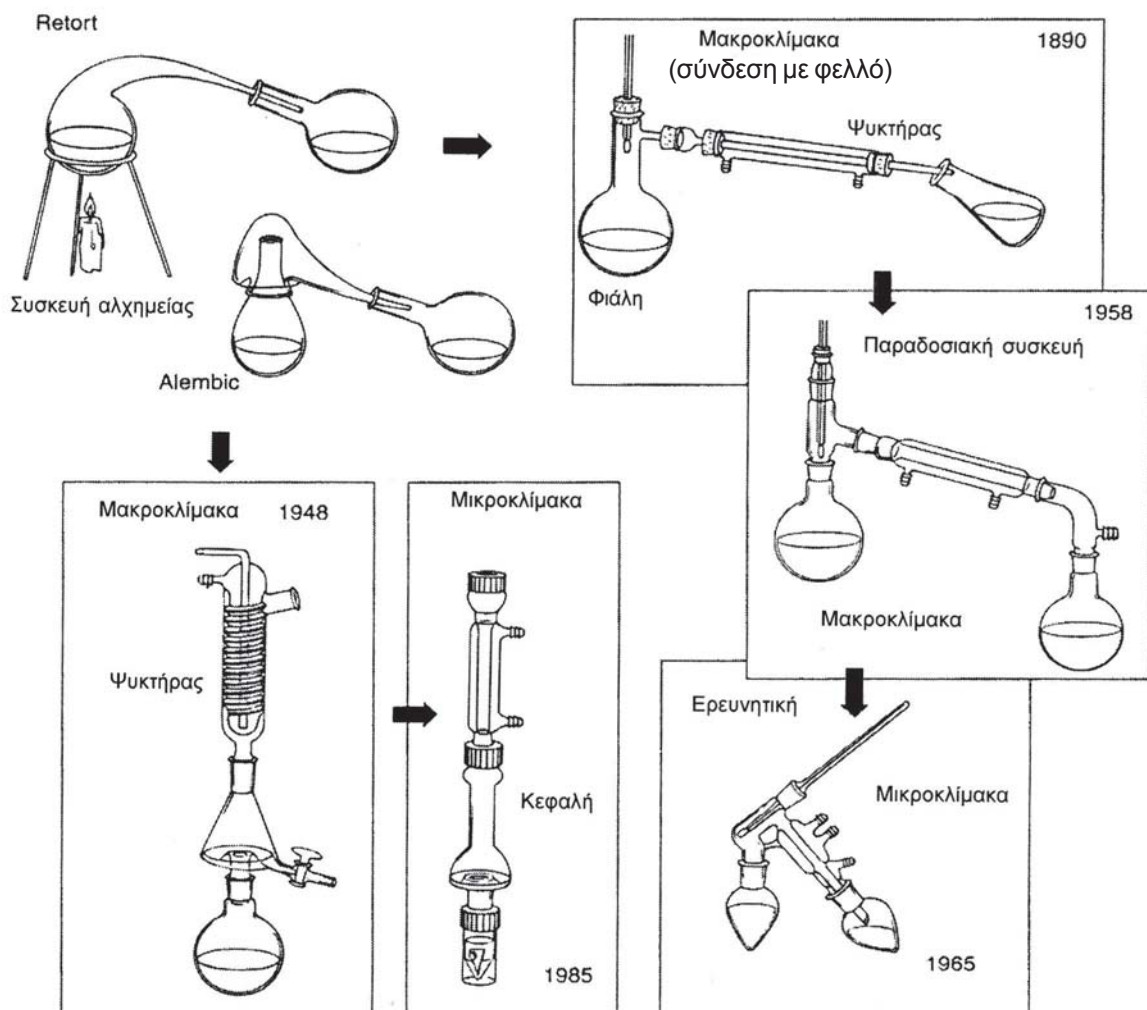


Η απόσταξη είναι η διαδικασία εξάτμισης ενός υγρού, η συμπύκνωση των ατμών, και η συλλογή του υγροποιημένου ατμού σε ένα άλλο δοχείο. Αυτή η τεχνική είναι πολύ χρήσιμη για τον διαχωρισμό ενός μίγματος υγρών του οποίου τα συστατικά έχουν διαφορετικά σημεία ζέσης, ή όταν ένα από τα συστατικά δεν αποσταζει. Αποτελεί δε μια από τις βασικές μεθόδους καθαρισμού ενός υγρού. Τέσσερις βασικές μέθοδοι απόσταξης είναι διαθέσιμες: απλή απόσταξη, απόσταξη υπο κενό, κλασματική απόσταξη, και απόσταξη με υδρατμούς.

### 4.1 Η ανάπτυξη των συσκευών απόσταξης.

Τα είδη και οι τύποι των συσκευών απόσταξης είναι τα περισσότερα που υπάρχουν από οποιαδήποτε άλλη τεχνική στη χημεία. Διαμέσου των αιώνων, οι χημικοί έχουν σχεδιάσει διάφορες συσκευές. Οι παλαιότεροι γνωστοί τύποι συσκευών απόσταξης είναι το **alembic** και το **retort** (Εικόνα 4.1). Χρησιμοποιήθηκαν από τους αλχημιστές κατά το Μεσαίωνα, και



Εικόνα 4.1 Μερικά στάδια της ανάπτυξης των συσκευών απόσταξης

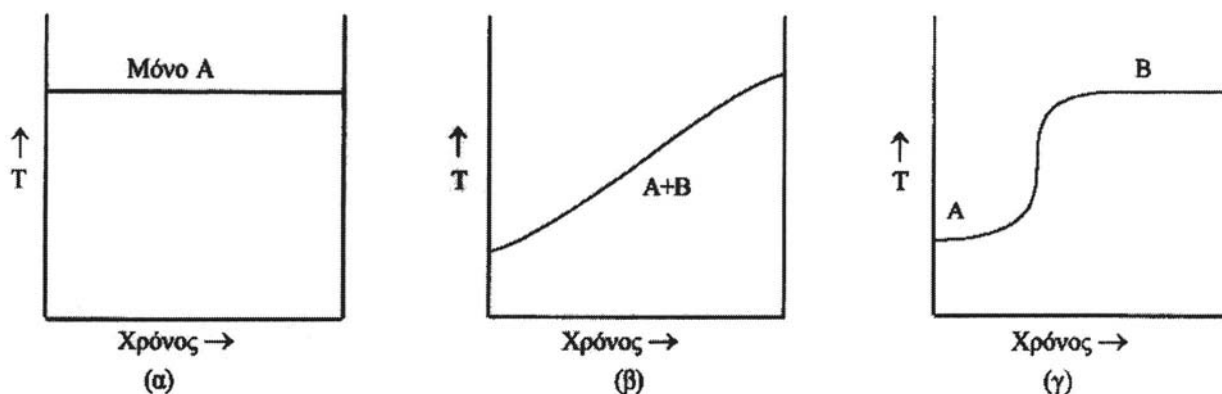
ακόμη νωρίτερα από τους Αραβες χημικούς. Οι περισσότερες συσκευές απόσταξης αναπτύχθηκαν ως παραλλαγές αυτών των συσκευών.

Στην εικόνα 4.1 απεικονίζονται τα διάφορα στάδια της ανάπτυξης των συσκευών απόσταξης όπως σχετίζονται με την οργανική χημεία. Δεν περιγράφεται η πλήρης ιστορία, αντίθετα είναι αντιπροσωπευτικό. Μέχρι πρόσφατα, οι συσκευές που βασίζονται στη σχεδίαση retort ήταν κοινές στο εργαστήριο. Αν και το retort ήταν σε χρήση μέχρι την αρχή του 20ου αιώνα, μετασηματίστηκε εκείνη την εποχή στο συνδυασμό της φιάλης απόσταξης και του ψυκτήρα. Αυτή η πρώτη συσκευή χρησιμοποιούσε για τη σύνδεση κομμάτια από φελλό. Το 1958, τα περισσότερα εργαστήρια οργανικής χημείας άρχισαν να χρησιμοποιούν τις συσκευές με τα εσφυρίσματα. Οι πρώτες συσκευές περιελάμβαναν τα 24/40 εσφυρίσματα. Πολύ σύντομα, τα εσφυρίσματα έγιναν μικρότερα 19/22 και ακόμη μικρότερα 14/20. Αυτά πλέον χρησιμοποιούνται σε πολλές εργαστηριακές συσκευές μεγάλης κλίμακας.

Το 1960, οι ερευνητές ανέπτυξαν ακόμη μικρότερες παραλλαγές αυτών των συσκευών για μικρής κλίμακας πειράματα, αλλά αυτές οι γυάλινες συσκευές είναι πολύ ακριβές για να χρησιμοποιηθούν σε φοιτητικά εργαστήρια. Στα μέσα του 1980, αρκετές ερευνητικές ομάδες ανέπτυξαν ένα διαφορετικό τύπο απόσταξης μικροκλίμακας που βασίζεται στη σχεδίαση alembic (Hickman κεφαλή απόσταξης). Το πλεονέκτημα αυτής της συσκευής είναι η χρησιμοποίηση πολύ μικρής ποσότητας υγρού δείγματος, έκθεση σε μικρότερη ποσότητα χημικών αντιδραστηρίων και μικρότερες ποσότητες αποβλήτων.

## 4.2 Θεωρία της απόσταξης.

Σε μια παραδοσιακή απόσταξη μιας καθαρής ένωσης, ο ατμός ανέρχεται από τη φιάλη απόσταξης, και συναντά ένα θερμόμετρο που καταγράφει τη θερμοκρασία. Ο ατμός διοχεύεται στη συνέχεια σε ένα ψυκτήρα που υγρατοποιεί τον ατμό και τον οδηγεί στη φιάλη υποδοχής. Η θερμοκρασία που παρατηρείται κατά τη διάρκεια της απόσταξης μιας καθαρής ένωσης παραμένει σταθερή κατά τη διάρκεια της απόσταξης εφόσον ατμός και υγρό συνυπάρχουν στο σύστημα (Εικόνα 4.2α). Αντίθετα όταν ένα μίγμα αποστάζει, συχνά η θερμοκρασία δεν

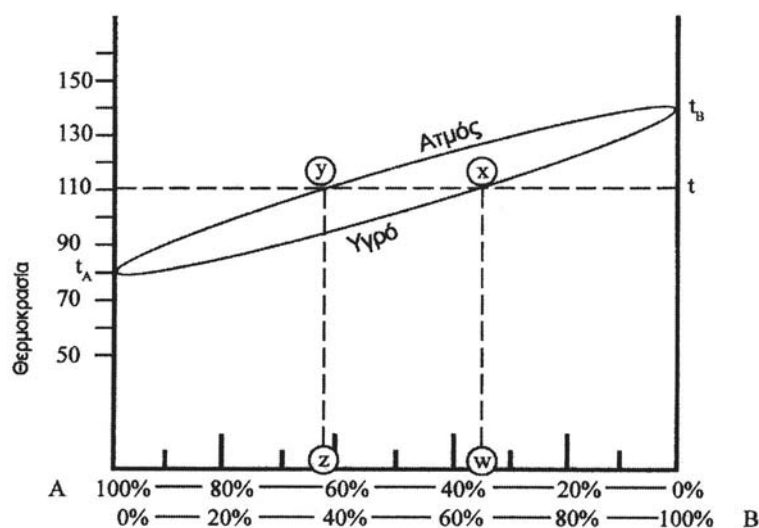


**Εικόνα 4.2** Τρία είδη συμπεριφοράς θερμοκρασίας κατά τη διάρκεια μιας απόσταξης. (α) η Α είναι μια απλή καθαρή ένωση. (β) Οι δύο ενώσεις Α, Β έχουν παραπλήσια σημεία ζέσης. (γ) Οι δύο ενώσεις Α, Β έχουν μεγάλη διαφορά στα σημεία ζέσης. Οι καλοί διαχωρισμοί επιτυγχάνονται στις περιπτώσεις (α) και (γ)

παραμένει σταθερή αλλά αυξάνεται κατά τη διάρκεια της απόσταξης. Ο λόγος είναι ότι η σύσταση των ατμών αλλάζει κατά τη διάρκεια της απόσταξης (Εικόνα 4.2β).

Για ένα υγρό μίγμα, η σύσταση των ατμών που βρίσκεται σε ισορροπία με το θερμαινόμενο διάλυμα είναι διαφορετική από τη σύσταση του διαλύματος. Αυτό απεικονίζεται στην εικόνα 4.3, ένα διάγραμμα φάσεων μια τυπικής σχέσης ατμού-υγρού ενός συστήματος δύο ουσιών. Σε αυτό το διάγραμμα, οι οριζόντιες γραμμές απεικονίζουν σταθερές θερμοκρασίες. Η άνω καμπύλη αντιπροσωπεύει τη

σύσταση του ατμού, ενώ η κάτω καμπύλη αντιπροσωπεύει τη σύσταση του υγρού. Για κάθε οριζόντια γραμμή (σταθερή θερμοκρασία), όπως αυτή που απεικονίζεται σε  $t$ , τα σημεία που τέμνει η οριζόντια γραμμή τις καμπύλες απεικονίζουν τη σύσταση του υγρού και του ατμού που βρίσκονται σε ισορροπία σε αυτή τη



**Εικόνα 4.3** Διάγραμμα φάσεων υγρού μίγματος δύο ενώσεων

θερμοκρασία. Η καθαρή ουσία A, που βράζει σε θερμοκρασία  $t_A$  απεικονίζεται στα αριστερά. Η καθαρή ουσία B που βράζει σε θερμοκρασία  $t_B$ , απεικονίζεται στα δεξιά. Είτε για την καθαρή A είτε B ουσία, οι καμπύλες του υγρού και του ατμού συναντώνται στο σημείο ζέσης. Έτσι, και το A και B αποστάζουν σε σταθερή θερμοκρασία ( $t_A$  ή  $t_B$ ). Σε αυτή τη περίπτωση ο ατμός και το υγρό έχουν την ίδια σύσταση.

Ένα μίγμα των ουσιών A και B, σύστασης  $w$ , θα έχει την παρακάτω συμπεριφορά όταν θερμαίνεται. Η θερμοκρασία του υγρού μίγματος θα αυξάνει, έως ότου φθάσει το σημείο ζέσης. Αυτό αντιστοιχεί στη γραμμή  $wx$ . Στη θερμοκρασία  $t$  το υγρό αρχίζει να εξατμίζεται, που αντιστοιχεί στη γραμμή  $wz$ . Ο ατμός έχει τη σύσταση που αντιστοιχεί στο σημείο Z. Με άλλα λόγια, ο πρώτος ατμός που λαμβάνεται κατά την απόσταξη μίγματος A και B δεν αποτελείται από καθαρό A. Είναι περισσότερο εμπλουτισμένος σε A από ότι το αρχικό μίγμα, αλλά περιέχει σημαντικό ποσοστό της υψηλότερου σημείου ζέσης ένωσης B, ακόμη και στην πολύ αρχή της απόσταξης. Το αποτέλεσμα είναι ότι δεν είναι δυνατό να διαχωριστεί το μίγμα ολοκληρωτικά με μια απλή απόσταξη.

Σε δύο μόνο περιπτώσεις είναι δυνατό να πραγματοποιηθεί ένας ικανοποιητικός διαχωρισμός στα σχετικά καθαρά συστατικά. Στη πρώτη περίπτωση, όταν τα σημεία ζέσης των A και B διαφέρουν κατά  $100\text{ }^\circ\text{C}$ , και αν η απόσταξη πραγματοποιηθεί προσεκτικά είναι

δυνατόν να γίνει ένας ικανοποιητικός διαχωρισμός των Α και Β. Στη δεύτερη περίπτωση, αν το Α περιέχει ένα σχετικά μικρό ποσοστό του Β (10%), ένας ικανοποιητικός διαχωρισμός του Α από το Β μπορεί να επιτευχθεί. Όταν οι διαφορές των σημείων ζέσης δεν είναι μεγάλες, και απαιτούνται καθαρές ενώσεις, τότε είναι απαραίτητο να πραγματοποιηθεί μια **κλασματική απόσταξη**.

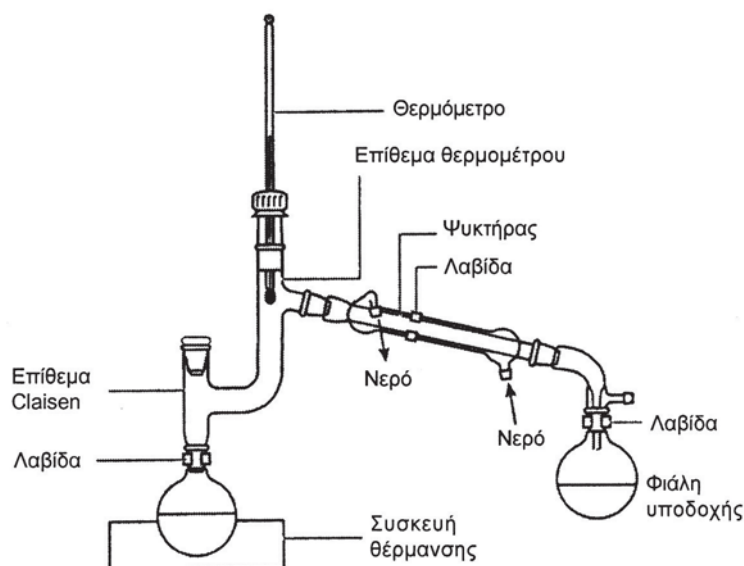
Όταν ένα μίγμα που περιλαμβάνει δύο συστατικά με μεγάλη διαφορά στα σημεία ζέσης, αποστάζει, η θερμοκρασία παραμένει σταθερή κατά τη διάρκεια της απόσταξης του πρώτου συστατικού. Όταν η θερμοκρασία παραμένει σταθερή ένα σχετικά καθαρό συστατικό αποστάζει. Μετά την ολοκλήρωση της απόσταξης του πρώτου συστατικού, η θερμοκρασία των ατμών ανεβαίνει, και το δεύτερο συστατικό αποστάζει σε σταθερή θερμοκρασία (Εικόνα 4.2γ).

### 4.3 Απλή Απόσταξη-Κανονικού Μεγέθους Συσκευή.

Η συσκευή που απεικονίζεται στην εικόνα 4.4 χρησιμοποιείται για μια απλή απόσταξη.

Χρησιμοποιούνται έξι ειδικά γυάλινα σκεύη, τα εξής:

1. Φιάλη απόσταξης
2. Κεφαλή απόσταξης ή επίθεμα Claisen.
3. Θερμομότρο με επίθεμα ή εσφυρισμένο θερμόμετρο.
4. Ψυκτήρας νερού.
5. Επίθεμα κενού
6. Φιάλη υποδοχής.



**Εικόνα 4.4** Συσκευή απλής απόσταξης κανονικής κλίμακας

Η συσκευή συνήθως θερμαίνεται ηλεκτρικά, χρησιμοποιώντας ένα μανδύα θέρμανσης. Η φιάλη απόσταξης, ο ψυκτήρας, και το επίθεμα κενού στηρίζονται με μεταλλικές λαβίδες. Η φιάλη υποδοχής πρέπει να υποστηρίζεται με μετακινούμενα κομμάτια ξύλου ή με συρματένιο πλέγμα που στηρίζεται σε μεταλλικό δακτύλιο.

**Φιάλη απόσταξης** Η φιάλη απόσταξης είναι πάντοτε σφαιρική φιάλη. Αυτό το είδος φιάλης έχει σχεδιαστεί να διευκολύνει τη μεταδιδόμενη θερμότητα και να υποβοηθά το βρασμό. Παρέχει τη μεγαλύτερη δυνατή επιφάνεια θέρμανσης. Το μέγεθος της φιάλης απόσταξης πρέπει να επιλέγεται έτσι ώστε να μην είναι γεμάτη περισσότερο από τα δύο τρίτα. Όταν η φιάλη γεμίζει πάνω από αυτό το σημείο, παρεμποδίζεται η δράση του βρασμού, και παρατηρούνται ισχυρά τινάγματα της υγρής ένωσης. Η επιφάνεια του βράζοντος υγρού πρέπει να παραμένει όσο το

δυνατόν μεγαλύτερη. Αλλά, και μια τεράστια φιάλη απόσταξης πρέπει να αποφεύγεται. Όταν η φιάλη απόσταξης είναι πολύ μεγάλη, παρατηρούνται εκτεταμένες απώλειες, αφού κάποια ποσότητα δεν αποστάζει (κάποιος ατμός πρέπει να γεμίσει την άδεια φιάλη). Στο τέλος της απόσταξης, όταν ψύχεται τη διάταξη, πάλι κάποια ποσότητα υγρής ένωσης επαναρρέει πίσω στη φιάλη απόσταξης.

