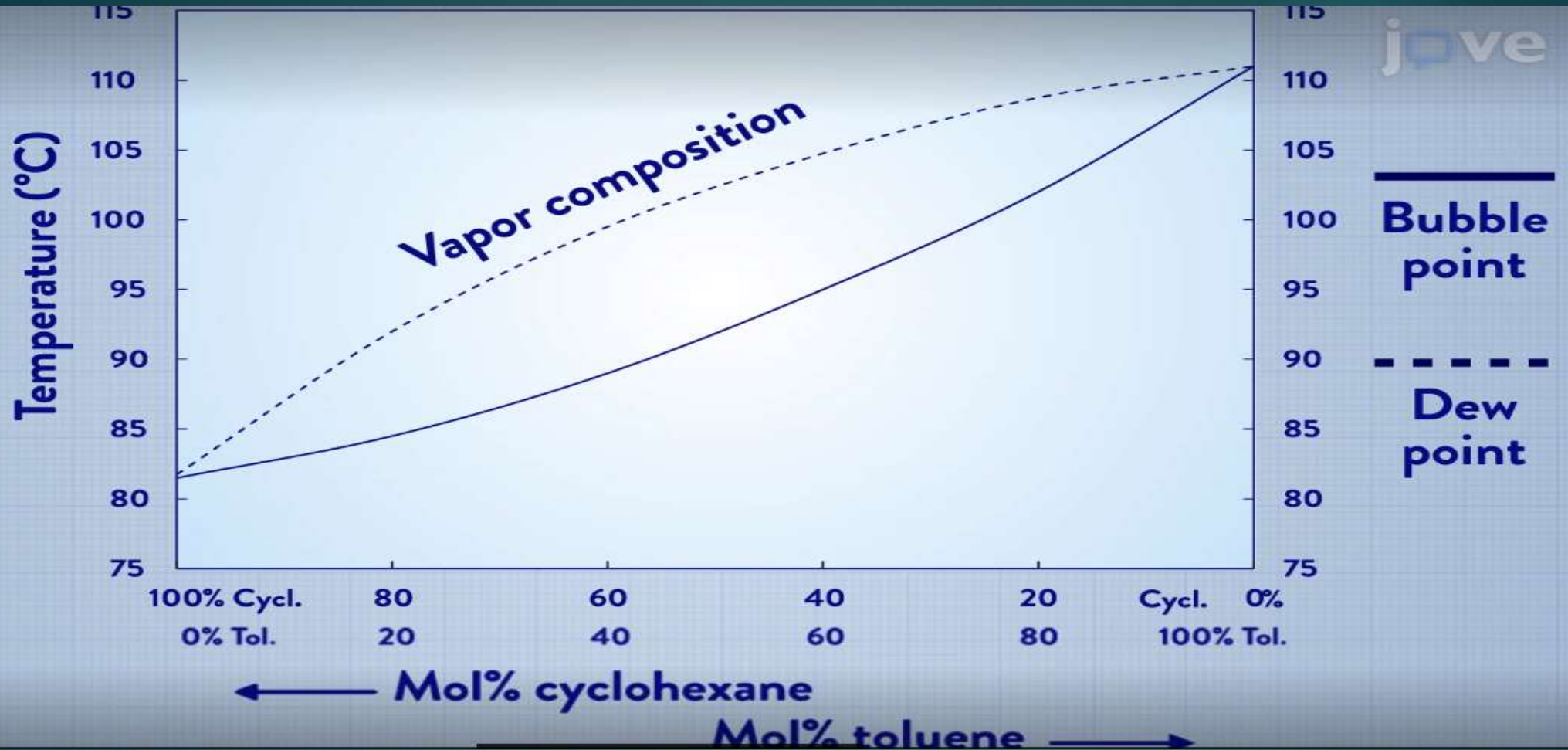


- ▶ Στην αρχή της απόσταξης ο ατμός είναι πλούσιος σε κυκλοεξάνιο.
- ▶ Καθώς το δεύτερο mL αποστάζει, η θερμοκρασία αυξάνεται κατά $\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$, και η ποσότητα τολουολίου στον ατμό αυξάνεται σημαντικά.
- ▶ Η θερμοκρασία σταθεροποιείται καθώς πλησιάζει τους $111\text{ }^{\circ}\text{C}$, ο ατμός είναι πλούσιος σε τολουόλιο προς το τέλος της απόσταξης στο 3° mL .