**Πέτρες βρασμού** Μια πέτρα βρασμού πρέπει να χρησιμοποιείται κατά τη διάρκεια της απόσταξης ώστε να προλαμβάνονται οι ισχυρές εκτινάξεις της υγρής ένωσης. Εναλλακτικά, το υγρό που αποστάζει μπορεί να αναδεύεται με τη χρήση μαγνητικού αναδευτήρα και μαγνητικής ράβδου. Αν έχετε ξεχάσει τη προσθήκη πέτρας βρασμού, θα πρέπει να ψύξετε το μίγμα πριν την προσθέσετε. Αν προσθέσετε πέτρα βρασμού σε υπερθερμανθέν υγρό, μπορεί να προκαλέσετε βίαιο βρασμό σπάζοντας τη συσκευή και λερώνοντας τα πάντα με θερμό διαλύτη.

**Βαζελίνη** Στις περισσότερες περιπτώσεις, δεν είναι απαραίτητο να αλείψετε τα εσφυρίσματα με βαζελίνη για μια απλή απόσταξη. Η βαζελίνη κάνει πλιό δύσκολο τον καθαρισμό των γυαλίνων συσκευών ενώ μπορεί να μολύνει το προϊόν σας.

**Κεφαλή απόσταξης** Η κεφαλή απόσταξης οδηγεί τον ατμό που αποστάζει στον ψυκτήρα και επιτρέπει τη σύνδεση θερμομέτρου με τη χρήση επιθέματος. Το θερμομέτρο πρέπει να τοποθετείται στη κεφαλή απόσταξης κατά τέτοιο τρόπο ώστε να βρίσκεται απευθείας στο ρεύμα των ατμών που αποστάζουν. Αυτό μπορεί να συμβεί όταν ολόκληρος ο βολβός του θερμομέτρου βρίσκεται βυθισμένος *κάτω* από τον πλευρικό σωλήνα της κεφαλής απόσταξης: Αυτό πρέπει να συμβεί για να μπορούμε να έχουμε ακριβή μέτρηση της θερμοκρασίας. Όταν πραγματοποιείτε μια απόσταξη, θα πρέπει να διακρίνετε το δακτύλιο βρασμού πολύ πιο κάτω από το βολβό του θερμομέτρου και τον πλευρικό σωλήνα.

**Επίθεμα θερμομέτρου** Το επίθεμα θερμομέτρου συνδέεται στη κορυφή της αποστακτικής κεφαλής. Το επίθεμα αυτό αποτελείται από δύο μέρη: ένα γυάλινο εσφυρίσμα με βιδωτό άνω άκρο, και ένα πλαστικό πώμα που ταιριάζει στη σπείρα και συγκρατεί το θερμομέτρο. Το θερμομέτρο συγκρατείται με ένα λαστιχένιο δακτύλιο, μπορεί δε να ανέρχεται ή να κατέρχεται μέσα στο επίθεμα.

**Ψυκτήρας** Η σύνδεση ανάμεσα στην κεφαλή απόσταξης και τον ψυκτήρα είναι η πλέον επιρρεπής, από ολόκληρη τη συσκευή, σε διαρροές. Επειδή το υγρό που αποστάζει είναι θερμό και σε μορφή ατμού όταν έρχεται σε αυτό το σημείο, οποιαδήποτε σχισμή στη σύνδεση των εσφυρισμάτων, θα οδηγήσει σε διαρροή. Η ασυνήθης γωνία του εσφυρίσματος, ούτε κάθετη ούτε οριζόντια, κάνει τη καλή σύνδεση πλιό δύσκολη. Θα πρέπει πάντοτε να ελέγχετε ότι αυτή η σύνδεση είναι καλά σφραγισμένη. Αν είναι δυνατόν, μπορείτε να χρησιμοποιήσετε έναν από τους πλαστικούς συνδετήρες σύνδεσης (συνδετήρας Keck). Αλλιώς, θα πρέπει να ρυθμίσετε τις μεταλλικές λαβίδες ώστε να είστε βέβαιοι ότι τα εσφυρίσματα πιέζονται μαζί και δεν απομα-



κρύνεται το ένα απο το άλλο.

Ο ψυκτήρας θα παραμείνει γεμάτος με ψυχρό νερό μόνο όταν η κίνηση του νερού είναι προς τα πάνω, ποτέ προς τα κάτω. Ο σωλήνας εισόδου του νερού πρέπει να συνδέεται με το κάτω άνοιγμα του περιβλήματος του ψυκτήρα, και η έξοδος του νερού πρέπει να γίνεται απο το άνω άκρο του περιβλήματος. Ο σωλήνας εξόδου του νερού καταλήγει στο νεροχύτη. Μια μέτρια ροή νερού θα δώσει μια ικανοποιητική ψύξη. Αντίθετα, μια υψηλή ροή νερού μπορεί να έχει σαν αποτέλεσμα την απόσπαση των πλαστικών σωλήνων απο τις συνδέσεις και την πρόκληση διαρροής.

Όταν η συσκευή απόσταξης θα πρέπει να παραμείνει χωρίς παρατήρηση για κάποιο χρονικό διάστημα, είναι καλή ιδέα να ασφαλίσουν οι συνδέσεις των πλαστικών σωλήνων με το ψυκτήρα. Αυτό θα προφυλάξει απο διαρροές σε περίπτωση αλλαγής της πίεσης του νερού.

**Επίθεμα κενού** Σε μια απλή απόσταξη το επίθεμα κενού δεν κλείνεται, αλλά αφήνεται ανοικτό. Είναι ένα άνοιγμα στον εξωτερικό αέρα έτσι ώστε η πίεση να μην αυξάνει στο σύστημα απόσταξης. Αν κλείσετε αυτό το άνοιγμα, θα έχετε ένα **κλειστό σύστημα**, και είναι πάντοτε επικίνδυνο να θερμαίνετε κλειστά συστήματα. Αρκετή πίεση μπορεί να αναπτυχθεί σε ένα κλειστό σύστημα που μπορεί να οδηγήσει σε έκρηξη. Ταυτόχρονα, το επίθεμα κενού οδηγεί το απόσταγμα στη φιάλη συλλογής ή υποδοχής.

Όταν η ένωση που αποστάζει είναι ευαίσθητη στην υγρασία, τότε στο επίθεμα κενού μπορεί να προσαρμοστεί ένας σωλήνας ξήρανσης για να προστατεύσει τη μόλις αποσταχθείσα ένωση απο την ατμοσφαιρική υγρασία. Ο αέρας που θα εισέρχεται στη συσκευή θα πρέπει να περνά διαμέσου του σωλήνα ξήρανσης. Διάφορα ξηραντικά μέσα μπορούν να χρησιμοποιηθούν.

Το επίθεμα κενού έχει την ενοχλητική συνήθεια να υπακούει το νόμο του Νεύτωνα και να πέφτει έξω απο τον ψυκτήρα και να σπάει. Είναι καλή ιδέα να συγκρατείται πάντοτε στο ψυκτήρα με ένα πλαστικό συνδετήρα σύνδεσης.

**Ταχύτητα θέρμανσης** Η ταχύτητα θέρμανσης μιας απόσταξης πρέπει να ρυθμίζεται πάντοτε κατά τέτοιο τρόπο, ώστε να μπορούμε να παρακολουθούμε σταγόνες να εισέρχονται στη φιάλη συλλογής διαμέσου του επιθέματος κενού. Μια ταχύτητα μιας ως τριών σταγόνων ανα δευτερόλεπτο θεωρείται καλή ταχύτητα για τις περισσότερες εφαρμογές. Σε μεγαλύτερη ταχύτητα, η ισορροπία δεν αποκαθίσταται μέσα στη συσκευή απόσταξης, και ο διαχωρισμός μπορεί να είναι κακός. Μια χαμηλή ταχύτητα δεν είναι επίσης καλή αφού το θερμόμετρο που μετράει τη θερμοκρασία δεν έρχεται σε επαφή με σταθερή ροή ατμών, ένα γεγονός που θα οδηγήσει σε παρατήρηση χαμηλότερου σημείου ζέσης.

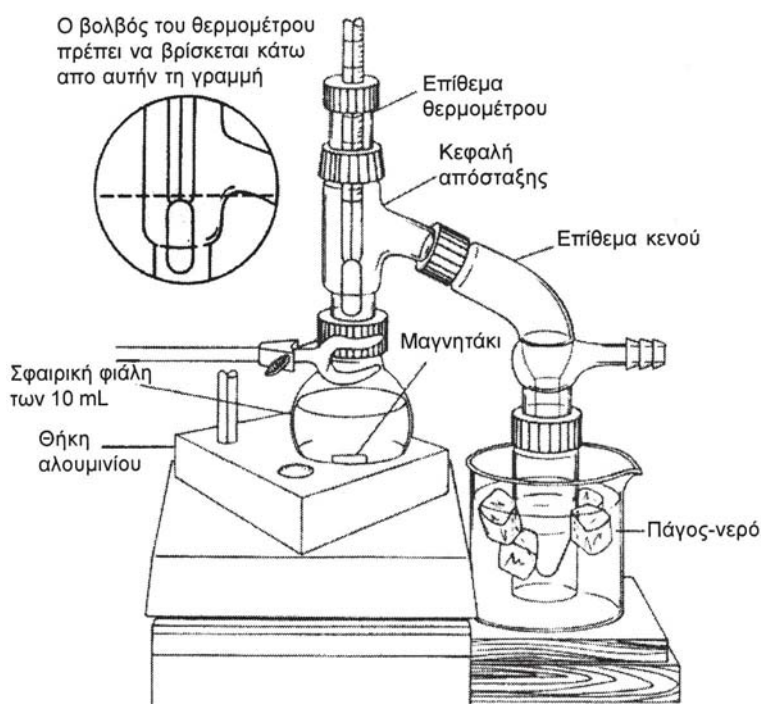
**Φιάλη υποδοχής** Η φιάλη υποδοχής συλλέγει το υγρό που αποστάζει, και είναι συνήθως μια σφαιρική φιάλη. Όταν το υγρό που αποστάζεται είναι πτητικό, και υπάρχει ο κίνδυνος της μερικής απώλειας του λόγω εξάτμισης, η φιάλη υποδοχής τοποθετείται σε παγόλουτρο.

**Κλάσματα** Το υλικό το οποίο αποστάζει καλείται **απόσταγμα**. Συχνά, ένα απόσταγμα συλλέγεται σε διαδοχικά τμήματα, τα οποία αποτελούν τα **κλάσματα**. Αυτό επιτυγχάνεται με την τοποθέτηση νέας φιάλης υποδοχής σε τακτά χρονικά διαστήματα. Πιθανότατα, κάποια μικρή ποσότητα ή ένα μικρό κλάσμα-ουσία στην αρχή της απόσταξης ούτε σώζεται ούτε χρησιμοποιείται περαιτέρω. Τα άλλα κλάσματα στη συνέχεια έχουν μεγαλύτερο σημείο ζέσης, και κάθε κλάσμα πρέπει να χαρακτηρίζεται από το σωστό σημείο ζέσης όταν λαμβάνεται. Για μια απλή απόσταξη μιας καθαρής ένωσης, η μεγαλύτερη ποσότητα αποστάγματος συλλέγεται σε ένα κύριο κλάσμα. Το υλικό που παραμένει στη φιάλη απόσταξης αποτελεί το **υπόλειμμα**. Είναι συνήθης πρακτική, να σταματά η απόσταξη πριν μείνει άδεια η φιάλη απόσταξης. Τυπικά, το υπόλειμμα χρωματίζεται όλο και περισσότερο μαύρο κατά τη διάρκεια της απόσταξης, και συχνά περιέχει προϊόντα της θερμικής αποσύνθεσης. Επίσης, ένα ξηρό υπόλειμμα μπορεί να εκραγεί με την υπερθέρμανση ή η φιάλη μπορεί να σπάσει. Δεν θα πρέπει ποτέ να αποστάζετε μέχρι ότου η φιάλη απόσταξης να μείνει εντελώς άδεια.

#### 4.4 Απλή απόσταξη-Μικροκλίμακας και ημιμικροκλίμακας μέθοδοι.

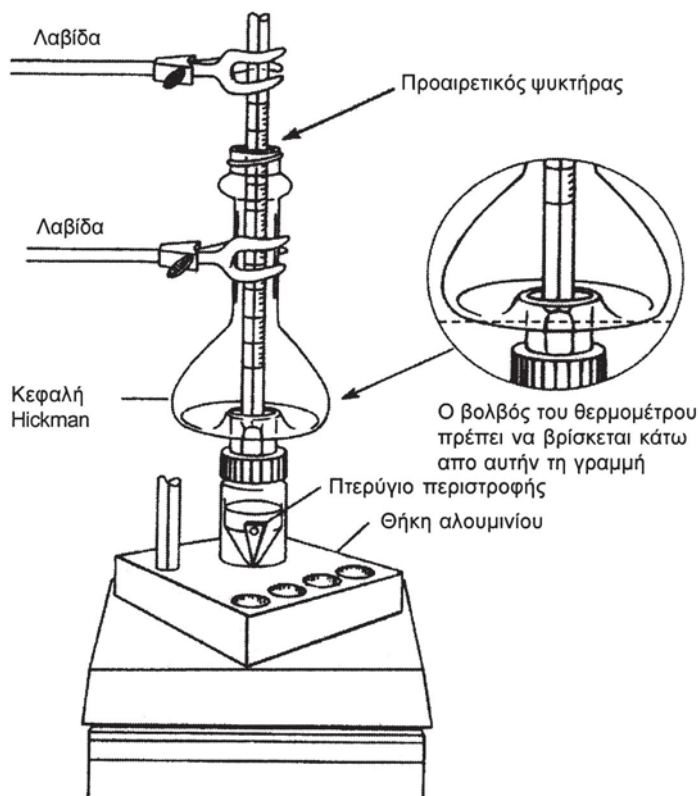
Όταν θέλετε να αποστάξετε ποσότητες μικρότερες των 4-5 mL, πρέπει να χρησιμοποιήσετε διαφορετικές συσκευές. Το τι θα χρησιμοποιήσετε, εξαρτάται από την ποσότητα που θέλετε να αποστάξετε.

**Ημιμικροκλίμακας μέθοδος.** Μια πιθανότητα είναι να χρησιμοποιήσετε εξοπλισμό που είναι ίδιος με εκείνο της κανονικής μεθόδου, αλλά πολύ μικρότερος σε μέγεθος χρησιμοποιώντας εσφυρίσματα NS 14/10. Τέτοιες συσκευές υπάρχουν εμπορικά διαθέσιμες και θα σας επιτρέψουν να διαχειριστείτε ποσότητες των 5-15 mL. Ένα παράδειγμα μιας τέτοιας συσκευής απεικονίζεται στην Εικόνα 4.5. Σε αυτό το παράδειγμα δεν υπάρχει ψυκτήρας στη συσκευή. Αυτό μπορεί να γίνει μόνο όταν η ένωση δεν είναι πτητική ή έχει μεγάλο σημείο ζέσης. Όταν δεν έχετε μεγάλη ποσότητα δείγματος, μπορείτε επίσης να παραλείψετε τη χρήση ψυκτήρα αλλά η φιάλη υποδοχής πρέπει να ψύχεται σε παγόλουτρο.



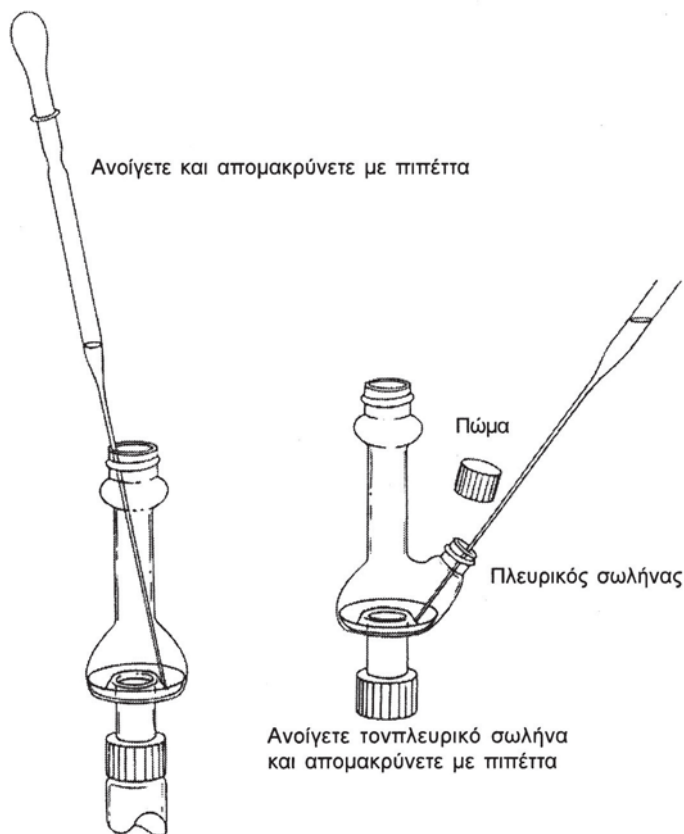
Εικόνα 4.5 Απόσταξη ημιμικροκλίμακας

**Μικροκλίμακας μέθοδος.** Στην Εικόνα 4.6 απεικονίζεται μια συσκευή απόσταξης μικροκλίμακας. Αντί της κεφαλής απόσταξης, ψυκτήρα, και επιθέματος κενού, η συσκευή χρησιμοποιεί ένα απλό γυάλινο εξάρτημα που καλείται **κεφαλή Hickman**. Η κεφαλή Hickman παρέχει ένα “σύντομο μονοπάτι” για να ταξιδεύσει το υγρό που αποστάζει μέχρι να συλλεγεί. Το υγρό που βράζει, μετακινείται προς τα πάνω διαμέσου του κεντρικού σωλήνα της κεφαλής Hickman, συμπυκνώνεται στα τοιχώματα του “καπνοδόχου”, και έπειτα τρέχει προς τα κάτω στην



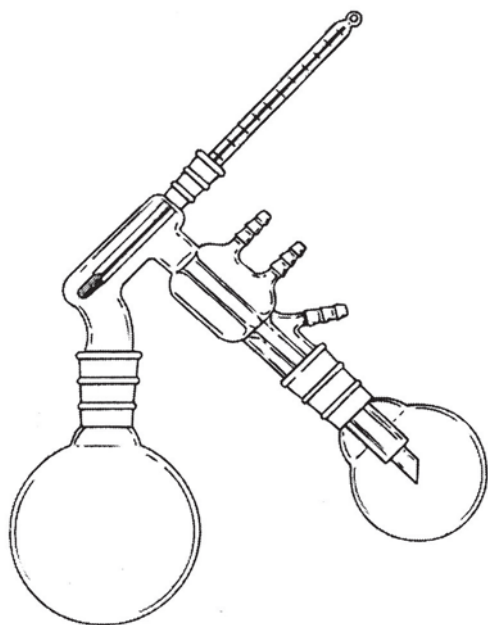
**Εικόνα 4.6** Απλή απόσταξη μικροκλίμακας

κοιλότητα που περιβάλλει τον σωλήνα. Με πολύ πτητικές υγρές ενώσεις, ένας ψυκτήρας πρέπει να προσαρμόζεται πάνω από τη κεφαλή Hickman για να αυξηθεί η αποτελεσματικότητά της. Η συσκευή που απεικονίζεται χρησιμοποιεί ένα κωνικό φιαλίδιο των 5 mL ως φιάλη απόσταξης, που σημαίνει ότι αυτή η συσκευή μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την απόσταξη 1-3 mL ουσίας. Δυστυχώς, στις περισσότερες κεφαλές Hickman, η κοιλότητα συγκρατεί περίπου 0.5-1.0 mL αποσταχθείσης ουσίας. Αυτό σημαίνει ότι η κοιλότητα πρέπει να αδειάσει αρκετές φορές. Αυτό μπορεί να γίνει με μια πιπέτα Pasteur, όπως απεικονίζεται στην εικόνα 4.7. Η εικόνα αυτή δείχνει δύο διαφορετικά είδη κεφαλών Hickman. Η κεφαλή που περιλαμβάνει τον πλευρικό σωλήνα κάνει την απομάκρυνση του



**Εικόνα 4.7** Δύο είδη κεφαλών Hickman





**Εικόνα 4.8** Συσκευή απόσταξης ερευνητικών εργαστηρίων

αποστάγματος πιο εύκολη.