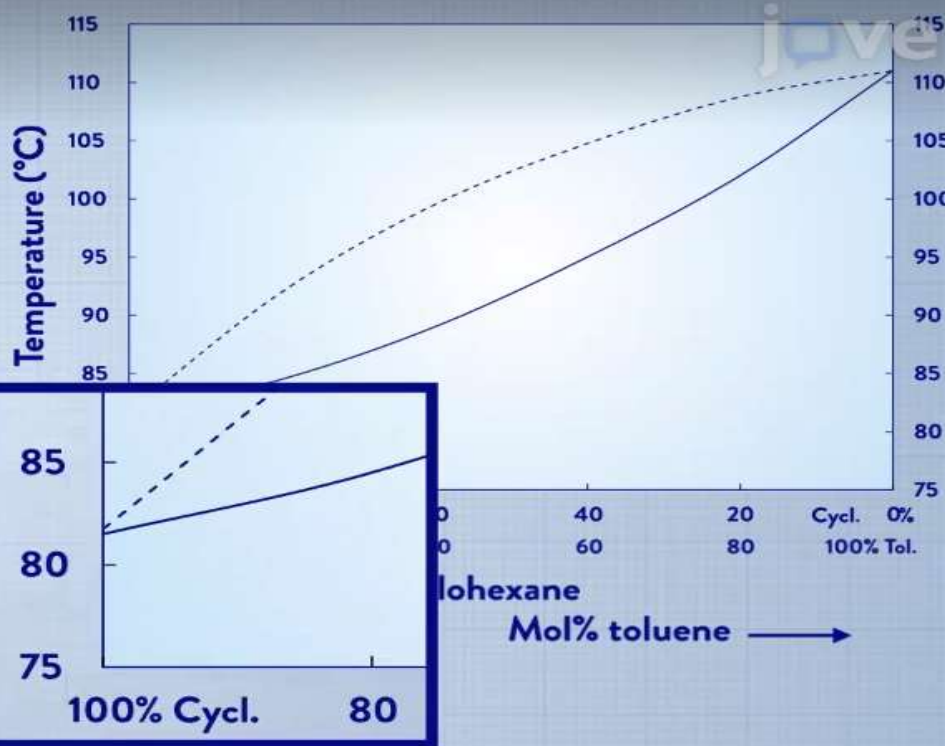
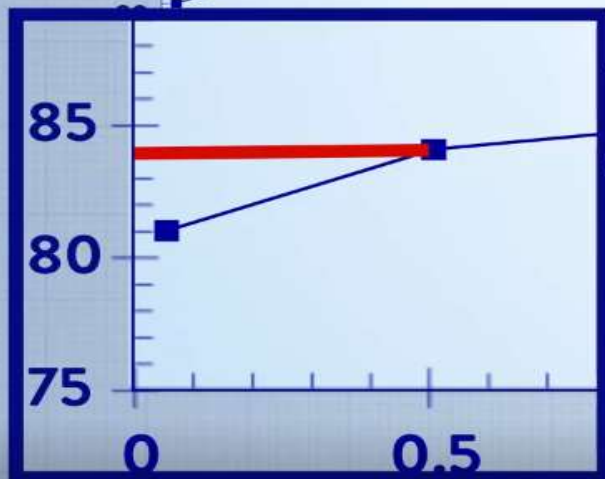
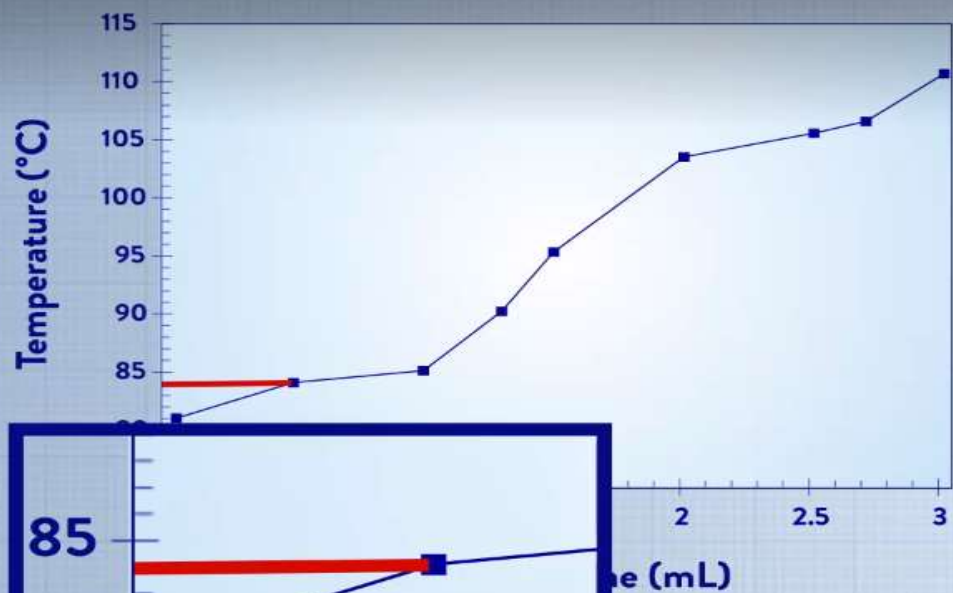


Πιο κάτω παρουσιάζεται διάγραμμα φάσεων για το κυκλοεξάνιο και το τολουόλιο. Στον άξονα των y καταγράφονται οι τιμές της θερμοκρασίας και στον άξονα των x οι τιμές mol% κυκλοεξανίου και mol% τολουολίου



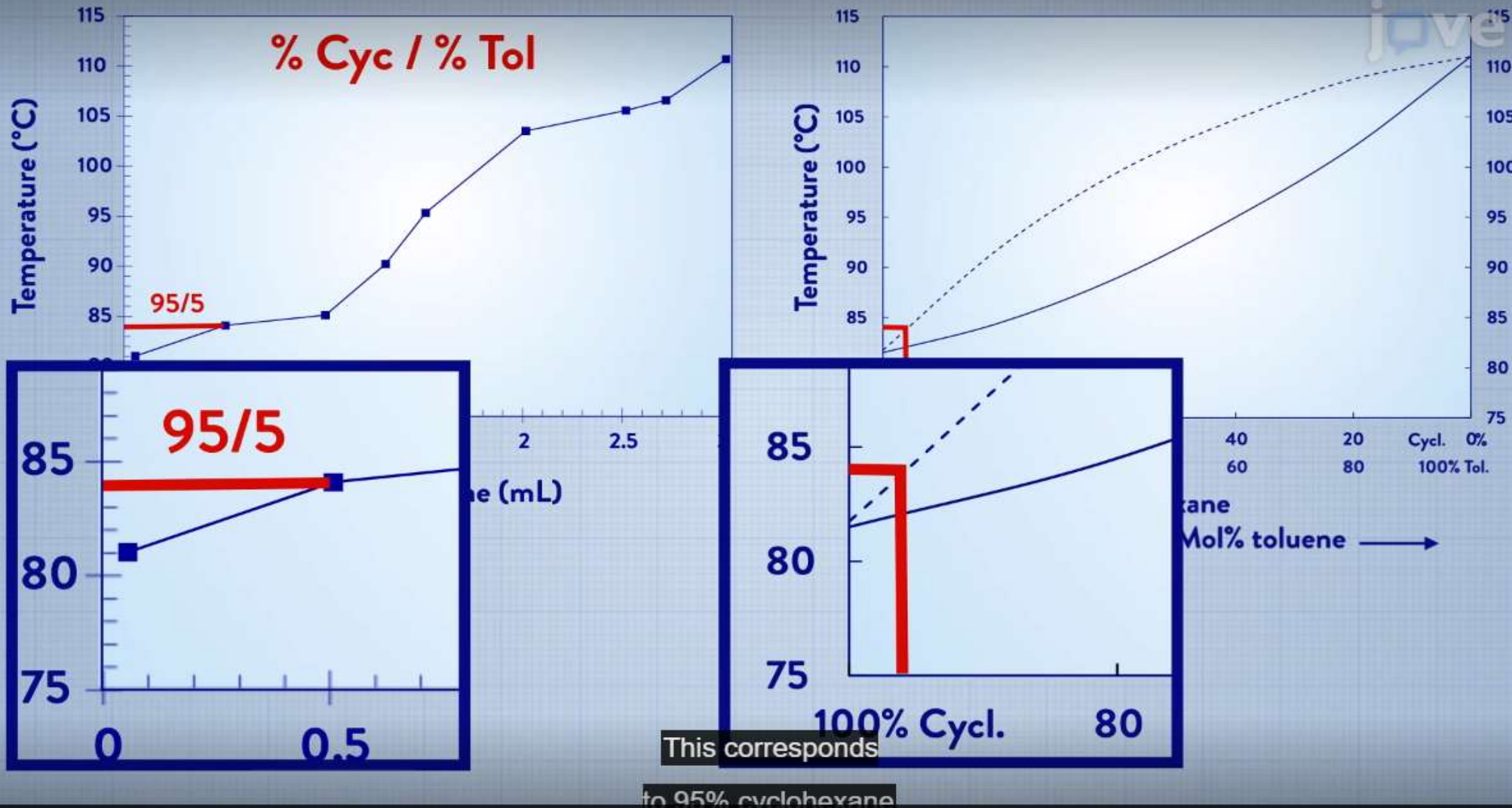


Αρχικά γίνεται ο υπολογισμός της σύστασης του ατμού, (διακεκομμένη καμπύλη) για κάθε θερμοκρασία που αντιστοιχεί σε δεδομένο όγκο αποστάγματος. Στη συνέχεια στη γραφική παράσταση mL αποστάγματος συναρτήσει της θερμοκρασίας γίνεται ο υπολογισμός, (η αντιστοίχιση) της σύστασης του αποστάγματος σε κάθε θερμοκρασία

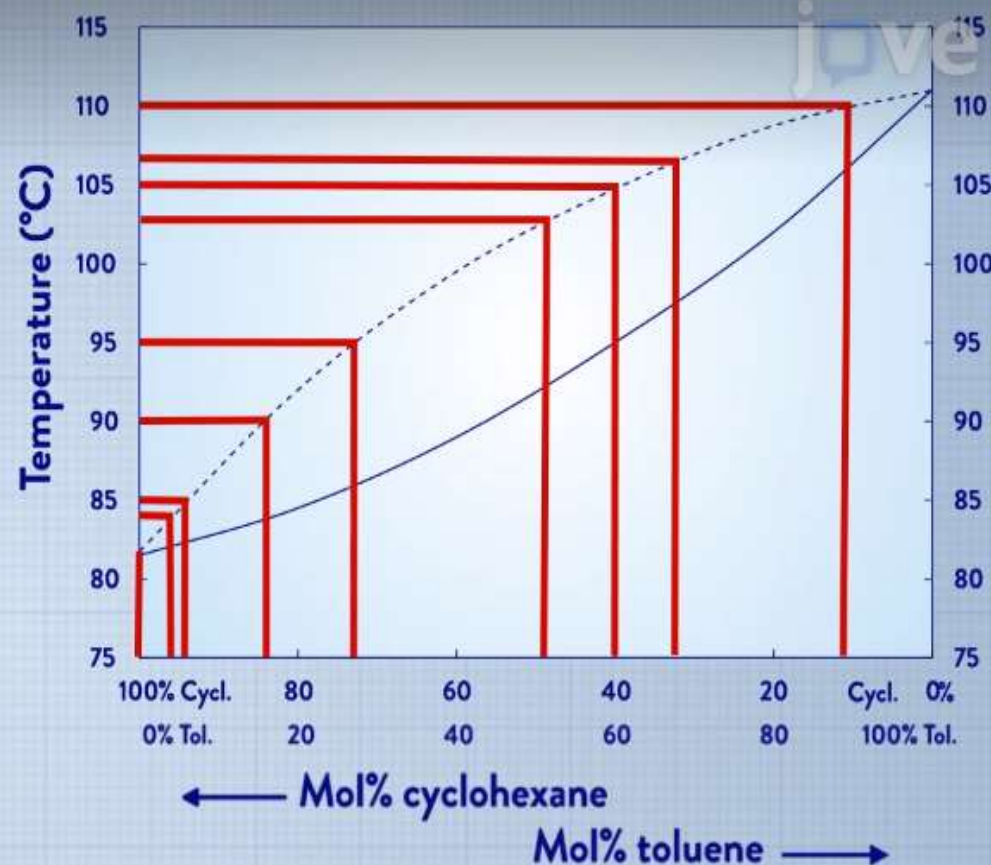
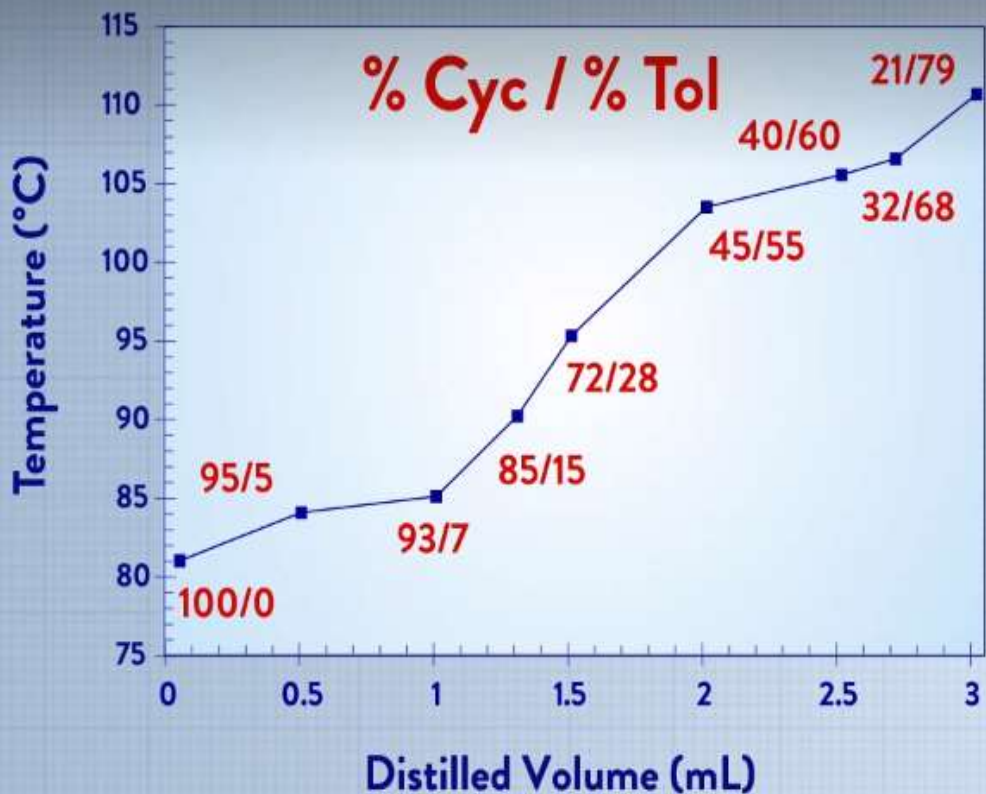