Στην Εικόνα 3.8 απεικονίζεται μια καλής σχεδίασης συσκευή απόσταξης που συχνά ανευρίσκεται σε ερευνητικά εργαστήρια. Η συσκευή είναι ένα γυάλινο εξάρτημα που αποτελείται από τη κεφαλή απόσταξης, το ψυκτήρα και το επίθεμα κενού. Το μεγάλο πλεονέκτημα της συσκευής είναι η μικρή διαδρομή που πρέπει να διανύσει το υγρό από τη φιάλη απόσταξης ως τη φιάλη συλλογής. Η συσκευή αυτή μπορεί να χρησιμοποιηθεί τόσο σε κανονικής κλίμακας αποστάξεις όσο και σε μικροκλίμακας.

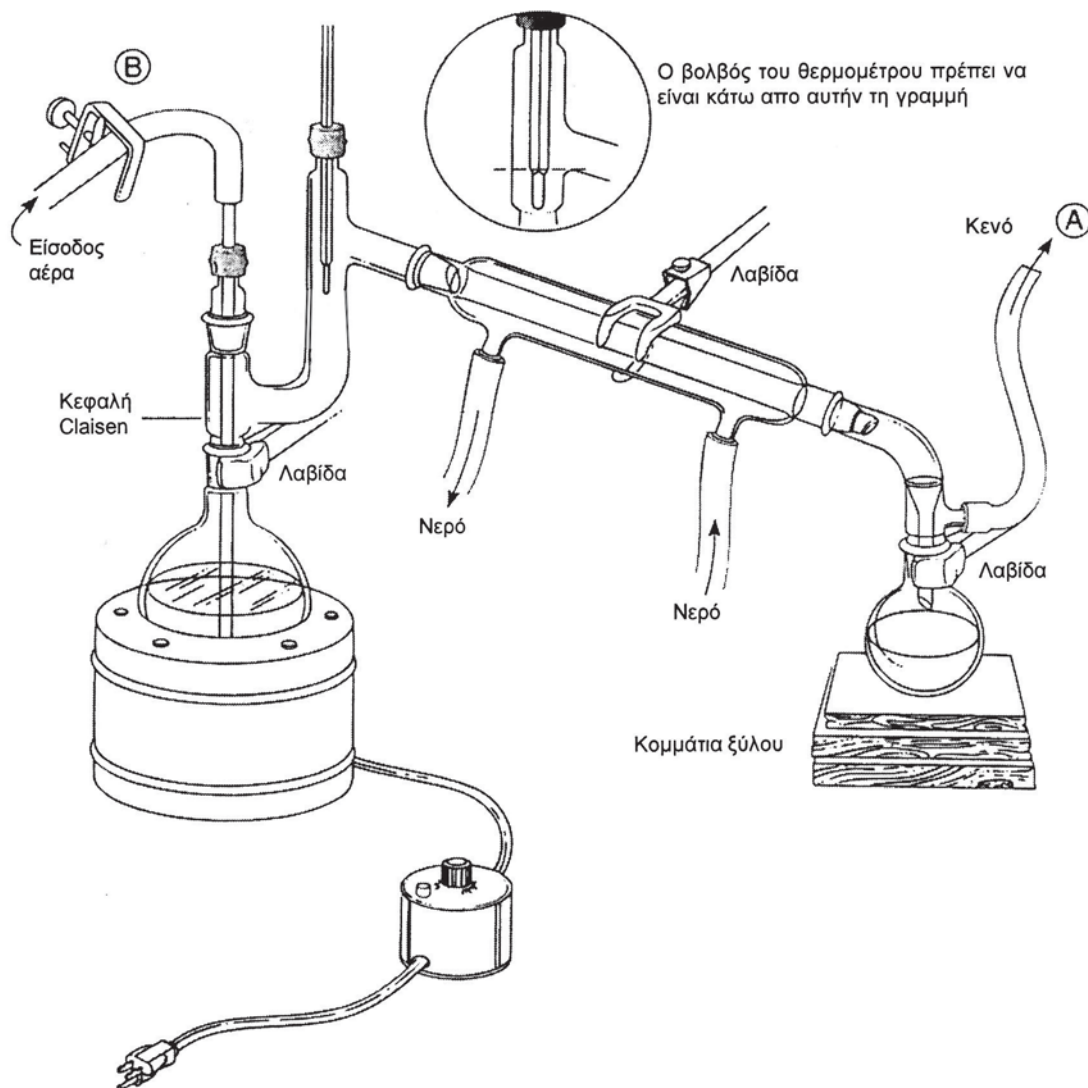
#### **4.5 Απόσταξη υπο κενό.**

Η απόσταξη υπο κενό (ή απόσταξη σε ελαττωμένη πίεση) χρησιμοποιείται για ενώσεις που έχουν μεγάλα σημεία ζέσης ( $> 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Τέτοιες ενώσεις συχνά υφίστανται θερμική αποσύνθεση όταν θερμαίνονται για να αποστάξουν σε ατμοσφαιρική πίεση. Το σημείο ζέσης μιας ένωσης μειώνεται σημαντικά με τη μείωση της εφαρμοζόμενης πίεσης. Η απόσταξη υπο κενό χρησιμοποιείται επίσης για ενώσεις, που όταν θερμαίνονται, μπορεί να αντιδράσουν με το ατμοσφαιρικό οξυγόνο. Πολύ συχνά είναι ευκολότερο να αποστάξουμε σε χαμηλότερη θερμοκρασία λόγω των πειραματικών περιορισμών. Για παράδειγμα, μια κοινή συσκευή θέρμανσης θα έχει δυσκολίες να θερμάνει σε θερμοκρασία μεγαλύτερη των  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Υπάρχει μια σημαντική μείωση της θερμοκρασίας με τη μείωση της πίεσης. Μια υγρή ένωση που αναφέρεται ότι βράζει στους  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  στα  $760\text{ mm Hg}$ , αναμένεται να βράσει στους  $90\text{ }^{\circ}\text{C}$  στα  $20\text{ mm Hg}$ . Το μειονέκτημα της απόσταξης υπο κενό, είναι ότι ο διαχωρισμός μίγματος υγρών μπορεί να μην είναι τόσο αποτελεσματικός στη διαφορετική θερμοκρασία της απόσταξης υπό κενό από ότι μιας απλής απόσταξης.

**Κανονικής κλίμακας μέθοδοι.** Πρέπει πάντοτε να φοράτε προστατευτικά γυαλιά όταν χειρίζεστε συσκευές που λειτουργούν υπό κενό. Υπάρχει ο κίνδυνος της έκρηξης. Είναι επίσης καλή ιδέα, η απόσταξη υπο κενό να πραγματοποιείται μέσα σε απαγωγό. Επιπρόσθετα, για μεγαλύτερη ασφάλεια, θα πρέπει η συσκευή να βρίσκεται μέσα σε απαγωγό πίσω από προστατευτική ασπίδα, όταν η μεθοδολογία περιλαμβάνει υψηλή θερμοκρασία ( $> 220\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) ή και αρκετά χαμηλό κενό ( $< 0.1\text{ mm Hg}$ ).

Η συσκευή της απόσταξης υπο κενό είναι βασικά η ίδια με αυτήν που χρησιμεύει σε μια απλή απόσταξη και απεικονίζεται στην Εικόνα 4.4. Οι βασικές διαφορές είναι η τοποθέτηση



**Εικόνα 4.9** Συσσκευή απόσταξης υπο κενό κανονικής κλίμακας

ενός σωλήνα εισαγωγής αέρα B που έχει προστεθεί στο επίθεμα Claisen, και ότι το άνοιγμα του επιθέματος κενού (στην ατμοσφαιρική πίεση στην απλή απόσταξη) συνδέεται με μια πηγή δγλημιουργίας κενού (Σύνδεση A). Η πηγή κενού μπορεί να είναι είτε μια υδραντλία, είτε μια αντλία ελαίου, είτε κάποια άλλη εργαστηριακή συσκευή δημιουργίας κενού. Η υδραντλία είναι συνήθως η απλούστερη από αυτές τις πηγές. Αλλά, όταν απαιτείται χαμηλότερο κενό από 10-20 mm Hg, μια αντλία ελαίου πρέπει να χρησιμοποιηθεί.

### Στήσιμο της συσκευής

Όταν στήνετε μια συσκευή απόσταξης υπο κενό, θα πρέπει να προσέχετε τα παρακάτω σημεία.

**Γυάλινος εξοπλισμός** Πριν στήσετε τη συσκευή θα πρέπει να ελέγξετε ότι δεν υπάρχει κάποιο σπασμένο τμήμα του εξοπλισμού και ότι τα εσφυρίσματα είναι καθαρά. Γυαλικά με μικρά σπασίματα μπορεί να σπάσουν εντελώς στο κενό. Οι ακαθαρσίες στα εσφυρίσματα θα έχουν σαν αποτέλεσμα να μην σφραγίζουν καλά.

**Βαζελίνη** Τα κανονικά εσφυρίσματα της απόσταξης υπο κενό πρέπει να λιπαίνονται ελαφρά.

Δεν θα πρέπει να χρησιμοποιείτε μεγάλη ποσότητα βαζελίνης. Η βαζελίνη μπορεί να αποτελέσει μια σοβαρή μόλυνση της ουσίας σας όταν περάσει μέσα στη συσκευή. Η επίστρωση της βαζελίνης πρέπει να γίνεται με μια ελαφρά στρώση στο άνω τμήμα του εσωτερικού (αρσενικού) εσφυρίσματος της σύνδεσης, στη συνέχεια ταιριάζετε τα εσφυρίσματα και περιστρέφετε ελαφρά τη σύνδεση ώστε η βαζελίνη να διαχέεται παντού. Αν έχετε χρησιμοποιήσει τη σωστή ποσότητα βαζελίνης, δεν θα εισέλθει στο σύστημα, και όλη η σύνδεση θα φαίνεται καθαρή χωρίς ραβδώσεις ή ακάλυπτες περιοχές.

**Κεφαλή Claisen** Η κεφαλή Claisen τοποθετείται μεταξύ της φιάλης απόσταξης και του ψυκτήρα ώστε να βοηθήσει στην προφύλαξη των εκτινάξεων υλικού στο ψυκτήρα.

**Σωλήνας κοχλασμού** Ο σωλήνας εισαγωγής αέρα που βρίσκεται στη άνω μεριά της κεφαλής Claisen καλείται σωλήνας κοχλασμού. Χρησιμοποιώντας το βιδωτό συνδετήρα Β στο συνδεδεμένο χοντρού-τοιχώματος σωλήνα (σωλήνας πίεσης) ρυθμίζεται μια αργή σταθερή παροχή φουσαλλίδων στη φιάλη απόσταξης κατά τη διάρκεια της απόσταξης. Οι πέτρες βρασμού δεν μπορούν να λειτουργήσουν σε απόσταση υπο κενό. Έτσι, ο σωλήνας κοχλασμού παρέχει τις φουσαλλίδες που αναδεύουν το διάλυμα και αποτρέπουν την ισχυρή εκτίναξη του υλικού. Το άκρο του σωλήνα κοχλασμού πρέπει να βρίσκεται ακριβώς πάνω από τον πάτο της σφαιρικής φιάλης.

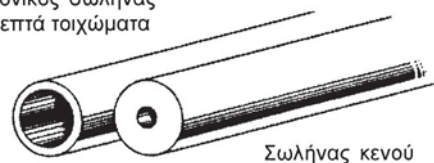
Ενας σωλήνας κοχλασμού μπορεί να γίνει με τη θέρμανση ενός γυαλίνου σωλήνα και το τράβηγμα του κατά 3 cm. Σπάζοντας τον στη μέση δημιουργούνται δύο σωλήνες. Στην εικόνα 4.9 ο σωλήνας κοχλασμού συγκρατείται με ένα επίθεμα θερμομέτρου.

**Θέση θερμομέτρου** Θα πρέπει να τοποθετείτε το θερμομόμετρο κατά τέτοιο τρόπο ώστε ολόκληρος ο βολβός του θερμομέτρου, που περιέχει τον υδράργυρο, να βρίσκεται κάτω από τον πλευρικό σωλήνα του επιθέματος Claisen. Αν τοποθετηθεί παραπάνω, μπορεί να μην περιβάλλεται από μια σταθερή ροή ατμών του υλικού που αποστάζει. Όταν το θερμομόμετρο δεν εκτίθεται σε σταθερή ροή των ατμών δεν έχουμε αποκατάσταση ισορροπίας. Σαν αποτέλεσμα, θα λάβετε χαμηλότερη ένδειξη θερμοκρασίας απόσταξης.

**Πλαστικοί συνδετήρες σύνδεσης** Αν πλαστικοί συνδετήρες σύνδεσης είναι διαθέσιμοι θα πρέπει να χρησιμοποιηθούν για να ασφαλίσουν τις συνδέσεις του ψυκτήρα και του επιθέματος κενού με τη φιάλη συλλογής.

**Σωλήνας πίεσης** Η σύνδεση στην πηγή κενού Α γίνεται με τη χρήση ενός σωλήνα πίεσης. Ο σωλήνας πίεσης (ή αλλιώς λάστιχο κενού), αντίθετα με τους κοινούς λεπτών-τοιχωμάτων σωλήνες που χρησιμεύουν στη μεταφορά νερού ή αερίου, έχει βαριά τοιχώματα και δεν καταρρέει προς τα μέσα όταν εφαρμόζεται κενό. Μια σύγκριση των δύο τύπων σωλήνα απεικονίζεται στην Εικόνα 4.10.

Κανονικός σωλήνας  
με λεπτά τοιχώματα



**Εικόνα 4.10** Σύγκριση σωλήνων

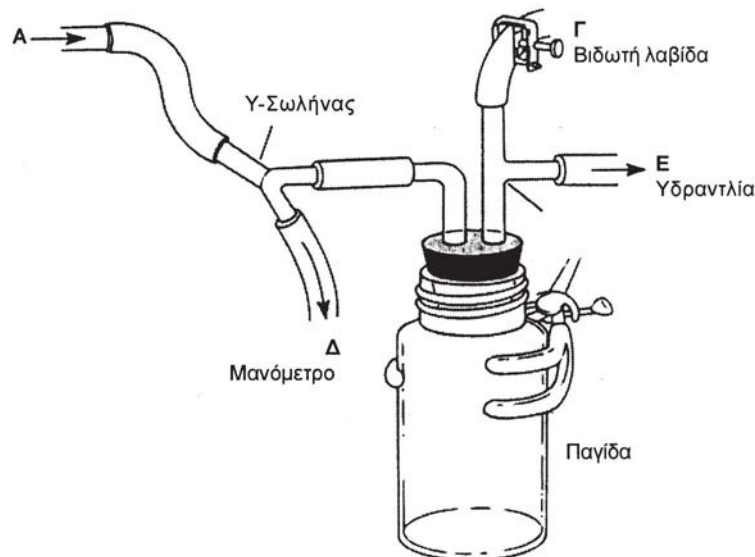
Θα πρέπει να ελέγχετε πάντοτε τις συνδέσεις του σωλήνα πίεσης ότι είναι σφικτές. Αν μια σφικτή σύνδεση δεν μπορεί να δημιουργηθεί, ίσως να χρησιμοποιείται σωλήνα με λάθος διάμετρο. Επίσης θα πρέπει να διατηρείτε το μήκος του σωλήνα πίεσης σχετικά μικρό. Ο σωλήνας πίεσης θα πρέπει να είναι νέος και χωρίς σπασίματα. Αν ο σωλήνας παρουσιάζει σπασίματα όταν τον διπλώνεται, τότε πιθανά είναι ένας παλιός σωλήνας και μπορεί να έχει διαρροές. Ένας τέτοιος σωλήνας θα πρέπει να αντικαθίσταται.

**Λαστιχένια πώματα** Θα πρέπει πάντοτε να χρησιμοποιείτε μαλακά λαστιχένια πώματα σε μια συσκευή κενού, τα πώματα απο φελλό δεν οδηγούν σε αεροστεγές σφράγισμα. Τα λαστιχένια πώματα σκληραίνουν με τη χρήση και τη πάροδο του χρόνου. Να αντικαθίσταται κάθε λαστιχένιο πώμα που είναι σκληρό. Οι γυάλινοι σωλήνες πρέπει να εφαρμόζουν καλά μέσα σε λαστιχένιο πώμα. Αν μπορείτε να μετακινήσετε το γυάλινο σωλήνα προς τα πάνω ή κάτω με ελαφριά πίεση, τότε η διάμετρος του γυάλινου σωλήνα είναι μικρή για την τρύπα του λαστιχένιου πώματος.

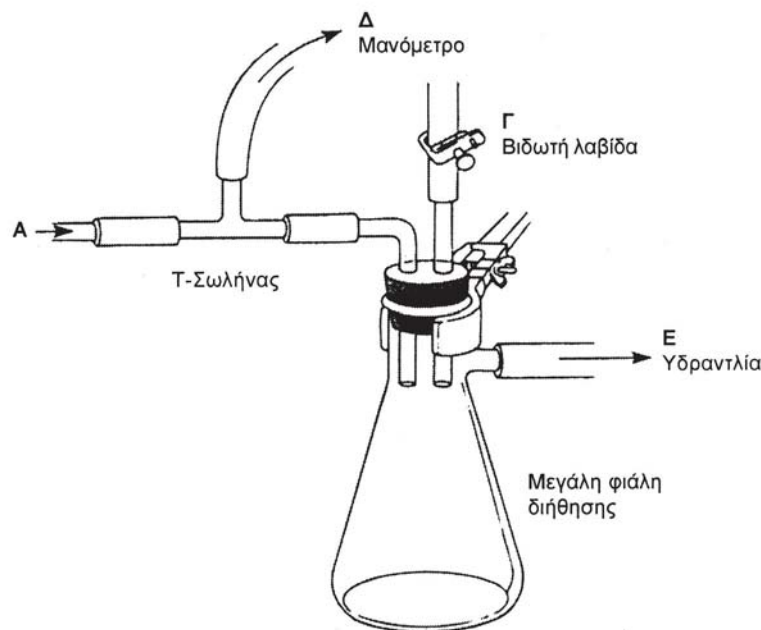
**Φιάλη υποδοχής** Όταν περισσότερα από ένα κλάσματα αναμένονται από μια απόσταση υπο κενό, είναι καλή ιδέα να έχετε έτοιμες διάφορες προζυγισμένες φιάλες υποδοχής πριν από την έναρξη της απόσταξης. Μια τέτοια προπαρασκευή επιτρέπει την ταχύτερη αλλαγή των φιαλών υποδοχής κατά τη διάρκεια της απόσταξης. Η προζύγιση των φιαλών επιτρέπει πάντοτε τον ταχύτερο προσδιορισμό του βάρους του αποστάγματος χωρίς να χρειάζεται η μετάγγιση σε άλλη φιάλη. Για να γίνει αλλαγή στη φιάλη υποδοχής, θα πρέπει πρώτα να σταματήσει η θέρμανση, να χαλάσετε το κενό στο σύστημα πριν να αλλάξετε τη φιάλη.

**Παγίδες κενού** Όταν πραγματοποιείτε μια απόσταση υπο κενό, υπάρχει η συνήθεια της τοποθέτησης μιας “παγίδας” στη γραμμή που συνδέει τη διάταξη με την πηγή κενού. Δύο κοινές διατάξεις παγίδων που υπάρχουν απεικονίζονται στις Εικόνες 4.11 και 4.12. Αυτές οι παγίδες χρησιμοποιούνται όταν η πηγή κενού είναι μια υδραντλία. Η παγίδα που απαιτείται για μια μηχανική αντλία ελαίου είναι διαφορετική. Πάντοτε αναμένονται αλλαγές στην πίεση όταν χρησιμοποιείται υδραντλία. Αν η πίεση πέσει αρκετά, το κενό του συστήματος θα προκαλέσει εισαγωγή νερού στο σύστημα της απόσταξης. Η σωστή αντίδραση είναι ο “εξαερισμός” του συστήματος. Αυτό επιτυγχάνεται με το άνοιγμα της βιδωτής λαβίδας Γ στο άκρο της παγίδας για να εισέλθει αέρας στο σύστημα. Αυτός είναι επίσης ο τρόπος με τον οποίο κόβεται το κενό στο τέλος της απόσταξης.

**ΠΡΟΣΟΧΗ:** Θα πρέπει πάντοτε να εξαερώνετε το σύστημα πριν σταματήσετε την υδραντλία. Αν ξεχάσετε να εξαερώσετε το σύστημα, το νερό θα εισέλθει και θα μολύνει το προϊόν σας. Εξαερώνετε ταυτόχρονα και τα δύο άκρα του συστήματος. Μετά την εξαέρωση της παγίδας κενού, θα πρέπει να ανοίγετε τη βιδωτή λαβίδα που βρίσκεται στο σωλήνα κοχλασμού.



**Εικόνα 4.11** Παγίδα κενού με χρήση ενός δοχείου αερίου. Η διάταξη συνδέεται στο επίθεμα κενού της συσκευής απόσταξης στη θέση Α της εικόνας 4.9. Η σύνδεση Δ με το μανόμετρο είναι προαιρετική



**Εικόνα 4.12** Παγίδα κενού με χρήση μιας φιάλης διήθησης. Η διάταξη συνδέεται στο επίθεμα κενού της συσκευής απόσταξης στη θέση Α της εικόνας 4.9. Η σύνδεση με το μανόμετρο είναι προαιρετική

Η παγίδα, που συνήθως έχει μεγάλο όγκο, προστατεύει από τις μεταβολές της πίεσης, εξισορροπώντας μικρές μεταβολές στη γραμμή κενού. Ταυτόχρονα, όταν το κενό δημιουργείται από μια μεγάλη κοινή υδραντλία, προφυλάσσει το σύστημα σας από την εισαγωγή λαδιού και νερού.

**Σύνδεση μανομέτρου** Το μανόμετρο επιτρέπει τη μέτρηση της πίεσης. Η σύνδεση Δ είναι προαιρετική αλλά ταυτόχρονα υποχρεωτική όταν θέλετε να μετρήσετε την πραγματική πίεση του συστήματός σας. Ένα κατάλληλο μανόμετρο θα πρέπει να περιλαμβάνεται στο σύστημα,



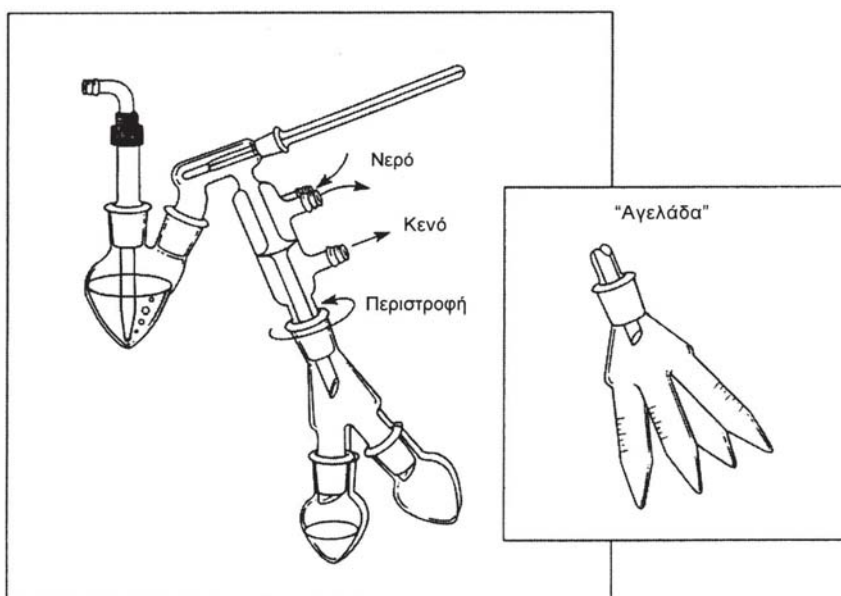
ώστε να μετράτε την πίεση κατά τη στιγμή που ξεκινάει η απόσταξη. Το σημείο ζέσης έχει μικρή αξία, αν δεν είναι γνωστή η πίεση. Μετά τη χρησιμοποίησή του, το μανόμετρο μπορεί να απομακρυνθεί αν μια βιδωτή λαβίδα χρησιμοποιείται για να κλείσει η σύνδεση.

**ΠΡΟΣΟΧΗ:** Το μανόμετρο πρέπει να εξαερώνεται πολύ αργά, ώστε να αποφευχθεί η βίαια εισαγωγή του υδραργύρου που θα σπάσει το άκρο του σωλήνα.

Το μανόμετρο είναι επίσης χρήσιμο για τον έλεγχο των προβλημάτων της διάταξης σας. Μπορεί να ελεγχθεί το κενό που δημιουργεί η υδραντλία. Με αυτό τον τρόπο μπορεί να βρεθεί μια ελαττωματική υδραντλία και να αντικατασταθεί. Όταν συνδέσετε το σύστημα σας, θα πρέπει να ρυθμίσετε όλες τις συνδέσεις ώστε να επιτύχετε το καλύτερα δυνατόν κενό. Συνήθως ένα κενό υδραντλίας της τάξης 25-50 mm Hg είναι ικανοποιητικό.

**Υδραντλία** Στα περισσότερα εργαστήρια ο ευκολότερος τρόπος δημιουργίας κενού για μια απόσταξη υπο κενό είναι μια υδραντλία. Η υδραντλία ή οποιαδήποτε πηγή κενού συνδέεται με την παγίδα. Θεωρητικά, μια υδραντλία μπορεί να δημιουργήσει κενό ίσο με την τάση των ατμών του νερού που παρέχεται διαμέσου της. Η τάση ατμών του παρεχόμενου νερού εξαρτάται από τη θερμοκρασία (24 mm Hg στους 25 °C; 18 mm Hg στους 20 °C; 9 mm Hg στους 10 °C). Αλλά, σε μια τυπική εργαστηριακή ημέρα, το κενό που λαμβάνεται είναι μικρότερο από ότι αναμένεται, αφού πολλοί φοιτητές χρησιμοποιούν τις υδραντλίες ταυτόχρονα. Είναι ίσως απαραίτητο να καθοριστεί μια σειρά για τη χρήση των υδραντλιών ή κάποιοι φοιτητές θα πρέπει να περιμένουν κάποιους άλλους να τελειώσουν.

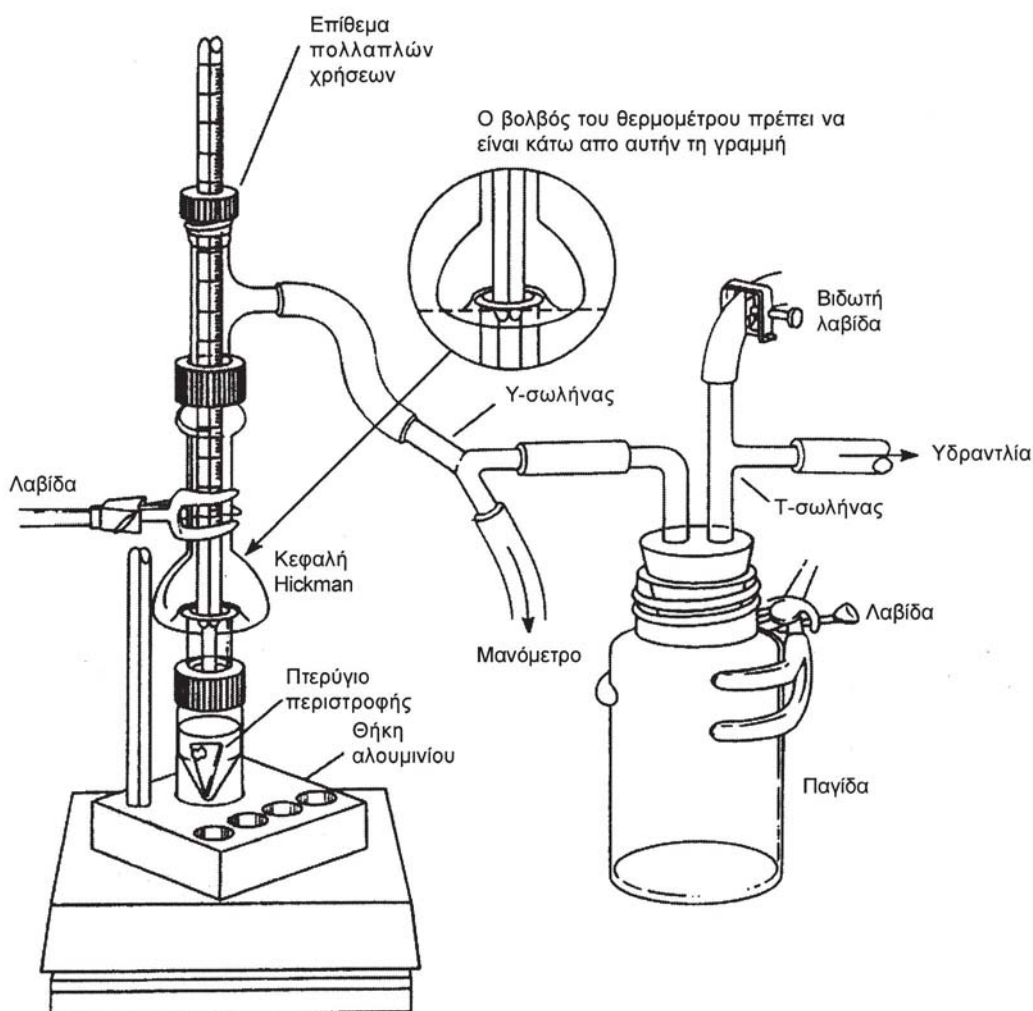
**Περιστροφική συλλογή κλασμάτων** Με τις συσκευές που έχουμε περιγράψει μέχρι τώρα, το κενό πρέπει να διακόπτεται για να απομακρυνθεί το κλάσμα, όταν κάποια νέα ένωση (κλάσμα) αρχίζει να αποστάζει. Για να πραγματοποιηθεί η αλλαγή της φιάλης υποδοχής θα πρέπει να γίνουν αρκετά στάδια, και αυτό είναι μια δύσκολη διαδικασία όταν πολλά κλάσματα πρέπει να συλλεγούν. Δύο είδη ενός



**Εικόνα 4.13** Περιστροφικός συλλέκτης κλασμάτων

γυαλίνου εξαρτήματος που υπερνικά αυτή τη δυσκολία, και επιτρέπει τη συλλογή κλασμάτων ενώ λειτουργεί το κενό, απεικονίζονται στην Εικόνα 4.13. Ο συλλογέας, που απεικονίζεται στα αριστερά, πολύ συχνά ονομάζεται “αγελάδα” λόγω της μορφής του. Με αυτούς τους περιστροφικούς συλλέκτες κλασμάτων, το μόνο που έχετε να κάνετε είναι να περιστρέψετε τη διάταξη και να συλλέξετε το κλάσμα.

**4.6 Απόσταξη υπο κενό-Μικροκλίμακας μέθοδοι** Στην Εικόνα 4.14 απεικονίζεται μια συσκευή απόσταξης σε μικροκλίμακα. Η συσκευή αυτή χρησιμοποιεί ένα κωνικό φιαλίδιο των 5 mL ως φιάλη απόσταξης, άρα μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την απόσταξη υπο κενό 1-3 mL υγρής ένωσης. Η κεφαλή Hickman αντικαθιστά το επίθεμα Claisen, ψυκτήρα, και φιάλη υποδοχής με ένα μόνο γυάλινο εξάρτημα.



Εικόνα 4.14 Διάταξη απόσταξης υπο κενό μικροκλίμακας

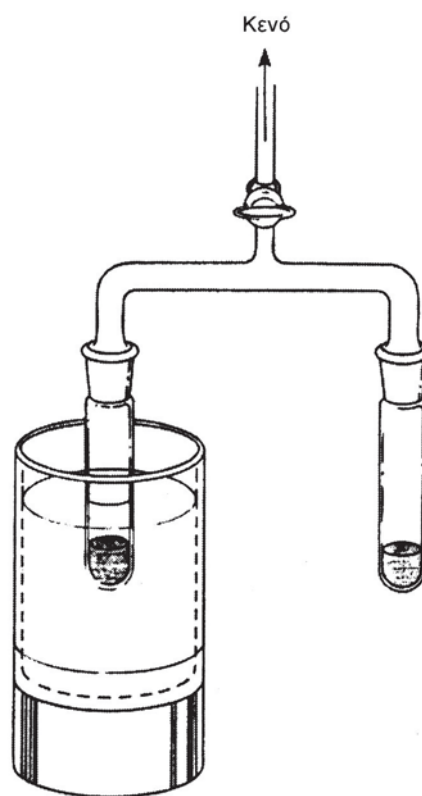
**4.7 Απόσταξη υπο κενό-Απόσταξη φιάλης-σε-φιάλη** Η απόλυτη μέθοδος απόσταξης μικροκλίμακας είναι η απόσταξη φιάλης-σε-φιάλη που απεικονίζεται στην Εικόνα 4.15. Το δείγμα που πρόκειται να αποσταθεί τοποθετείται σε γυάλινο δοχείο που προσαρμόζεται στον πλευρικό σωλήνα της συσκευής. Το δείγμα παγώνεται και πήζει, συνήθως χρησιμοποιώντας

υγρό άζωτο αν και ξηρός πάγος σε 2-προπανόλη ή μίγμα αλατιού-πάγου μπορούν να χρησιμοποιηθούν. Το δοχείο ψύξης που απεικονίζεται στην Εικόνα 4.15 είναι ένα δοχείο Dewar. Ο χώρος μεταξύ των τοιχωμάτων ενός δοχείου Dewar είναι κλεισμένος αεροστεγώς σε κενό. Το κενό είναι ένας πολύ καλός θερμικός μονωτής, και έτσι υπάρχει πολύ μικρή θερμική απώλεια από το διάλυμα.

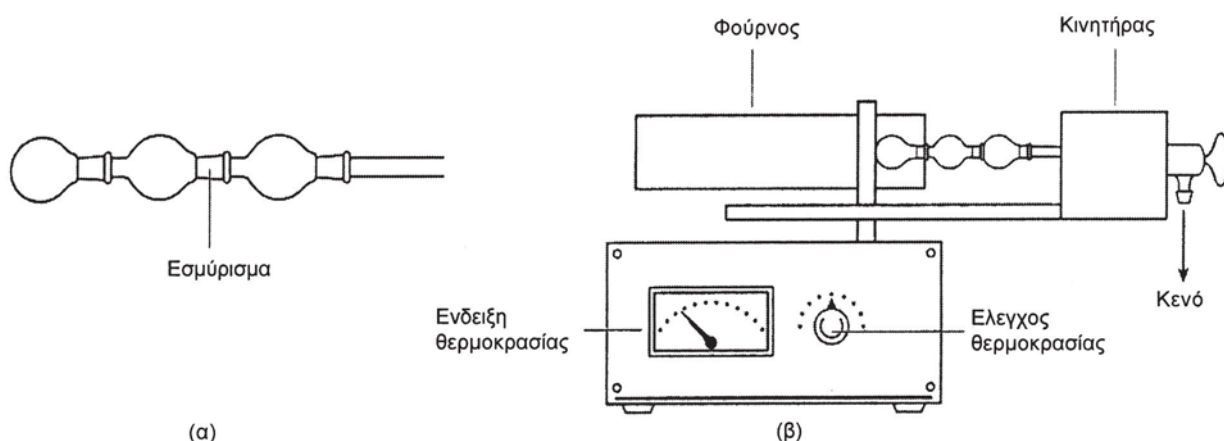
Μετά το πήξιμο του δείγματος, η στρόφιγγα ανοίγεται και δημιουργείται κενό στο σύστημα. Όταν η δημιουργία του κενού έχει ολοκληρωθεί, η στρόφιγγα κλείνει, και το δοχείο Dewar απομακρύνεται. Το δείγμα επιτρέπεται να λιώσει, και στη συνέχεια πήζεται ξανά. Αυτός ο κύκλος πήξιμο-λιώσιμο-πήξιμο απομακρύνει το αέρα ή τα αέρια που έχουν παγιδευτεί στο πηγμένο δείγμα. Έπειτα, η στρόφιγγα ανοίγει και το κενό δημιουργείται ξανά.

Όταν και η δεύτερη φορά έχει ολοκληρωθεί, η στρόφιγγα κλείνει και το δοχείο Dewar μετακινείται στον άλλο πλευρικό σωλήνα ώστε να ψύξει το άδειο δοχείο. Καθώς το δείγμα θερμαίνεται, θα εξατμιστεί, θα ταξιδεύσει στην άλλη πλευρά και θα υγροποιηθεί ή θα στερεοποιηθεί από την επίδραση του ψυκτικού μέσου. Η μετακίνηση από τη μια πλευρά στην άλλη μπορεί να χρειαστεί κάποιο χρονικό διάστημα, αλλά γίνεται χωρίς τη χρήση θέρμανσης.