the condensing vapor

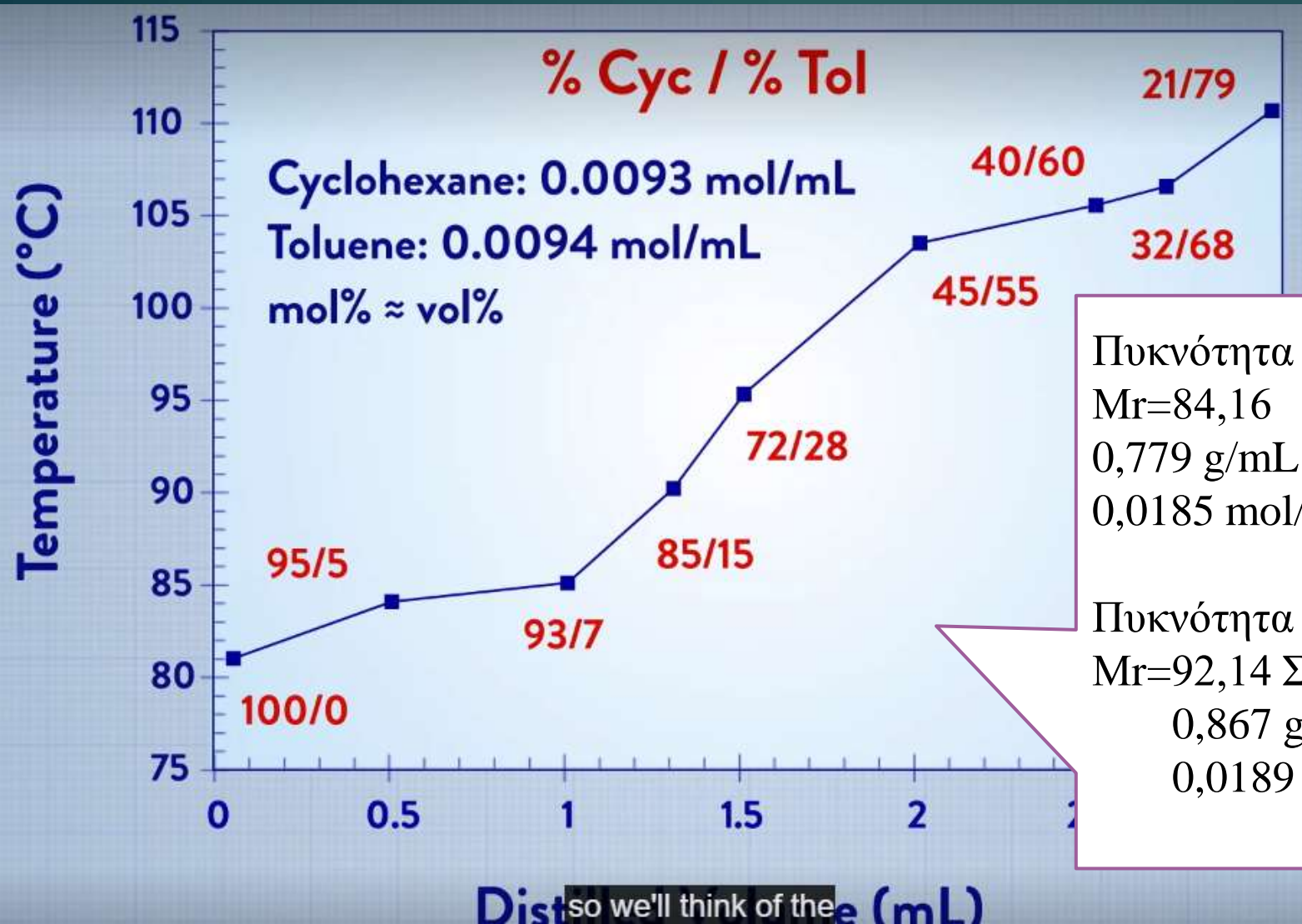
Για παράδειγμα 0,5 mL αποστάγματος, αντιστοιχούν σε 84 °C. Αξιοποιώντας το δεύτερο σχήμα της εικόνας, είναι δυνατόν να γίνει ο υπολογισμός της σύστασης του ατμού στη θερμοκρασία αυτή, άρα και της σύστασης του αποστάγματος όγκου 0,5 mL