Η απόσταξη φιάλης-σε-φιάλη είναι περισσότερο αποτελεσματική όταν υγρό άζωτο χρησιμοποιείται ως ψυκτικό μέσο και όταν το σύστημα κενού μπορεί να δημιουργήσει κενό της τάξης  $10^{-3}$  mmHg ή χαμηλότερα. Αυτό σημαίνει τη χρήση μιας πολύ καλής αντλίας κενού, μια κοινή υδραντλία δεν μπορεί να χρησιμοποιηθεί. Παρόλα τα μειονεκτήματα αυτής της μεθόδου, βρίσκει σημαντική εφαρμογή στη μέθοδο *μικρής-απόστασης απόσταξη* που χρησιμοποιεί δείγμα βάρους 50 mg ως 2 gr. Στη μέθοδο αυτή, το δείγμα τοποθετείται σε μια μικρή φιάλη που συνδέεται με δύο άλλες φιάλες και ένα μικρό σωλήνα που συνδέεται στο κενό. Η ολοκληρωμένη διάταξη των φιαλών απεικονίζεται στην Εικόνα 4.16α. Η διάταξη τοποθετείται στη συνέχεια σε ένα ειδικό φούρνο όπου μόνο η πρώτη φιάλη εισέρχεται στη περιοχή θέρμανσης (Εικόνα 4.16β). Η φιάλη θερμαίνεται και ταυτόχρονα περιστρέφεται ώστε να αποφεύγονται οι ισχυρές εκτινάξεις υλικού. Οι φούρνοι περιλαμβάνουν και τη μηχανή της περιστροφής της διάταξης. Οι παλαιότερες διατάξεις απλά θέρμαιναν το δείγμα, ενώ η περιστροφή γίνεται με το χέρι. Καθώς η απόσταξη λαμβάνει χώρα, το υγρό αποστάζει από τη μια φιάλη στην άλλη. Διανύει μια πολύ μικρή απόσταση, γιαυτό και το όνομα της μεθόδου. Η μέθοδος είναι γνωστή



Εικόνα 4.15 Απόσταξη φιάλης-σε-φιάλη



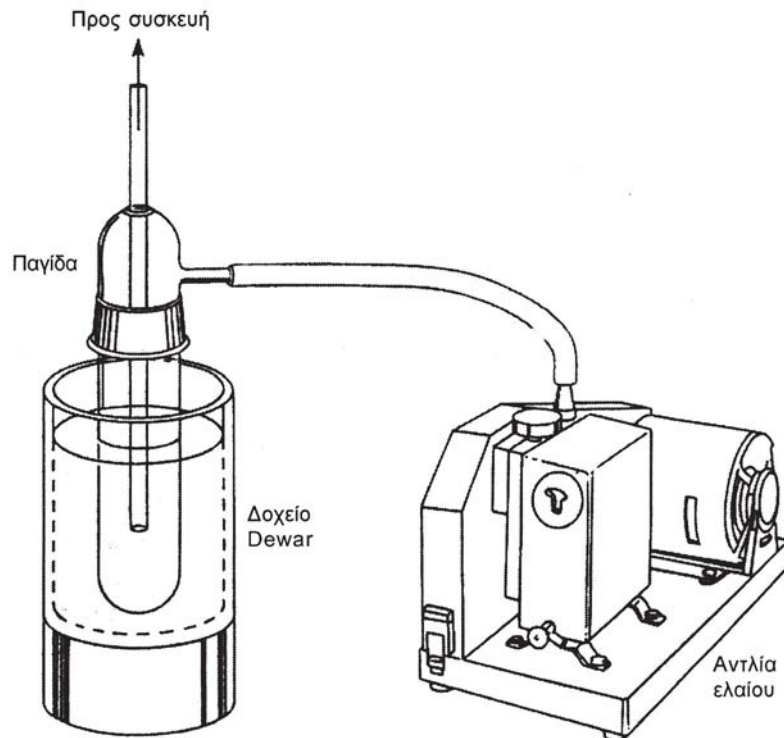
**Εικόνα 4.16** (α) Διάταξη απόσταξης φιάλης-σε-φιάλη. (β) Ειδικός φούρνος μικρής-απόστασης απόσταξης

και ως **Kugelrohr** απόσταξη. Αν κριθεί απαραίτητο, το δείγμα μπορεί να αποστάξει ξανά, με την τοποθέτηση και της δεύτερης φιάλης στη περιοχή θέρμανσης, ώστε το δείγμα να αποστάξει στην τρίτη φιάλη.

Το κυριότερο μειονέκτημα της μεθόδου είναι ότι δεν μπορεί να γίνει διαχωρισμός πτητικών συστατικών. Αλλά αποτελεί μια εξαιρετική τεχνική για το καθαρισμό μικρών ποσοτήτων υγρών ενώσεων από μη-πτητικές ακαθαρσίες. Είναι πολύ πιο εύχρηστη από τις άλλες μεθόδους που περιλαμβάνουν το στήσιμο συσκευών μικροκλίμακας. Δεν υπάρχει στη μέθοδο αυτή δυνατότητα μέτρησης του ακριβούς σημείου ζέσης, γιατί και η θερμοκρασία του φούρνου αποτελεί ένα χρήσιμο οδηγό. Με την κατάλληλη τροποποίηση, η μέθοδος αυτή μπορεί να χρησιμοποιηθεί και σε κανονικής κλίμακας αποστάξεις.

**Η μηχανική αντλία κενού.** Η υδραντλία δεν είναι ικανή να δημιουργήσει κενό χαμηλότερο από 5 mm Hg. Αυτή είναι η τάση ατμών του νερού στους 0 °C, και το νερό παγώνει σε αυτήν τη θερμοκρασία. Η συνήθης τιμή πίεσης μιας υδραντλίας είναι περίπου 20 mm Hg. Όταν όμως απαιτείται κενό χαμηλότερο από 20 mm Hg, μια αντλία κενού πρέπει να χρησιμοποιηθεί. Στην Εικόνα 4.17 απεικονίζεται μια μηχανική αντλία ελαίου και ο αντίστοιχος γυάλινος εξοπλισμός. Η αντλία ελαίου λειτουργεί με την ίδια αρχή με την υδραντλία, αλλά αντίθετα χρησιμοποιεί ένα υψηλού σημείου ζέσης έλαιο, αντί του νερού, για να απομακρύνει τον αέρα από το συνδεδεμένο σύστημα. Το έλαιο που χρησιμοποιείται είναι έλαιο σιλικόνης ή μεγάλου μοριακού βάρους ολεφινικό έλαιο, που έχει χαμηλή τάση ατμών, άρα ένα χαμηλό κενό μπορεί να επιτευχθεί. Μια καλή αντλία κενού, με νέο έλαιο, μπορεί να επιτύχει πιέσεις της τάξης  $10^{-3}$  ως  $10^{-4}$  mm Hg. Η άλλη διαφορά με τις υδραντλίες, είναι ότι το έλαιο επαναχρησιμοποιείται συνεχώς αντί να πετιέται όπως το νερό της υδραντλίας.

Μια τουλάχιστον παγίδα απαιτείται όταν χρησιμοποιείται μια μηχανική αντλία κενού. Η παγίδα προστατεύει τα λάδια της αντλίας από τους ατμούς που μπορεί να βρίσκονται στο σύστημα. Αν οι ατμοί ενός οργανικού διαλύτη ή της οργανικής ένωσης που αποστάζει, διαλυθούν στο έλαιο της αντλίας, η τάση των ατμών του ελαίου θα αυξηθεί, άρα θα μειωθεί η αποτελε-



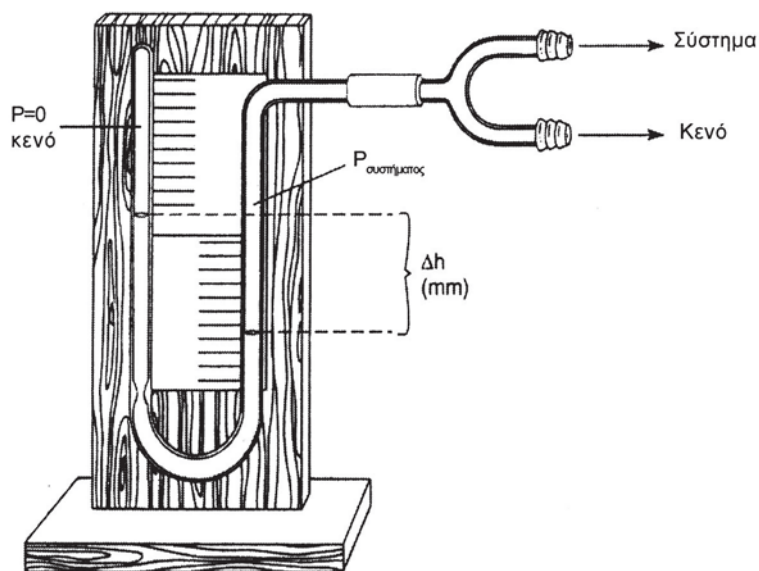
**Εικόνα 4.17** Η μηχανική αντλία ελαίου και η αντίστοιχη παγίδα

σματικότητα της. Ένας ειδικός τύπος παγίδας κενού απεικονίζεται στην Εικόνα 4.17. Έχει σχεδιαστεί να ταιριάζει σε ένα μονωμένο δοχείο Dewar, ώστε η ψύξη να διαρκεί για περισσότερο χρονικό διάστημα. Η παγίδα λειτουργεί και με παγόνερο αλλά το μίγμα ξηρού πάγου ή υγρού αέρα είναι απαραίτητο για να επιτευχθεί χαμηλή θερμοκρασία και να προστατευθεί καλύτερα το έλαιο. Συχνά χρησιμοποιούνται δύο παγίδες; η πρώτη μπορεί να γεμίζεται με παγόνερο και η δεύτερη με ξηρό πάγο-ακετόνη ή υγρό αέρα. Η πρώτη παγίδα υγροποιεί ατμούς χαμηλού σημείου ζέσης που μπορεί να πήξουν στη δεύτερη παγίδα.

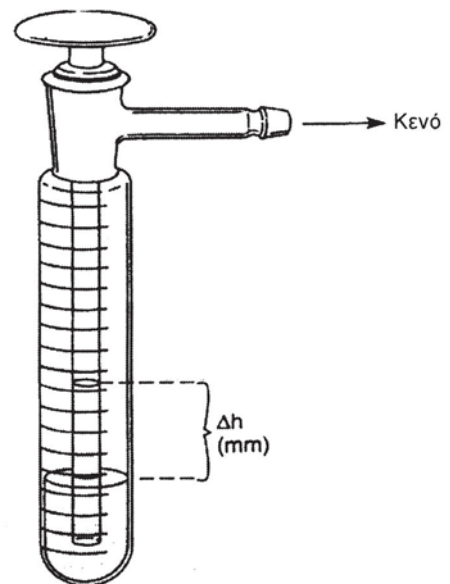
**Το κλειστό-άκρου μανόμετρο** Η κυριότερη συσκευή που χρησιμοποιείται για τη μέτρηση πιέσεων είναι το κλειστό-άκρου μανόμετρο. Δύο βασικοί τύποι μανομέτρων απεικονίζονται στις Εικόνες 4.18 και 4.19. Το μανόμετρο που απεικονίζεται στην εικόνα Ε 4.18 χρησιμοποιείται ευρύτατα γιατί είναι πολύ εύκολο να κατασκευαστεί. Αποτελείται από ένα U-σωλήνα, κλειστό στο ένα άκρο, που σταθεροποιείται σε μια ξύλινη βάση.

**ΠΡΟΣΟΧΗ:** Ο υδράργυρος είναι ένα εξαιρετικά τοξικό μέταλλο με αθροιστικά αποτελέσματα. Επειδή ο υδράργυρος έχει υψηλή τάση ατμών, δεν θα πρέπει να υπάρχει διαρροή του στο εργαστήριο. Δεν πρέπει επίσης να έλθει σε επαφή με το δέρμα. Θα πρέπει να ζητήσετε αμέσως τη βοήθεια του επιβλέποντα σε περίπτωση διαρροής ή σπασίματος του μανομέτρου. Οι διαρροές πρέπει να καθαρίζονται αμέσως.





**Εικόνα 4.18** Ένα απλό μανόμετρο U-σωλήνα



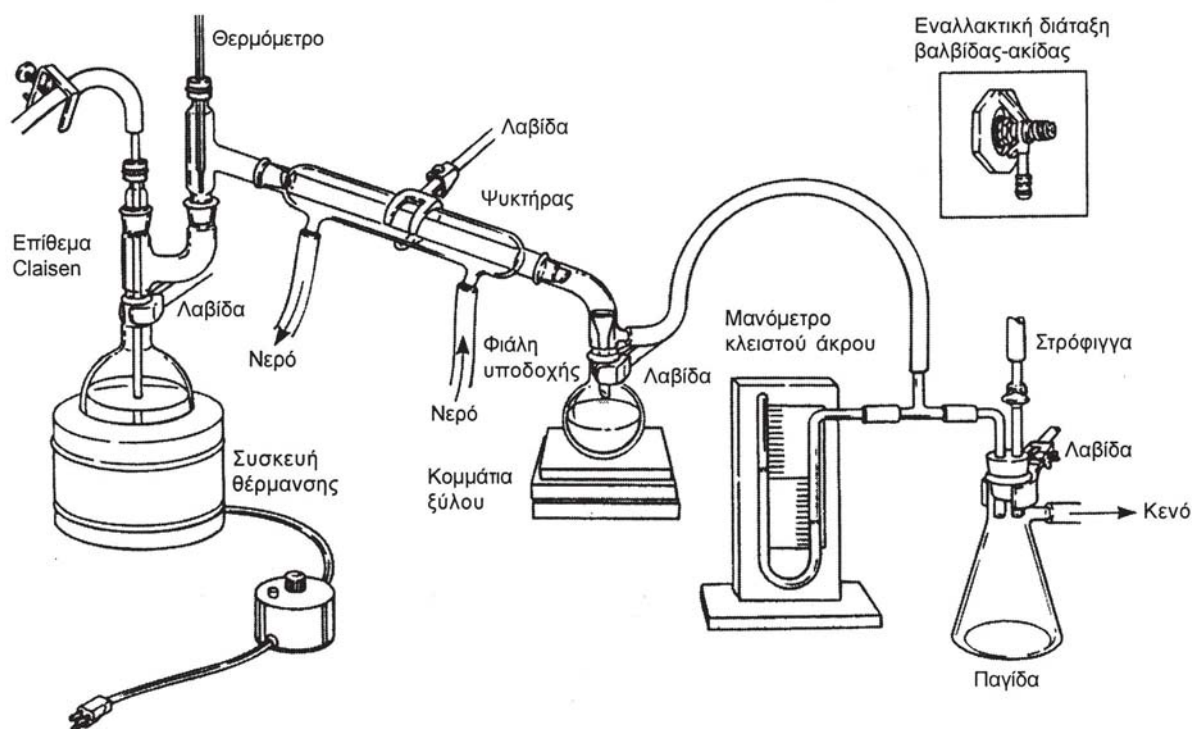
**Εικόνα 4.19** Μανόμετρο ράβδου στοιχειοθέτησης

Όταν μια υδραντλία ή κάποια άλλη πηγή κενού χρησιμοποιείται, ένα μανόμετρο μπορεί να συνδεθεί στο σύστημα. Καθώς η πίεση χαμηλώνει, ο υδράργυρος ανέρχεται στο δεξιό σωλήνα και κατέρχεται στον αριστερό σωλήνα. Η διαφορά ύψους αντιστοιχεί κατά προσέγγιση στο δημιουργούμενο κενό. Η διαφορά αυτή μετράται με ένα χάρακα που βρίσκεται στη ξύλινη βάση. Αντίθετα, στο μανόμετρο που απεικονίζεται στην Εικόνα 4.19, η πίεση μετράται ως η διαφορά των επιφανειών υδραργύρου στον εσωτερικό και τον εξωτερικό σωλήνα.

Τα μανόμετρα που περιγράφονται εδώ μετρούν συνήθως κενό της τάξης 1-150 mm Hg. Αρα είναι κατάλληλα για τη χρήση υδραντλίας ως πηγής κενού. Όταν το κενό είναι χαμηλότερο από  $< 1$  mm Hg, τότε πιο εξελιγμένα μανόμετρα ή ηλεκτρονικές διατάξεις πρέπει να χρησιμοποιηθούν.

**Σύνδεση και χρήση του μανομέτρου.** Η πιο κοινή χρήση ενός μανομέτρου κλειστού-άκρου είναι η μέτρηση της πίεσης κατά τη διάρκεια μιας απόσταξης υπο κενό. Το μανόμετρο συνδέεται με τη συσκευή όπως απεικονίζεται στην Εικόνα 4.20. Μια υδραντλία είναι η πηγή του κενού. Το μανόμετρο και η συσκευή απόσταξης προστατεύονται με μια παγίδα από πιθανές αλλαγές της πίεσης του νερού. Η παγίδα διαθέτει πάντοτε μια διάταξη (βιδωτή λαβίδα ή στρόφιγγα) για το άνοιγμα στην ατμόσφαιρα. Αυτό είναι ιδιαίτερα σημαντικό όταν χρησιμοποιείται ένα μανόμετρο υδραργύρου, οι αλλαγές της πίεσης πρέπει να είναι αργές. Σε ένα κλειστού-άκρου μανόμετρο, κάθε απότομη αλλαγή της πίεσης μπορεί να οδηγήσει στο σπάσιμο του μανομέτρου.

Όταν η πίεση σε ένα σύστημα είναι πολύ χαμηλότερη από ότι είναι επιθυμητό, είναι δυνατό να ρυθμιστεί με τη χρήση μιας βαλβίδας διαρροής (βαλβίδα ακίδας). Με τη ρύθμιση της, η ποσότητα του αέρα που βρίσκεται στο σύστημα καθορίζεται ακριβώς και έτσι ελέγχεται το κενό.



Εικόνα 4.20 Σύνδεση ενός μανόμετρου σε διάταξη απόσταξης υπο κενό

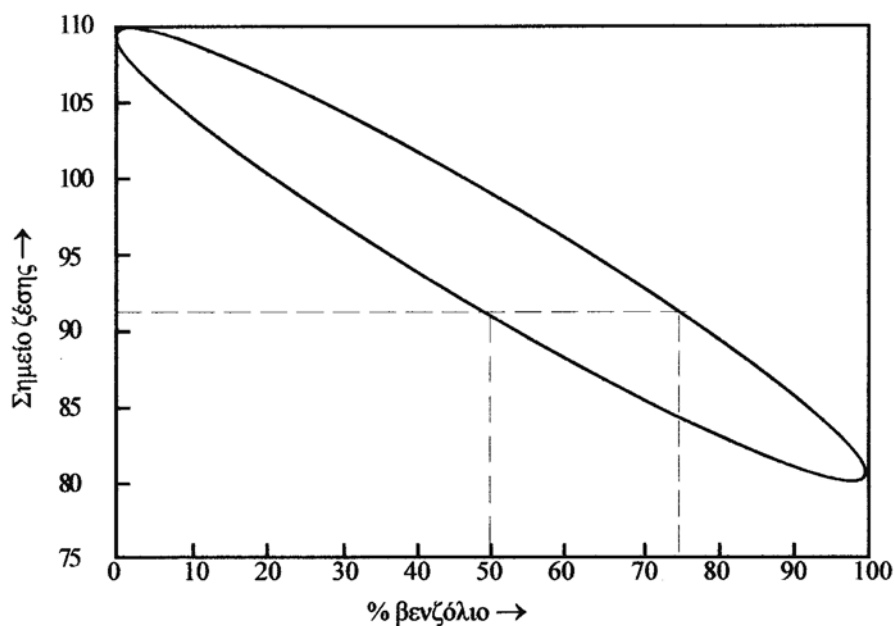
#### 4.7 Κλασματική απόσταξη.

Η απλή απόσταξη που έχει ήδη περιγραφεί δουλεύει πολύ καλά για τους περισσότερους διαχωρισμούς και καθαρισμούς οργανικών ενώσεων. Όταν όμως οι διαφορές των σημείων ζέσης των συστατικών ενός μίγματος δεν είναι μεγάλες, τότε μια κλασματική απόσταξη πρέπει να εφαρμοστεί ώστε να επιτευχθεί ένας καλός διαχωρισμός.

**Διαφορές μεταξύ απλής και κλασματικής απόσταξης.** Όταν ένα ιδανικό μίγμα δύο υγρών ενώσεων, όπως είναι το βενζόλιο (b.p. 80 °C) και το τολουόλιο (b.p. 110 °C) αποστάζει με απλή απόσταξη, ο πρώτος ατμός που παράγεται θα είναι εμπλουτισμένος στο χαμηλότερο-σημείου ζέσης συστατικό (βενζόλιο). Αλλά, όταν ο αρχικός ατμός συμπυκνωθεί και αναλυθεί, το απόσταγμα δεν είναι καθαρό βενζόλιο. Η διαφορά των σημείων ζέσης του βενζολίου και του τολουολίου είναι πολύ μικρή για να επιτευχθεί διαχωρισμός με μια απλή απόσταξη. Στην πραγματικότητα, θα απαιτηθεί ένας τεράστιος αριθμός απλών αποστάξεων για να διαχωριστεί το βενζόλιο από το τολουόλιο.

Ακολουθώντας τη διακεκομμένη γραμμή ενός ισομοριακού μίγματος (50% βενζόλιο, 50% τολουόλιο) θα παρατηρήσουμε ότι θα αρχίσει να αποστάζει στους 91°C και η σύσταση του αποστάγματος θα είναι 75% βενζόλιο και 25% τολουόλιο. Καθώς η απόσταξη θα συνεχίσει, το υγρό που βρίσκεται στη φιάλη απόσταξης θα εμπλουτίζεται σε τολουόλιο και ο αντίστοιχος ατμός θα περιέχει σταδιακά μικρότερη ποσότητα βενζολίου. Κατά συνέπεια, η θερμοκρασία θα συνεχίσει να αυξάνεται κατά τη διάρκεια της απόσταξης, και θα είναι αδύνατο να λάβουμε κάποιο κλάσμα που αποτελείται από καθαρό βενζόλιο.