Συγκεκριμένα θα είναι 95% κυκλοεξάνιο και 5% τολουόλιο στους 84 °C και για 0,5 mL αποστάγματος.



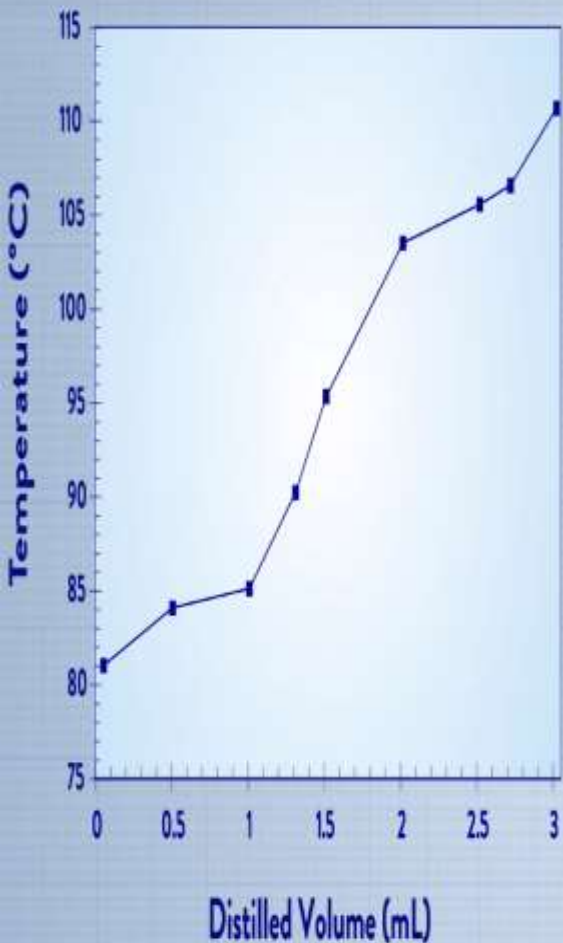
Όταν ολοκληρωθεί ο υπολογισμός της σύστασης ανά 0,5 mL αποστάγματος με τον τρόπο που στην προηγούμενη διαφάνεια περιεγράφηκε μπορεί να ακολουθήσει ο υπολογισμός της σύστασης του υγρού σε όλη τη διάρκεια της απόσταξης.



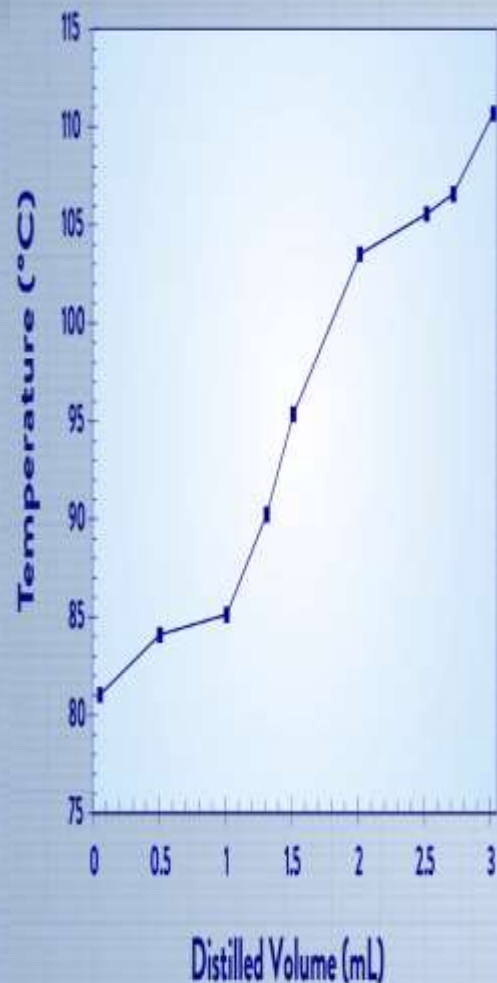
Πυκνότητα κυκλοεξανίου = 0,779g/mL
Mr=84,16 $\Sigma Z=80,5^{\circ} C$
0,779 g/mL x 2 mL = 1,558 g =
0,0185 mol/2mL = 0,00925mol/ml

Πυκνότητα τολουολίου = 0,867 g/mL
Mr=92,14 $\Sigma Z=110,6^{\circ} C$
0,867 g/ml x2 mL=1,734 g =
0,0189 mol/ 2mL=0,00945/ml

Σε θερμοκρασία δωματίου το μίγμα περιέχει περίπου τα ίδια mol, πράγμα που σημαίνει ότι ισχύει mol% = vol%

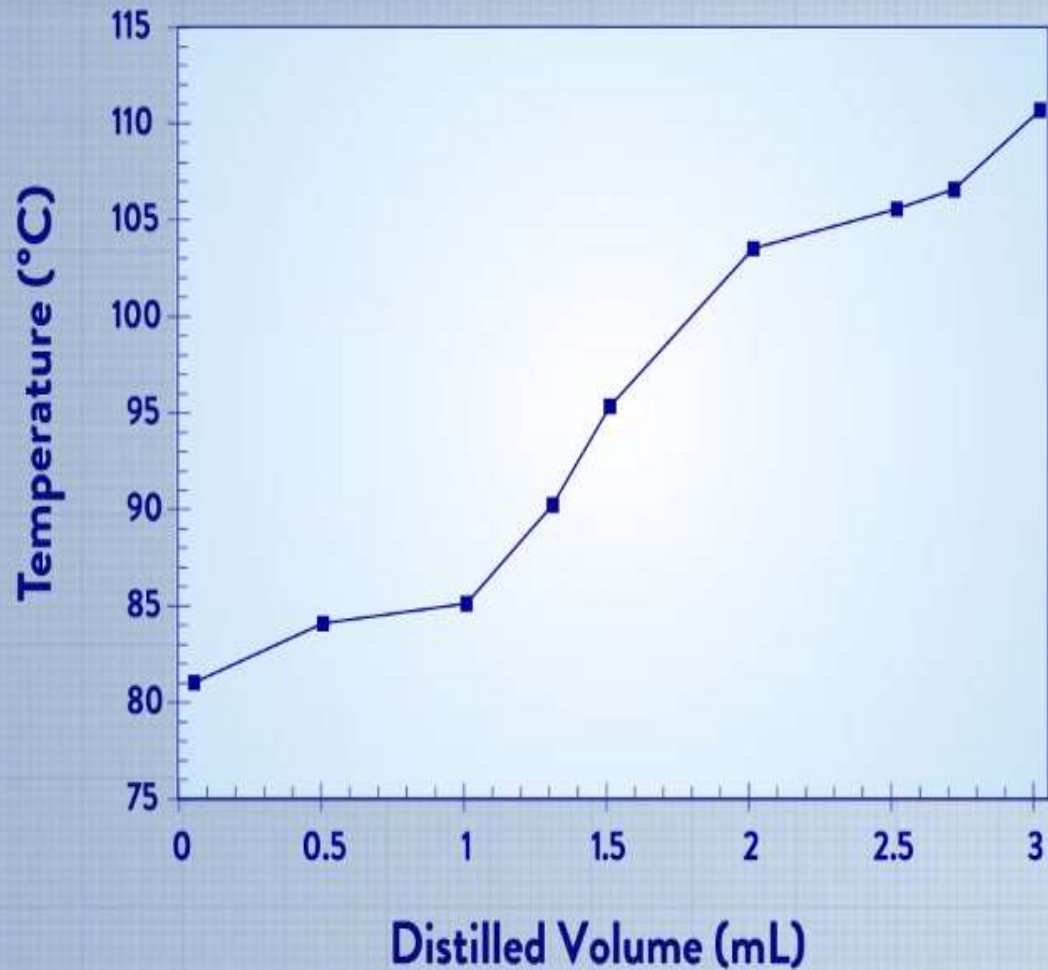


	Cyclohexane		Toluene	
Fraction	%	Volume	%	Volume
0.05 mL	100	0.05 mL	0	0 mL
0.45 mL	95	0.43 mL	5	0.02 mL
0.50 mL	93	0.47 mL	7	0.03 mL
0.30 mL	85	0.26 mL	15	0.04 mL
0.20 mL	72	0.14 mL	28	0.06 mL
0.50 mL	45	0.23 mL	55	0.27 mL
0.50 mL	40	0.20 mL	60	0.30 mL
0.20 mL	32	0.06 mL	68	0.14 mL
0.30 mL	21	0.06 mL	79	0.24 mL



	Cyclohexane		Toluene	
Fraction	%	Volume	%	Volume
0.05 mL	100	0.05 mL	0	0 mL
0.45 mL	95	0.43 mL	5	0.02 mL
0.50 mL	93	0.47 mL	7	0.03 mL
0.30 mL	85	0.26 mL	15	0.04 mL
0.20 mL	72	0.14 mL	28	0.06 mL
0.50 mL	45	0.23 mL	55	0.27 mL
0.50 mL	40	0.20 mL	60	0.30 mL
0.20 mL	32	0.06 mL	68	0.14 mL
0.30 mL	21	0.06 mL	79	0.24 mL

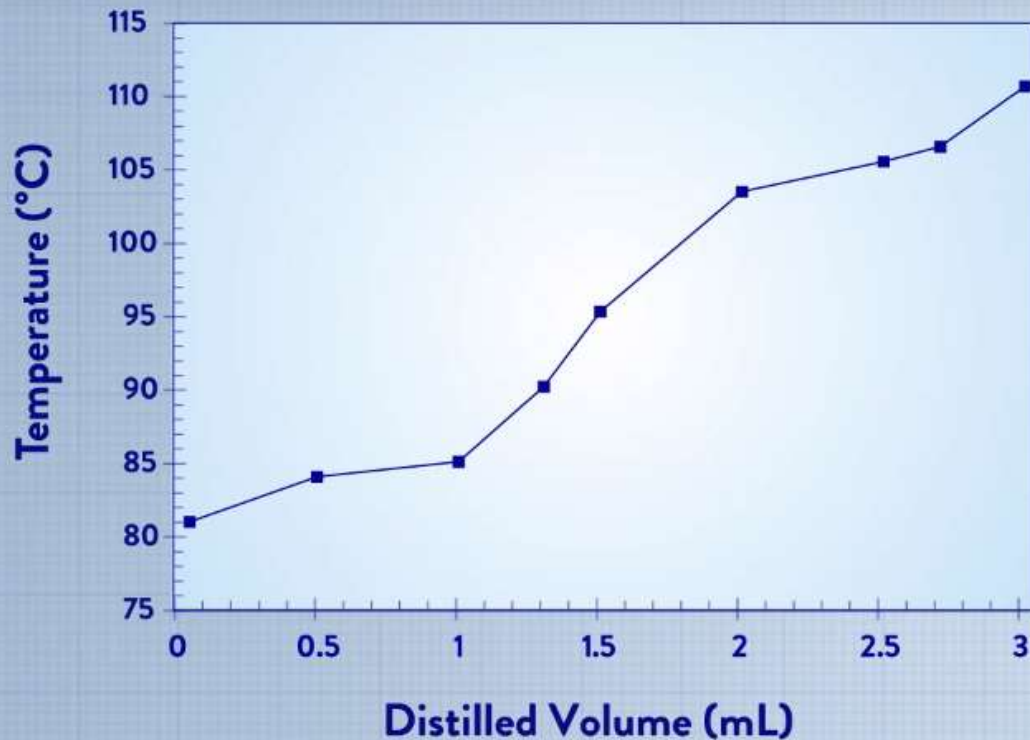
Εφόσον ισχύει $\text{mol}\% = \text{vol}\%$ με την αξιοποίηση των δεδομένων της προηγούμενης διαφάνειας, υπολογίζεται πόσο από το κάθε υγρό αποστάζει σε κάθε στάδιο.