Αλλά, υποθέστε ότι είναι δυνατόν να συλλέξουμε μια μικρή ποσότητα του πρώτου αποστάγματος που είναι 75% σε βενζόλιο και να το αποστάξουμε ξανά. Χρησιμοποιώντας την Εικόνα 4.21, θα δούμε ότι αυτό θα αρχίσει να αποστάζει περίπου στους 83 °C και θα δώσει ένα αρχικό απόσταγμα που θα

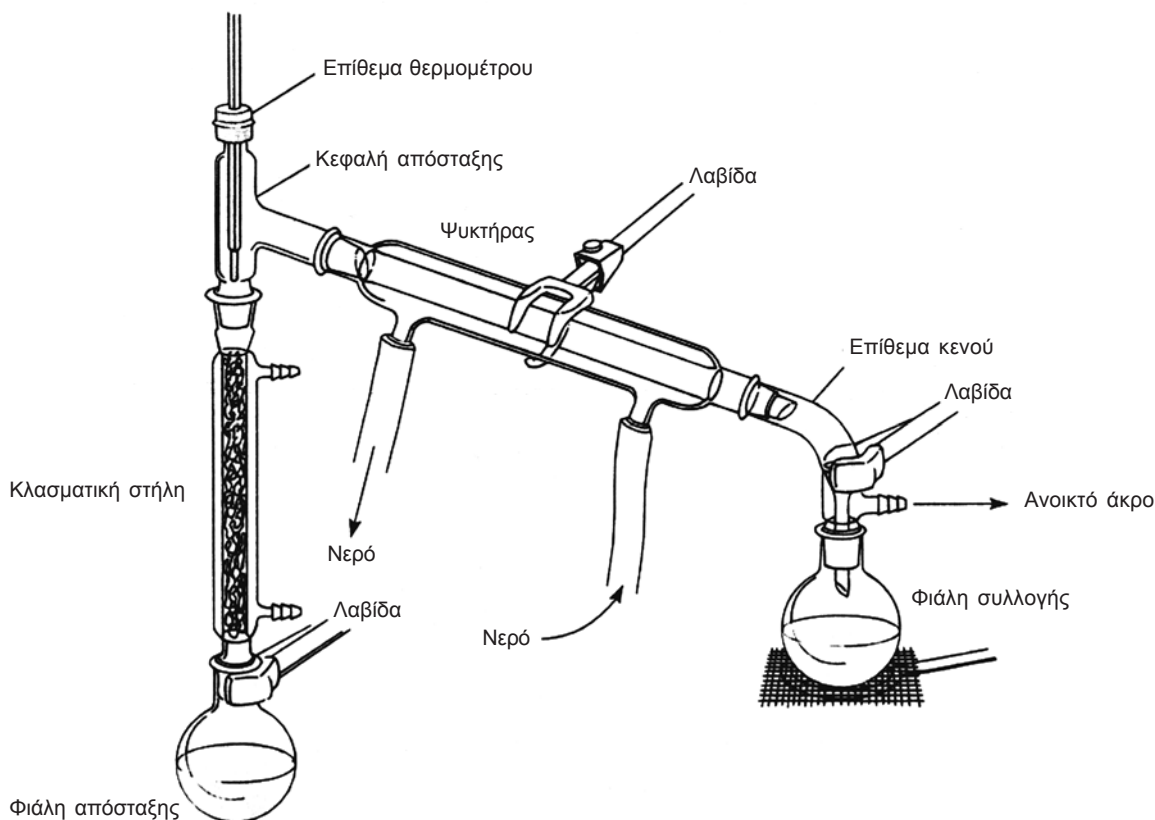


**Εικόνα 4.21.** Διάγραμμα σύστασης-τάσης ατμών μίγματος βενζολίου-τολουολίου.

περιέχει περίπου 93% βενζόλιο. Αν έχουμε την πειραματική ικανότητα να παίρνουμε μικρά κλάσματα στην αρχή της κάθε απόσταξης, κάποια στιγμή θα φθάσουμε σε ένα απόσταγμα που θα προσεγγίζει το 100% βενζόλιο. Αλλά, αφού παίρναμε μόνο μια μικρή ποσότητα στην αρχή κάθε απόσταξης, στη πράξη θα έχουμε χάσει όλο το μίγμα. Για να συλλέξουμε όλη τη ποσότητα του βενζολίου θα πρέπει να επαναλάβουμε αυτή τη διαδικασία μικροαποστάξεων μερικές εκατοντάδες (πιθανά εκατομμύρια) φορές για να διαχωρίσουμε το βενζόλιο από το τολουόλιο.

Γίνεται φανερό ότι μια τέτοια διαδικασία ρουτίνας είναι εξαιρετικά βαρετή; στην πραγματικότητα δεν είναι απαραίτητη στην εργαστηριακή πρακτική. Η **κλασματική απόσταξη** επιτυγχάνει το ίδιο αποτέλεσμα. Απλά, θα πρέπει να τοποθετήσετε μια στήλη μεταξύ της φιάλης απόσταξης και της κεφαλής απόσταξης όπως απεικονίζεται στην Εικόνα 4.22. Αυτή η κλασματική στήλη γεμίζεται ή πακετάρεται με ένα κατάλληλο υλικό. Το υλικό πλήρωσης της στήλης επιτρέπει σε ένα μίγμα βενζολίου-τολουολίου να υπόκειται σε διαδοχικούς κύκλους εξάτμισης-υγροποίησης καθώς το μίγμα μετακινείται μέσα στη στήλη. Με κάθε κύκλο μέσα στη στήλη, η σύσταση του ατμού συνεχώς εμπλουτίζεται με το χαμηλότερου σημείου-ζέσης συστατικό (βενζόλιο).

Σχεδόν καθαρό βενζόλιο (σημείο ζέσης 80 °C) εξέρχεται από την κορυφή της στήλης, συμπυκνώνεται και συλλέγεται στη φιάλη υποδοχής. Αυτή η διαδικασία συνεχίζεται μέχρι να απομακρυνθεί όλο το βενζόλιο. Η απόσταξη πρέπει να πραγματοποιηθεί αργά, ώστε εκατοντάδες κύκλοι εξάτμισης-συμπύκνωσης να λάβουν χώρα. Όταν σχεδόν όλο το βενζόλιο έχει απομακρυνθεί, η θερμοκρασία αρχίζει να αυξάνει και μια μικρή ποσότητα ενός δεύτερου κλάσματος, που περιέχει ποσότητα βενζολίου και τολουολίου, μπορεί να συλλέγει. Όταν η



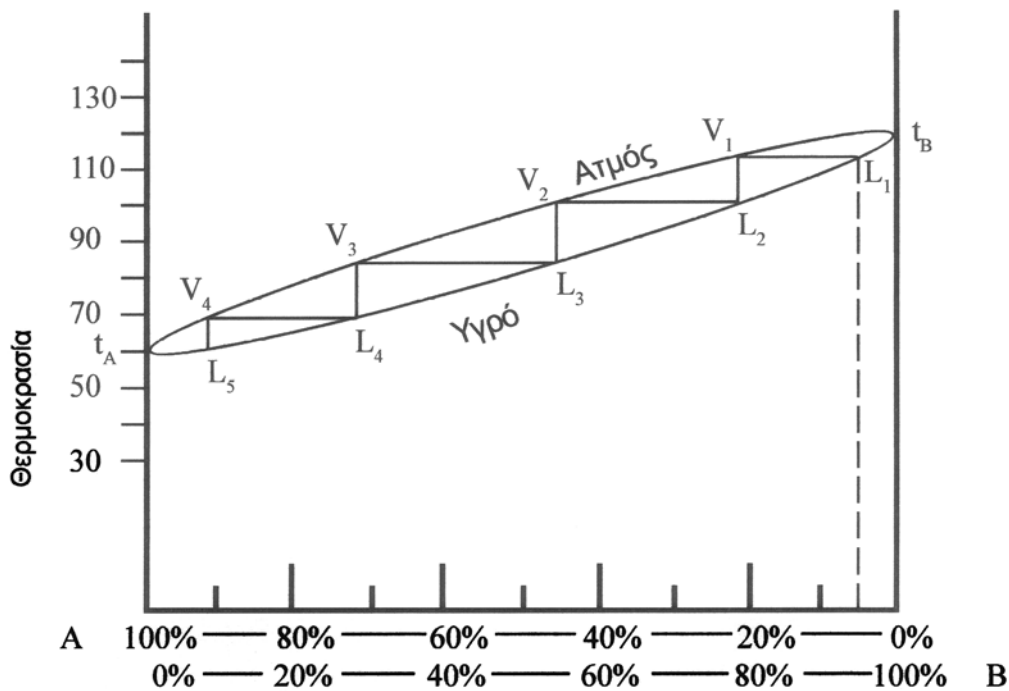
**Εικόνα 4.22** Διάταξη κλασματικής απόσταξης

θερμοκρασία φθάσει τους  $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ , το σημείο ζέσης του τολουολίου, ο ατμός συμπυκνώνεται και συλλέγεται ως τρίτο κλάσμα.

**Διάγραμμα σύστασης ατμού-υγρού** Το διάγραμμα φάσεων που απεικονίζεται στη εικόνα 4.23 μπορεί να χρησιμοποιηθεί για να εξηγήσει τη λειτουργία της κλασματικής στήλης με ένα ιδανικό διάλυμα δύο υγρών A και B. Ιδανικό διάλυμα είναι εκείνο στο οποίο τα δύο υγρά είναι χημικά παρόμοια, αναμειγνύονται σε όλες τις αναλογίες και δεν αντιδρούν μεταξύ τους. Τα ιδανικά διαλύματα υπακούουν στον κανόνα Raoult

Το διάγραμμα φάσεων σχετίζει τη σύσταση του βράζοντος υγρού (κάτω καμπύλη) με τον ατμό (άνω καμπύλη) σαν συνάρτηση της θερμοκρασίας. Κάθε οριζόντια γραμμή που καταγράφεται κατά μήκος της εικόνας (γραμμή σταθεράς θερμοκρασίας) τέμνει τις καμπύλες σε δύο σημεία. Αυτά τα σημεία αντιστοιχούν στη σύσταση του ατμού με τη σύσταση του βράζοντος υγρού που παράγει τον ατμό. Κάθε μια από τις οριζόντιες γραμμές αντιπροσωπεύει το στάδιο εξάτμισης του κύκλου εξάτμισης-υγροποίησης και δείχνει τη σύσταση του ατμού που βρίσκεται σε ισορροπία με υγρό σε μια δοθείσα θερμοκρασία. Κάθε μια από τις κάθετες γραμμές αντιπροσωπεύει το στάδιο της υγροποίησης ενός κύκλου εξάτμισης-υγροποίησης. Η σύσταση δεν αλλάζει κατά τη πτώση της θερμοκρασίας στην υγροποίηση.

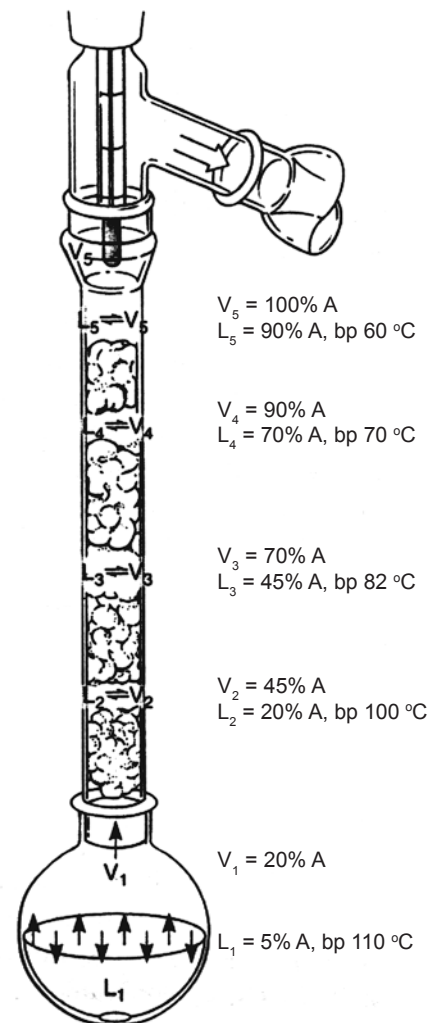
Στο παράδειγμα που απεικονίζεται στην Εικόνα 4.23, η καθαρή ένωση A έχει σημείο ζέσης  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , ενώ η ένωση B έχει  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Αυτά τα δύο σημεία ζέσης απεικονίζονται στα αριστερά και δεξιά του διαγράμματος. Θεωρώντας ένα διάλυμα που περιέχει 5% A και 95% B (αναλογία



**Εικόνα 4.23.** Διάγραμμα φάσεων κλασματικής απόσταξης ιδανικού μίγματος δύο ενώσεων.

moles). Αυτό το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι να παρατηρηθεί ο βρασμός ( $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Ο προκύπτων ατμός έχει σύσταση 20% A και 80% B και υγροποιείται. Ο ατμός είναι εμπλουτισμένος σε σχέση με το αρχικό διάλυμα. Σε μια απλή απόσταξη ο ατμός αυτός θα κατέληγε στη φιάλη υποδοχής. Αλλά σε μια κλασματική στήλη, ο ατμός υγροποιείται στη στήλη σε υγρό σύστασης L2 (20%A, 80%B). Το υγρό L2 επαναεξατμίζεται αμέσως (bp  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) δίνει ατμό σύστασης  $v_2$  (45% A, 55%B), που υγροποιείται και δίνει το υγρό L3. Το υγρό L3 επαναεξατμίζεται (bp  $82\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) και δίνει ατμό σύστασης  $v_3$  (70% A, 30%B), ο οποίος υγροποιείται προς το υγρό L4. Επανάληψη της διαδικασίας οδηγεί στο υγρό L5 (90%A, 10%B).

Καθώς η διαδικασία συνεχίζεται, όλη η ένωση A απομακρύνεται από τη φιάλη απόσταξης αφήνοντας σχεδόν καθαρή την ένωση B. Αν η θερμοκρασία αυξηθεί, η υγρή ένωση B μπορεί να αποσταχθεί. Η κλασματική απόσταξη μπορεί να επιτύχει το διαχωρισμό της ένωσης A από τη B, ένας διαχωρισμός που θα ήταν αδύνατος να γίνει με μια απλή απόσταξη. Στην Εικόνα 4.24 φαίνεται η ίδια διαδικασία στη κλασματική στήλη.



**Εικόνα 4.24** Διαδικασία εξάτμισης-συμπύκνωσης στην κλασματική στήλη



**Ικανότητα στήλης** Μια κοινή μονάδα μέτρησης της ικανότητας της στήλης δίνεται από τον αριθμό των θεωρητικών πλακών. Ο αριθμός των θεωρητικών πλακών μιας κλασματικής στήλης σχετίζεται με τον αριθμό των κύκλων εξάτμισης-συμπύκνωσης που λαμβάνουν χώρα καθώς το υγρό ταξιδεύει διαμέσου της στήλης. Ο όρος *θεωρητική πλάκα* αντιστοιχεί σε μια απλή απόσταση. Ένας όρος πέντε θεωρητικές πλάκες σημαίνει ότι αντιστοιχεί σε πέντε απλές αποστάξεις.

Οι περισσότερες στήλες δεν επιτρέπουν την απόσταση σε διακριτά στάδια αλλά η διαδικασία είναι συνεχής, οι ατμοί δηλαδή βρίσκονται σε επαφή με υγρό διαφορετικής σύστασης καθώς ανέρχονται στη στήλη. Οποιοδήποτε υλικό μπορεί να χρησιμοποιηθεί για το πακετάρισμα της στήλης εφόσον μπορεί να διαβραχεί και να επιτρέψει τη διέλευση των ατμών.

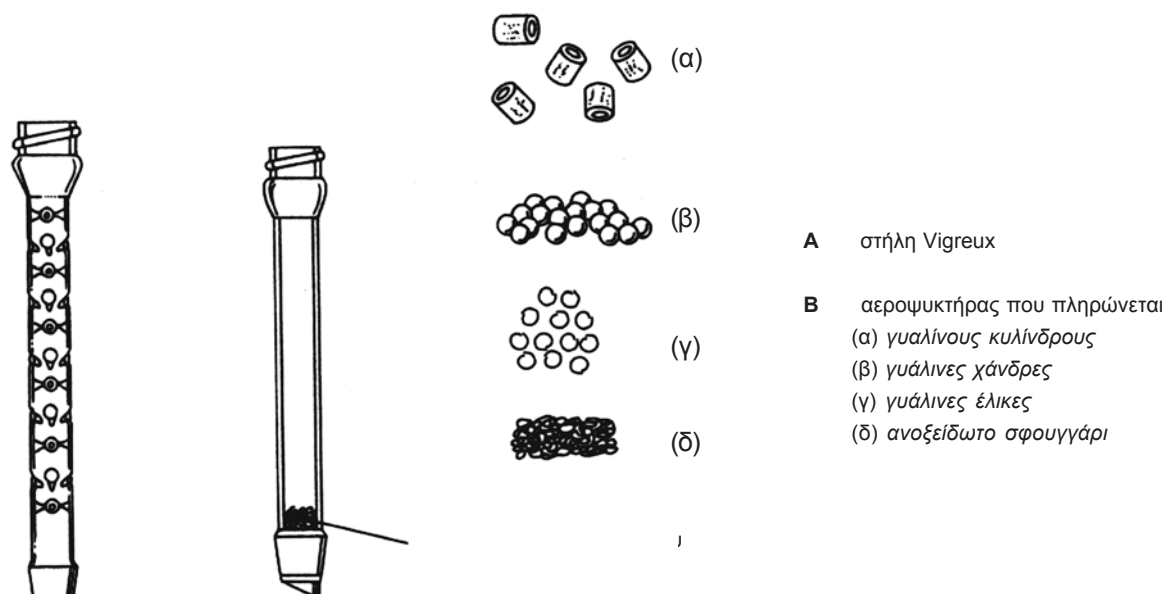
Η προσεγγιστική σχέση μεταξύ του αριθμού των θεωρητικών πλακών που απαιτούνται για να διαχωρίσουν ένα μίγμα δύο ενώσεων και η διαφορά στο σημείο ζέσης δίνεται στον Πίνακα 4.1. Σημειώνεται ότι περισσότερες θεωρητικές πλάκες απαιτούνται όσο μικραίνει η διαφορά των σημείων ζέσης.

**Πίνακας 4.1** Θεωρητικές πλάκες που απαιτούνται για διαχωρισμό μίγματος δύο ενώσεων στη βάση της διαφοράς των σημείων ζέσης.