Fraction	Cyclohexane		Toluene	
	%	Volume	%	Volume
0.05 mL	100	0.05 mL	0	0 mL
0.45 mL	95	0.43 mL	5	0.02 mL
0.50 mL	93	0.47 mL	7	0.03 mL
0.30 mL	85	0.26 mL	15	0.04 mL
0.20 mL	72	0.14 mL	28	0.06 mL
0.50 mL	45	0.23 mL	55	0.27 mL
0.50 mL	40	0.20 mL	60	0.30 mL
0.20 mL	32	0.06 mL	68	0.14 mL
0.30 mL	21	0.06 mL	79	0.24 mL

Καταλήγουμε στο συμπέρασμα ότι το απόσταγμα περιέχει 1,9 mL κυκλοεξάνιου και 1,1 mL τολουολίου από ένα αρχικό μίγμα 2mL από κάθε υγρό.

Τελικά το απόσταγμα έχει 1,90 mL κυκλοεξάνιο και 1,1 mL τολουόλιο, δηλαδή 63% κυκλοεξάνιο και 37% τολουόλιο και το υγρό μίγμα περιέχει 0,10 mL κυκλοεξάνιο και 0,90 mL τολουόλιο, δηλαδή 10% κυκλοεξάνιο και 90% τολουόλιο.



Distillate:

1.90 mL cyclohexane

1.10 mL toluene

63% cyclohexane, 37% toluene

Liquid mixture:

0.10 mL cyclohexane

0.90 mL toluene

10% cyclohexane, 90% toluene

ΕΦΑΡΜΟΓΗ ΑΠΟΣΤΑΞΗΣ

ΕΥΡΕΣΗ ΑΛΚΟΟΛΙΚΩΝ ΒΑΘΜΩΝ
ΚΡΑΣΙΟΥ

Αλκοολικοί βαθμοί

Δίνουν τη συγκέντρωση της αιθυλικής αλκοόλης στο κρασί. Είναι ο αριθμός των όγκων καθαρής αλκοόλης που περιέχονται σε 100 όγκους κρασιού στους 20 °C.

- ▶ Αποτελούν το κυριότερο χαρακτηριστικό ποιότητας του κρασιού.
- ▶ Η αιθυλική αλκοόλη, είναι η σπουδαιότερη αλκοόλη του κρασιού και το κυριότερο προϊόν ζύμωσής του.
- ▶ Χαμηλές συγκεντρώσεις αλκοόλης συντελούν στη γρηγορότερη αλλοίωση του κρασιού.

Ο προσδιορισμός των αλκοολικών βαθμών του κρασιού, γίνεται με μέτρηση του ειδικού του βάρους με αραιόμετρα ή αλκοολόμετρα.



ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

1. Αντιδραστήρια – Σκεύη – Όργανα

Δείγμα κρασιού, ογκομετρικός κύλινδρος με εσφυρισμένο πώμα 250 mL, σφαιρική φιάλη 500 mL, επίθεμα απόσταξης, θερμόμετρο με εσφυρισμένο άκρο, ψυκτήρας, λάστιχα ψυκτήρα, επίθεμα υποδοχέα απόσταξης, κομμάτια τανίνης, αλκοολόμετρο, θερμομανδύας, 2 μεταλλικά στηρίγματα, 2 κλέμες και 2 διπλοκοχλίες. θερμομανδύας,



2. Πειραματική πορεία

- Μετρούμε με κύλινδρο με εσφυρισμένο πώμα, (τον χρησιμοποιούμε σαν υποδοχέα αποστάγματος), 200 mL κρασιού.
- Τα προσθέτουμε σε σφαιρική φιάλη των 500 mL που είναι τοποθετημένη σε θερμομανδύα, (ήπια θέρμανση) και εφοδιασμένη με κομμάτια πορσελάνης ή τανίνης, (δεσμεύει τις πρωτεΐνες του κρασιού που προκαλούν αφρισμό), έτσι ώστε να επιτυγχάνεται αποφυγή αφρισμού του δείγματος και ομαλός βρασμός.



- Προσαρμόζουμε στη σφαιρική φιάλη κατάλληλο επίθεμα και σε αυτό πλάγιο ψυκτήρα και θερμόμετρο. Ο ψυκτήρας πρέπει να ψύχεται καλά και να έχει όσο το δυνατόν μεγαλύτερη κλίση.
- Προσαρμόζουμε στον πλάγιο ψυκτήρα το επίθεμα απόσταξης.
- Κάτω από το επίθεμα απόσταξης τοποθετούμε τον ογκομετρικό κύλινδρο με το εσφυρισμένο πώμα για τη συλλογή του αποστάγματος.
- Αφού ανοίξουμε την παροχή νερού στον ψυκτήρα ξεκινούμε προσεκτικά τη θέρμανση.