Διαφορά σημείων ζέσης	Αριθμός θεωρητικών πλακών
108	1
72	2
54	3
43	4
36	5
20	10
10	20
7	30
4	50
2	100

**Είδη κλασματικών στηλών.** Διάφοροι τύποι

κλασματικών στηλών απεικονίζονται στην εικόνα 4.25. Η στήλη Vigreux (εικόνα 4.25α) έχει εσωτερικές οδοντώσεις με κατεύθυνση 45° που βρίσκονται ανά ζεύγη σε αντίθετες πλευρές

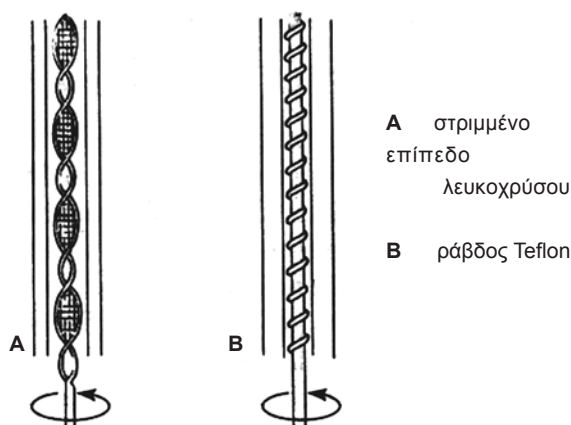


**Εικόνα 4.25.** Διάφορα είδη στηλών κλασματικής απόσταξης.

της στήλης. Οι οδοντώσεις μέσα στη στήλη έχουν μεγαλύτερη πιθανότητα να προκαλέσουν συμπύκνωση και ο ατμός να βρεθεί σε ισορροπία με το υγρό. Οι στήλες Vigreux είναι χρήσιμες όταν απαιτείται ένας μικρός αριθμός θεωρητικών πλακών. Δεν είναι εξαιρετικά ικανοποιητικές (μια στήλη Vigreux με μήκος 20 cm έχει 2.5 θεωρητικές πλάκες) αλλά επιτρέπουν γρήγορη απόσταξη και συγκρατούν μικρή ποσότητα της ένωσης. Μια στήλη που είναι πακεταρισμένη με ανοξειδωτο ατσάλινο σφουγγάρι είναι μια περισσότερο ικανοποιητική κλασματική στήλη αλλά όχι κατά πολύ. Οι γυάλινες χάνδρες και έλικες χρησιμοποιούνται ως υλικό πλήρωσης, και έχουν καλύτερο αριθμό θεωρητικών πλακών.

Ο πλέον αποτελεσματικός τύπος κλασματικής στήλης είναι η **στήλη περιστρεφόμενης ζώνης**. Στη πλέον κοινή μορφή αυτής της διάταξης, ένα απόλυτα εφαρμοστό, στριμμένο επίπεδο από λευκόχρυσο ή ράβδο από Teflon με ελικοειδή στρίψωμα περιστρέφεται γρήγορα μέσα στο σώμα της στήλης (Εικόνα 4.26). Μια μορφή κλασματικής στήλης περιστρεφόμενης ζώνης κατάλληλη για μικροκλίμακα απεικονίζεται στην Εικόνα 4.27.

Το μήκος αυτής της στήλης είναι 2-3 cm και παρέχει 4-5 θεωρητικές πλάκες. Μπορεί να διαχωρίσει 1-2 mL μίγματος με διαφορά σημείων ζέσης 30 °C. Μεγαλύτερα ερευνητικά μοντέλα αυτών των στηλών μπορούν να παρέχουν 100 θεωρητικές πλάκες και να διαχωρίζουν υγρά μίγματα 0.1-1 mL με διαφορά 2 °C στο σημείο

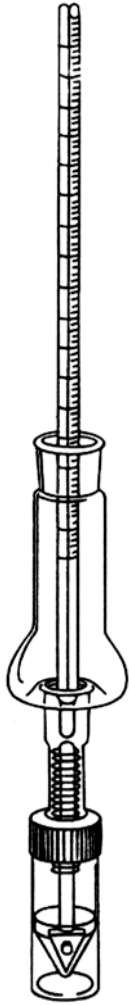


**Εικόνα 4.26** Είδη στηλών περιστρεφόμενης ζώνης

ζέσης. Οι κατασκευαστές των κλασματικών στηλών συνήθως τις παρέχουν σε ποικιλία μεγεθών. Η αποτελεσματικότητα μιας στήλης είναι συνάρτηση του μήκους της, συνήθως οι μεγαλύτερες στήλες έχουν περισσότερες θεωρητικές πλάκες από ότι οι μικρότερες.

**Μέθοδοι κλασματικής απόσταξης.** Στην πραγματοποίηση μιας κλασματικής απόσταξης, η κλασματική στήλη πρέπει να σταθεροποιείται σε κατακόρυφη θέση. Η απόσταξη πρέπει να πραγματοποιείται αργά, αλλά η ταχύτητα της απόσταξης πρέπει να είναι αρκετά σταθερή ώστε να παράγει μια σταθερή ένδειξη θερμοκρασίας στο θερμόμετρο.

Πολλές φορές, μια κλασματική στήλη πρέπει να μονώνεται ώστε η ισορροπία θερμοκρασία να διατηρείται σταθερή. Πρόσθετη μόνωση δεν απαιτείται για κλασματικές στήλες που διαθέτουν απαερωμένο εξωτερικό μανδύα. Υαλοβάμβακας και αλουμινόχαρτο (λαμπερή επιφάνεια προς τα μέσα) χρησιμοποιούνται πολλές φορές ως τα υλικά μόνωσης. Μπορείτε να περιτυλίξετε τη στήλη με υαλοβάμβακα και να την τυλίξετε εξωτερικά με αλουμινόχαρτο. Μια αποτελεσματική μέθοδος μόνωσης είναι να δημιουργήσετε ένα μανδύα μόνωσης με τη



**Εικόνα 4.27** Κλασματική στήλη περιστρεφόμενης ζώνης μικροκλίμακας.

τοποθέτηση μιας στρώσης υαλοβάμβακα μέσα σε δύο φύλλα αλουμινόχαρτου (λαμπερές πλευρές προς τα μέσα). Αυτός ο μανδύας συγκρατείται στη θέση του με μονωτική ταινία.

Ως **αναλογία βρασμού** καθορίζεται ο λόγος των σταγόνων του αποστάγματος που επιστρέφουν στη φιάλη απόσταξης ως προς τον αριθμό των σταγόνων που συλλέγονται. Σε μια αποτελεσματική στήλη, η αναλογία βρασμού θα πρέπει να ισούται ή να είναι μεγαλύτερη από τον αριθμό των θεωρητικών πλακών. Μια μεγάλη αναλογία βρασμού υποδηλώνει ότι θα αποκατασταθεί η θερμοδυναμική ισορροπία στη στήλη και θα επιτευχθεί η μέγιστη αποτελεσματικότητα της. Αυτή η αναλογία δεν είναι εύκολο να μετρηθεί, στην πραγματικότητα είναι αδύνατο να μετρηθεί με μια κεφαλή Hickman, και δεν θα πρέπει να απασχολεί τον προπτυχιακό φοιτητή. Σε μερικές περιπτώσεις, η *ταχύτητα εξόδου* μιας στήλης πρέπει να οριστεί. Αυτή εκφράζεται ως όγκος του υγρού (σε mL) που συλλέγεται ανά μονάδα χρόνου (min).

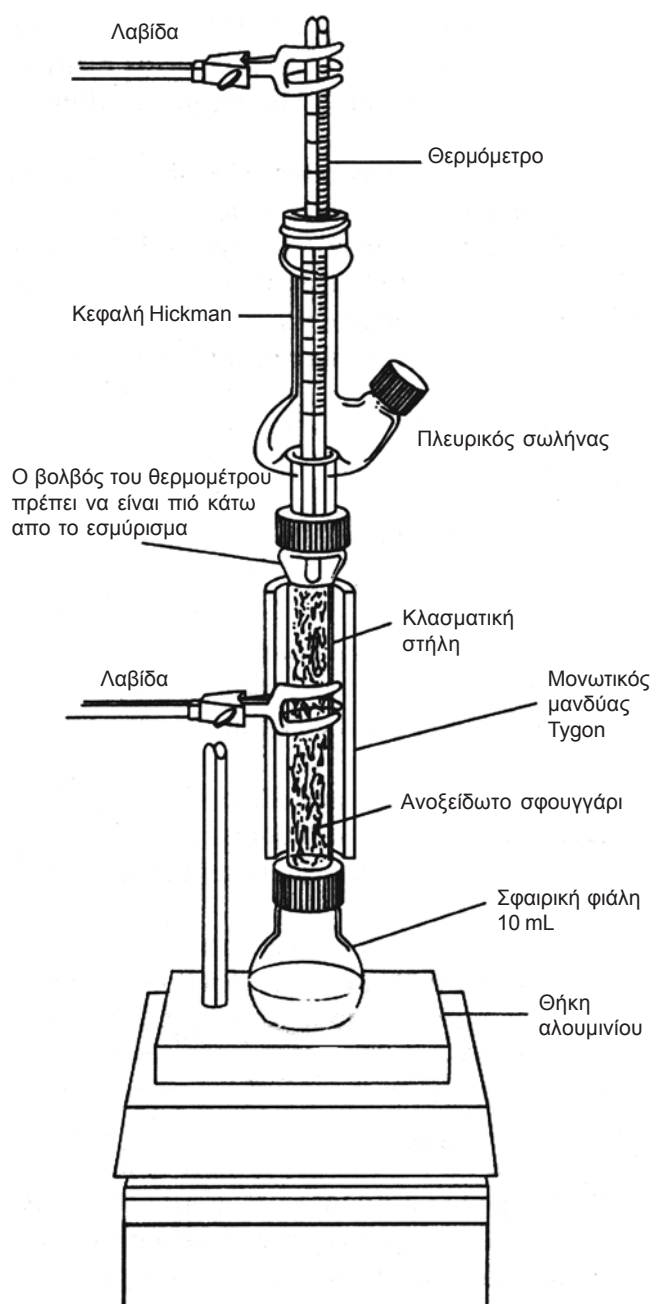
**Διάταξη κανονικής κλίμακας.** Στην Εικόνα 4.22 απεικονίζεται μια διάταξη κλασματικής απόσταξης που μπορεί να χρησιμοποιηθεί για μεγάλης κλίμακας αποστάξεις. Αυτή είναι η διάταξη που χρησιμοποιείται, όταν περισσότερα από 10 mL πρόκειται να αποσταχθούν.

**Διάταξη μικροκλίμακας.** Η διάταξη που απεικονίζεται στην Εικόνα 4.28, είναι μια διάταξη που μπορεί να χρησιμοποιηθεί για κλασματική απόσταξη μικροκλίμακας.

#### 4.8 Μη Ιδανικά Διαλύματα: Αζεοτροπικά Μίγματα

Μερικά μίγματα υγρών, λόγω έλξεων ή απώσεων μεταξύ των μορίων, δεν συμπεριφέρονται ιδανικά, δεν υπακούουν δηλαδή τον κανόνα Raoult. Υπάρχουν δύο είδη διαγραμμάτων σύστασης ατμού-υγρού που προέρχονται από τη μη ιδανική συμπεριφορά: τα διαγράμματα ελάχιστου-σημείου ζέσης και τα διαγράμματα μέγιστου-σημείου-ζέσης. Το ελάχιστο ή το μέγιστο σημείο σε αυτά τα διαγράμματα αντιστοιχεί σε ένα σταθερού σημείου ζέσης μίγμα που καλείται *αζεοτροπικό*. Το αζεοτροπικό μίγμα έχει σύσταση που δεν μπορεί να αλλοιωθεί με απλή ή κλασματική απόσταξη.

Ένα ελάχιστου-σημείου-ζέσης αζεοτροπικό μίγμα δημιουργείται από την άπωση μεταξύ των μορίων των υγρών που αναμιγνύονται. Αυτό έχει σαν αποτέλεσμα τη μεγαλύτερη-από ότι



**Εικόνα 4.28** Διάταξη κλασματικής απόσταξης μικροκλίμακας

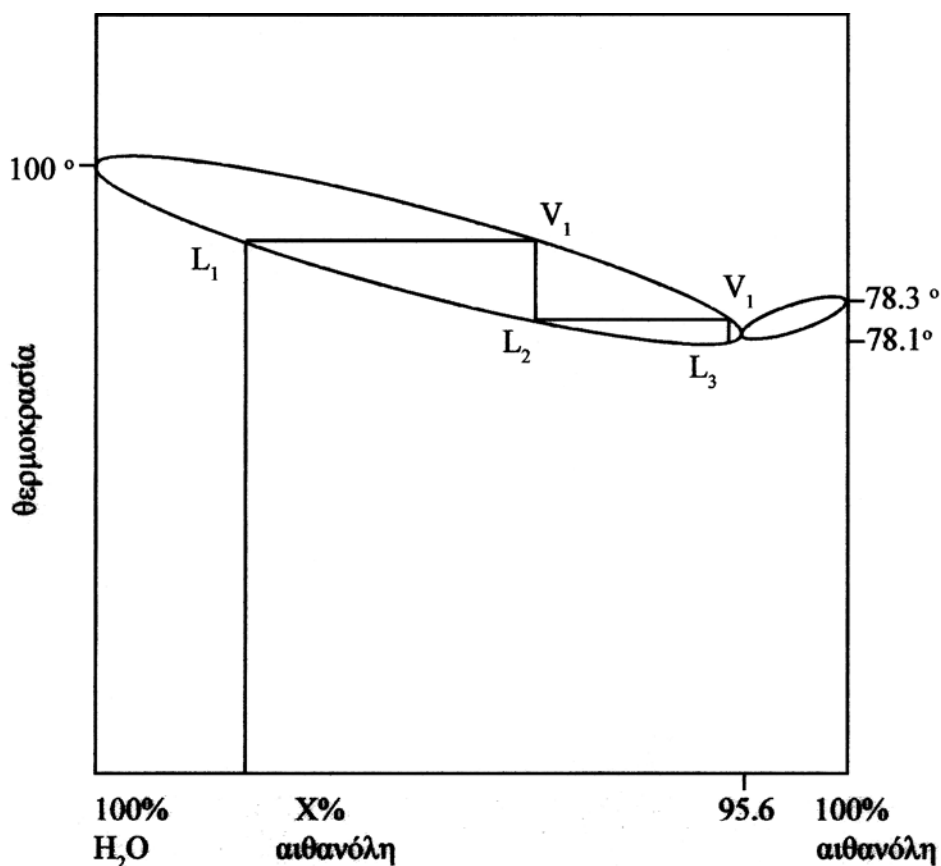
όπου είναι δυνατόν, με ξηραντικά μέσα πριν απο την απόσταξη των ενώσεων.

Αντίθετα, ένα αζεοτροπικό μίγμα μέγιστου-σημείου-ζέσης προκύπτει απο την έλξη μεταξύ των μορίων του μίγματος. Αυτή η έλξη οδηγεί σε χαμηλότερη τάση ατμών απο ότι αναμένεται για το διάλυμα. Η χαμηλότερη τάση ατμών οδηγεί σε ένα υψηλότερο σημείο ζέσης απο εκείνα που είναι χαρακτηριστικά των καθαρών ενώσεων. Επειδή, το αζεοτροπικό μίγμα έχει μεγαλύτερο σημείο ζέσης απο τις ενώσεις θα συγκεντρώνεται στη φιάλη απόσταξης. Όταν η σύσταση του μίγματος στη φιάλη απόσταξης προσεγγίσει το αζεοτροπικό μίγμα, η θερμοκρασία απόσταξης θα ανέλθει και το αζεοτροπικό μίγμα θα αρχίσει να αποσπάσει.

**Απόσταξη αζεοτροπικού μίγματος.** Υπάρχουν αναρίθμητα παραδείγματα στην Οργανική

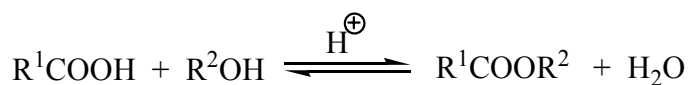
αναμένεται-τάση ατμών απο το διάλυμα. Η υψηλότερη τάση ατμών έχει σαν αποτέλεσμα το μικρότερο σημείο ζέσης για το μίγμα αυτο απο ότι παρατηρείται για τις καθαρές ενώσεις. Το πιο κοινό αζεοτροπικό είναι το σύστημα αιθανόλης-νερού (Εικόνα 4.29). Το αζεοτροπικό στο  $V_3$  έχει σύσταση 96% αιθανόλη-4% νερό και σημείο ζέσης 78.1 °C. Αυτό το σημείο ζέσης δεν είναι κατά πολυ χαμηλότερο απο το σημείο ζέσης της καθαρής αιθανόλης (78.3 °C), αλλά έχει σαν συνέπεια ότι είναι αδύνατο να ληφθεί απόλυτη αιθανόλη απο οποιοδήποτε μίγμα αιθανόλης-νερού που περιέχει περισσότερο απο 4% νερό. Το υπόλοιπο 4% νερό μπορεί να απομακρυνθεί με τη προσθήκη βενζολίου και την απομάκρυνση του αζεοτροπικού βενζολίου-αιθανόλης-νερό(65 °C). Όταν το νερό απομακρυνθεί, η περίσσεια του βενζολίου απομακρύνεται ως αιθανόλη-βενζόλιο (68 °C). Το προκύπτον υπόλειμμα είναι ελεύθερο νερού και καλείται “απόλυτη” αιθανόλη.

Το νερό δημιουργεί αζεοτροπικά μίγματα με πολλές ενώσεις; έτσι, το νερό πρέπει να απομακρυνθεί προσεκτικά,



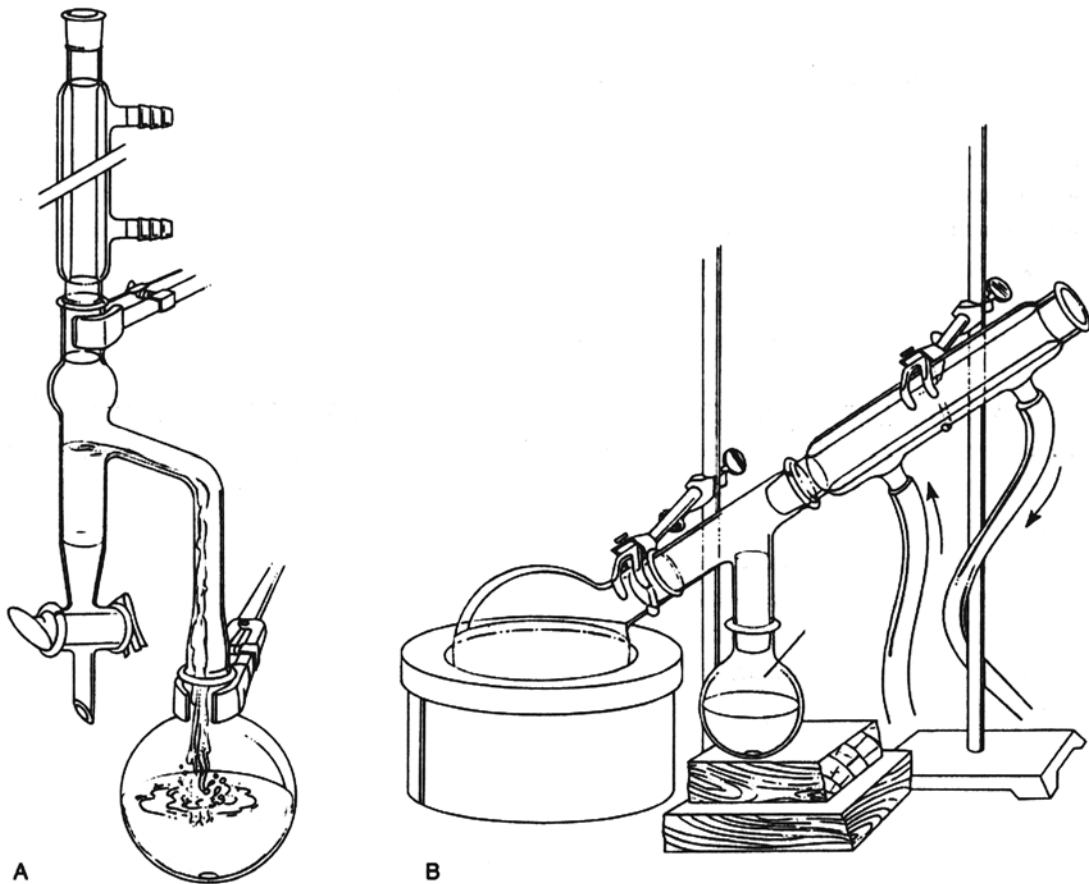
Εικόνα 4.29 Διάγραμμα ελάχιστου-σημείου ζέσης αιθανόλης-νερού

Χημεία όπου η απόδοση του προϊόντος είναι πολύ μικρή λόγω ανεπιθύμητων ισορροπιών. Ένα τυπικό παράδειγμα αποτελεί η απευθείας όξινα-καταλυόμενη εστεροποίηση ενός καρβοξυλικού οξέος με μια αλκοόλη. Λόγω της ισορροπίας που δεν ευνοεί τη δημιουργία του εστέρα, η μετατόπιση της αντίδρασης προς τα δεξιά γίνεται με τη χρήση κάποιου από τα αντιδρώντα σε περίσσεια. Στις περισσότερες περιπτώσεις, η αλκοόλη είναι το λιγότερο ακριβό αντιδραστήριο, και αυτή χρησιμοποιείται σε περίσσεια.