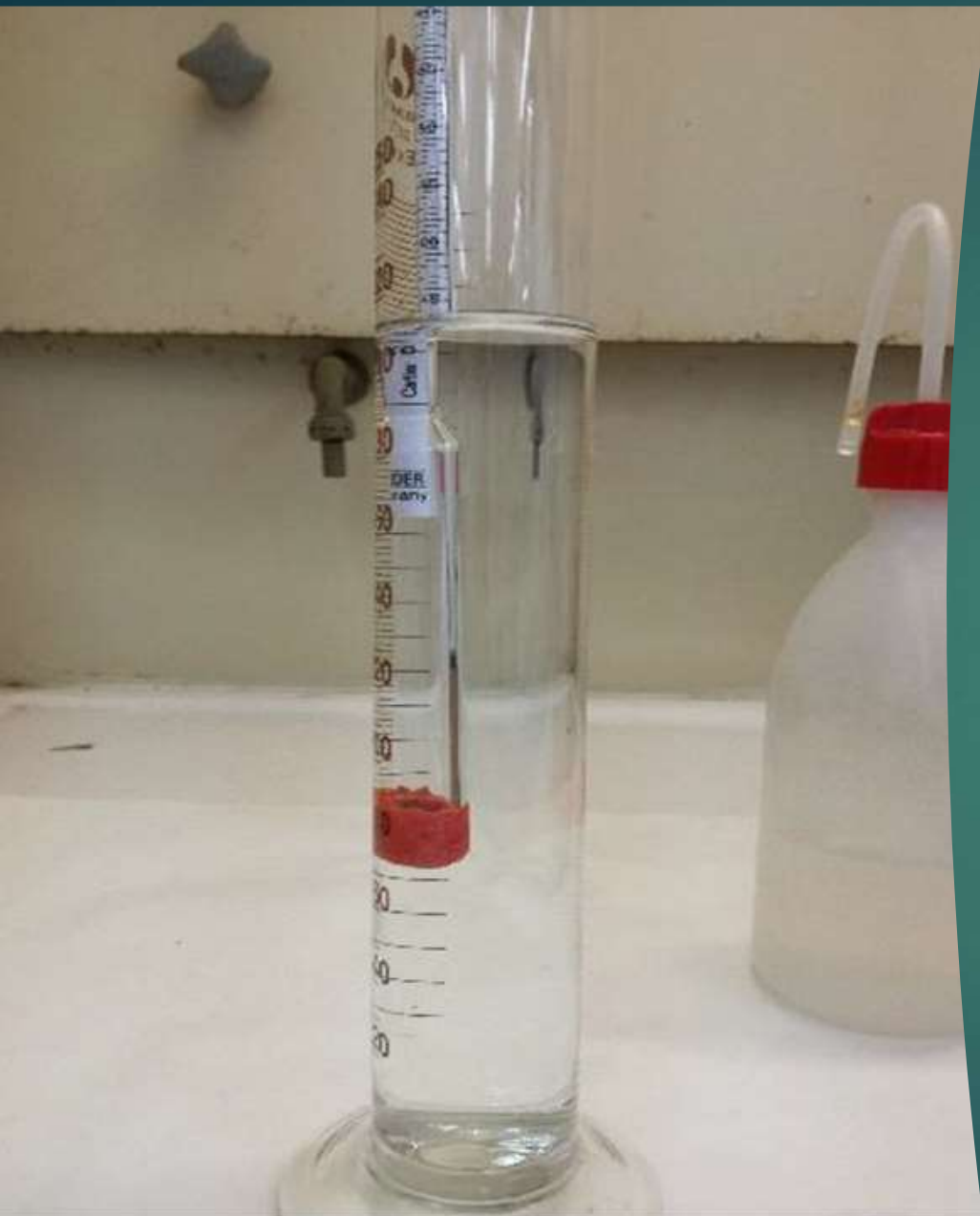
Η μέτρηση γίνεται στην κάτω επιφάνεια του μηνίσκου στο ύψος του ματιού

- Διακόπτουμε την απόσταξη όταν συγκεντρωθούν στον υποδοχέα 133 mL υγρού, (περίπου τα $\frac{2}{3}$ του αρχικού όγκου του δείγματος), οπότε έχει αποστάξει όλη η αλκοόλη και συμπληρώνουμε το περιεχόμενο του υποδοχέα, μέχρι 200 mL με απεσταγμένο νερό.
- Μετά την ανάμιξη του περιεχομένου του κυλίνδρου προσδιορίζουμε τους αλκοολικούς βαθμούς άμεσα με αλκοολόμετρο που μετράει απευθείας τους αλκοολικούς βαθμούς.

ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ - ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

- Μέτρηση αλκοολικών βαθμών με αλκοολόμετρο.

Για σωστή μέτρηση, είναι απαραίτητο να λαμβάνεται υπόψη η θερμοκρασία και να γίνεται η σχετική διόρθωση με βάση πίνακες.



Βιβλιογραφικές αναφορές

52

Αγγελική Απ. Γαλάνη

- ▶ <https://www.jove.com/science-education/11202/simple-distillation>
- ▶ <https://www.youtube.com/watch?v=mrA1OawpeNk>
- ▶ <https://people.chem.umass.edu/samal/267/owl/owlldist.pdf>
- ▶ Αγγελική Απ. Γαλάνη, « Σημειώσεις Εργαστηρίου Οργανικής Χημείας», Τμήμα Δ.Π.Φ.Π., Πανεπιστήμιο Πατρών, Ιούνιος 2016
- ▶ <https://infohost.nmt.edu/~jaltig/Distillation.pdf>
- ▶ http://courses.chem.psu.edu/chem36/Experiments/PDF%27s_for_techniques/Distillation_&_BP.pdf