Ένας διαφορετικός τρόπος μετατόπισης της αντίδρασης προς τα δεξιά είναι η συνεχής απομάκρυνση ενός από τα προϊόντα καθώς αυτό δημιουργείται. Στο παράδειγμα της εστεροποίησης, το νερό μπορεί να απομακρύνεται συνεχώς με **αζεοτροπική απόσταξη**. Μια κοινή μέθοδος μεγάλης κλίμακας είναι η χρήση του επιθέματος Dean-Stark που απεικονίζεται στην Εικόνα 4.30. Με αυτή τη τεχνική, ένας αδρανής διαλύτης, βενζόλιο ή τολουόλιο, προστίθεται στο μίγμα της αντίδρασης που βρίσκεται στη σφαιρική φιάλη. Ο πλευρικός σωλήνας του επιθέματος Dean-Stark γεμίζει με αυτό το διαλύτη. Αν βενζόλιο χρησιμοποιηθεί, καθώς το μίγμα της αντίδρασης οδηγείται σε βρασμό, το αζεοτροπικό μίγμα βενζολίου-νερού (b.p. 69.4 °C) αποστάζει από τη φιάλη. Όταν ο ατμός συμπυκνώνεται, εισέρχεται απευθείας στον πλευρικό σωλήνα κάτω από τον ψυκτήρα, και το νερό διαχωρίζεται από το υγροποιηθέν μίγμα βενζολίου-





**Εικόνα 4.30** Διαχωρισμός νερού δε μεγάλη κλίμακα. (α) Επίθεμα Dean-Stark. (β) Αυτοσχέδιος διαχωρισμός νερού

νερού. Καθώς το νερό (κάτω φάση) διαχωρίζεται από το βενζόλιο (πάνω φάση) το υγρό βενζόλιο επαναρρέει πίσω στη φιάλη. Ο κύκλος αυτός συνεχίζει μέχρι να σταματήσει να διαχωρίζεται νερό στον πλευρικό σωλήνα. Μπορείτε να υπολογίσετε τη ποσότητα του νερού που θα δημιουργηθεί και να τη συγκρίνετε με τη ποσότητα του νερού που συλλέγεται στον πλευρικό σωλήνα. Αφού η πυκνότητα του νερού είναι 1.0, ο όγκος του νερού που συλλέγεται μπορεί να συγκριθεί απευθείας με την υπολογισμένη ποσότητα, θεωρώντας 100% απόδοση. Μια αυτοσχέδια διάταξη για την αζεοτροπική απόσταξη μπορεί να στηθεί [Εικόνα 4.30β], χρησιμοποιώντας το γυάλινο εξοπλισμό της θέσης σας. Η βασική διαφορά είναι η πλαγία τοποθέτηση της συσκευής.

Η ικανή και αναγκαία συνθήκη για τη χρήση της αζεοτροπικής απόσταξης για την παρασκευή ενός εστέρα είναι ότι το αζεοτροπικό μίγμα που περιέχει το νερό θα πρέπει να έχει χαμηλότερο σημείο ζέσης από την αλκοόλη που χρησιμοποιείται. Όταν χρησιμοποιείται αιθανόλη, δεν υπάρχει κάποιο πρόβλημα αφού το αζεοτροπικό μίγμα βενζολίου-νερού αποστάζει στους 69.4 °C δηλαδή χαμηλότερα από την αιθανόλη (78.3 °C). Με υψηλότερου σημείου ζέσης αλκοόλες, η αζεοτροπική απόσταξη δουλεύει καλά λόγω της μεγάλης διαφοράς του σημείου ζέσης του αζεοτροπικού μίγματος και της αλκοόλης.

Όταν όμως πρέπει να χρησιμοποιηθεί μεθανόλη (b.p. 65 °C), το σημείο ζέσης του

αζεοτροπικού μίγματος είναι κατά 5 °C υψηλότερο και η μεθανόλη αποστάζει πρώτη. Έτσι, για την εστεροποίηση με μεθανόλη, μια εντελώς διαφορετική προσέγγιση πρέπει να χρησιμοποιηθεί. Για παράδειγμα, θα πρέπει να αναμείξετε το καρβοξυλικό οξύ, τη μεθανόλη, τον όξινο καταλύτη, και 1,2-διχλωροαιθάνιο σε μια διάταξη βρασμού, χωρίς τη χρήση διαχωριστή νερού. Κατά τη διάρκεια της αντίδρασης, το νερό διαχωρίζεται από το 1,2-διχλωροαιθάνιο, αφού δεν αναμιγνύονται; τα υπόλοιπα συστατικά είναι διαλυτά και η αντίδραση συνεχίζει. Η ισορροπία μετατοπίζεται προς τα δεξιά, αφού το νερό απομακρύνεται από το μίγμα της αντίδρασης.

### 3.9 Απόσταξη με υδρατμούς.

Η απλή απόσταξη, η απόσταξη υπο κενό, και η κλασματική απόσταξη εφαρμόζονται σε εντελώς αναμιγνυόμενα μίγματα υγρών ενώσεων. Αν τα συστατικά του μίγματος δεν αναμιγνύονται εντελώς μεταξύ τους, μπορούν επίσης να αποσταχθούν αλλά με εντελώς διαφορετικό αποτέλεσμα. Ένα μίγμα μη αναμιγνυομένων υγρών θα βράσει σε χαμηλότερη θερμοκρασία από τα αντίστοιχα σημεία ζέσης των καθαρών συστατικών του μίγματος. Όταν ατμός χρησιμοποιείται ως η μια μη-αναμιγνυόμενη φάση, τότε η διαδικασία αποτελεί την *απόσταξη με υδρατμούς*. Το πλεονέκτημα αυτής της μεθόδου είναι ότι η επιθυμητή ένωση αποστάζει σε θερμοκρασία χαμηλότερη από τους 100 °C. Έτσι, πολλές φορές ασταθή ή υψηλού σημείου ζέσης ενώσεις απομακρύνονται από ένα μίγμα, χωρίς αποσύνθεση. Επειδή όλα τα αέρια αναμιγνύονται, οι δύο ενώσεις μπορούν να αναμειχθούν στον ατμό και να αποστάξουν μαζί. Όταν το απόσταγμα ψύχεται, η επιθυμητή ένωση που δεν αναμιγνύεται με το νερό, διαχωρίζεται. Η απόσταξη με υδρατμούς χρησιμοποιείται ευρύτατα στην απομόνωση υγρών ενώσεων από φυσικές πηγές.

Δύο υγρές ενώσεις που αναμιγνύονται μεταξύ τους, και δεν αλληλεπιδρούν μεταξύ τους, σχηματίζουν ένα ιδανικό διάλυμα που ακολουθεί το νόμο Raoult

$$P_{\text{ολική}} = P^{\circ}_A N_A + P^{\circ}_B N_B$$

Η τάση των ατμών του μίγματος δεν ισούται με το άθροισμα των τάσεων ατμών  $P^{\circ}_A$ ,  $P^{\circ}_B$  των καθαρών συστατικών αλλά μειώνεται κατά το αντίστοιχο γραμμομοριακό κλάσμα  $N_A$  και  $N_B$ . Έτσι, η σύσταση του ατμού θα εξαρτάται και από τις δύο τάσεις ατμών αλλά και το μοριακό κλάσμα του κάθε συστατικού.

Αντίθετα, για δύο μη-αναμιγνυόμενα υγρά (ετερογενές μίγμα), το κάθε ένα έχει τη δική του τάση ατμών ανεξάρτητα του άλλου.

$$P_{\text{ολική}} = P^{\circ}_A + P^{\circ}_B$$

Απλά προσθέτετε τις τάσεις ατμών του καθενός συστατικού σε μια θερμοκρασία και έτσι έχετε τη τάση των ατμών του μίγματος. Όταν η ολική τάση ατμών ισούται με 760 mm Hg, το μίγμα βράζει. Η σύσταση του ατμού του μίγματος εξαρτάται από τις τάσεις ατμών των δύο συστατικών

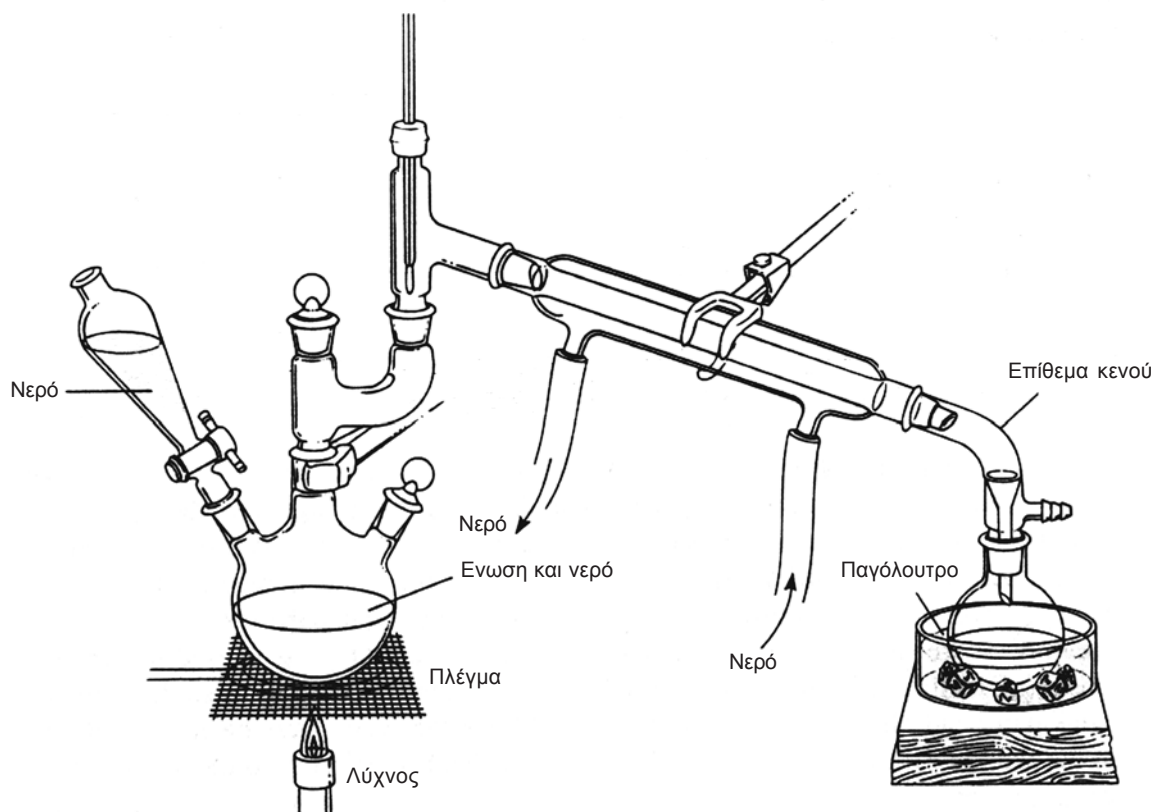
που αποστάζουν.

$$\frac{\text{mol A}}{\text{mol B}} = \frac{P_A^\circ}{P_B^\circ}$$

Ενα μίγμα δύο υγρών ενώσεων που δεν αναμιγνύονται μεταξύ τους βράζει σε χαμηλότερη θερμοκρασία από τα σημεία ζέσης του καθενός συστατικού. Η τάση των ατμών του μίγματος είναι μεγαλύτερη από ότι ο νόμος Raoult προβλέπει, και αυτό έχει σαν συνέπεια το χαμηλότερο σημείο ζέσης. Με άλλα λόγια, μπορείτε να θεωρήσετε την απόσταξη με υδρατμούς σαν μια ειδική περίπτωση αζεοτροπικής απόσταξης στην οποία η ένωση είναι εντελώς αδιάλυτη στο νερό.

Η σύσταση του αποστάγματος παραμένει σταθερή κατά τη διάρκεια μιας απόσταξης με υδρατμούς, όπως επίσης και το σημείο ζέσης του μίγματος. Το σημείο ζέσης μιγμάτων που αποστάζουν με υδρατμούς είναι χαμηλότερο από το σημείο ζέσης του νερού (100 °C), όπως επίσης και από το σημείο ζέσης του άλλου συστατικού που αποστάζει. Όσο μεγαλύτερο είναι αυτό το σημείο ζέσης, τόσο το σημείο ζέσης του μίγματος θα προσεγγίζει τους 100 °C, αλλά δεν θα τους υπερβαίνει. Αυτή είναι μια σχετικά χαμηλή θερμοκρασία, και έτσι αποφεύγεται η αποσύνθεση που μπορεί να λάβει χώρα σε υψηλότερες θερμοκρασίας με μια απλή απόσταξη.

**Μέθοδοι απόσταξης με υδρατμούς.** Δύο είναι οι γενικοί μέθοδοι απόσταξης με υδρατμούς: η απευθείας μέθοδος και η μέθοδος χρήσης ατμού. Στη πρώτη μέθοδο, ο ατμός δημιουργείται *in situ* με τη θέρμανση μιας φιάλης απόσταξης που περιέχει την ένωση και νερό. Στη δεύτερη μέθοδο, ο ατμός δημιουργείται και διοχεύεται στη φιάλη απόσταξης.



**Εικόνα 4.31** Διάταξη απόσταξης με υδρατμούς κανονικής κλίμακας

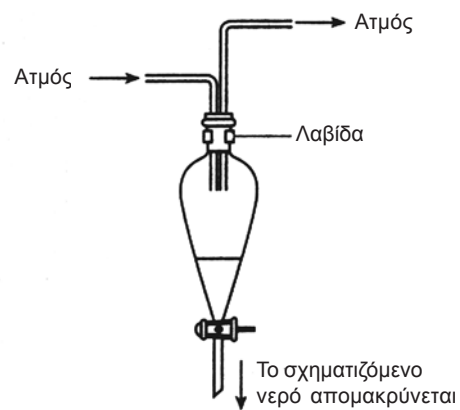
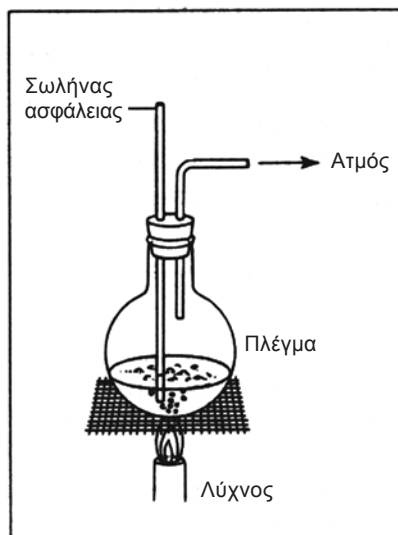
**Απόσταξη με υδρατμούς-Απευθείας μέθοδος.** Στην Εικόνα 4.31 απεικονίζεται μια διάταξη για απόσταξη με υδρατμούς μεγάλης κλίμακας. Αν και μανδύας θέρμανσης μπορεί να χρησιμοποιηθεί είναι προτιμότερη η χρήση λύχνου Bunsen γιατί ένας μεγάλος όγκος νερού πρέπει να θερμανθεί γρήγορα. Μια πέτρα βρασμού πρέπει να τοποθετηθεί ώστε να αποφευχθούν οι ισχυρές εκτινάξεις υλικού. Το διαχωριστικό χωνί χρησιμεύει στη προσθήκη νερού κατά τη διάρκεια της απόσταξης.

Το απόσταγμα συλλέγεται όσο βγαίνει θολό ή γαλακτώδες. Η ύπαρξη θολότητας υποδηλώνει ότι ένα μίγμα δύο μη-αναμιγνυομένων υγρών διαχωρίζεται. Όταν το απόσταγμα βγαίνει διαφανές, είναι μια ένδειξη ότι αποστάζει πλέον καθαρό νερό. Αλλά, υπάρχουν αποστάξεις με υδρατμούς όπου το απόσταγμα δεν θολώνει, αν και η ένωση συναποστάζει με το νερό. Γιαυτό θα πρέπει να παρατηρείτε προσεκτικά, και να είσαστε σίγουροι ότι έχετε συλλέξει αρκετή ποσότητα αποστάγματος ώστε όλη η ένωση σας να έχει συναποστάξει.

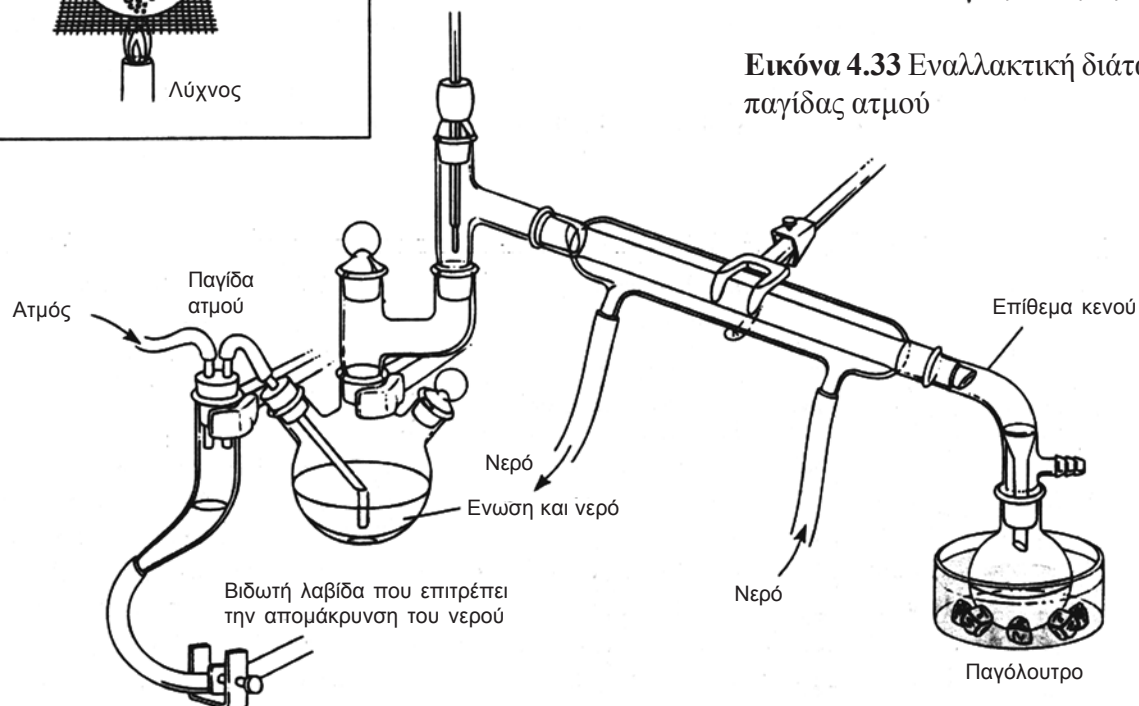
**Απόσταξη με υδρατμούς-Μέθοδος χρήσης ατμού.** Στην Εικόνα 4.32 απεικονίζεται μια διάταξη απόσταξης με υδρατμούς με χρήση υδρατμών. Αν γραμμή ατμού είναι διαθέσιμη στο εργαστήριο, τότε συνδέεται απευθείας στη παγίδα ατμού. Αν δεν υπάρχει γραμμή ατμού, τότε μια εξωτερική πηγή ατμού μπορεί να δημιουργηθεί. Η εξωτερική πηγή ατμού συνήθως απαιτεί τη χρήση φλόγας για τη δημιουργία ατμού σε ταχύτητα αποτελεσματική για απόσταξη με υδρατμούς. Όταν η απόσταξη ξεκινά, η βιδωτή λαβίδα στη βάση της παγίδας ατμού πρέπει να είναι ανοικτή. Οι γραμμές ατμού αρχικά έχουν μεγάλες ποσότητες νερού μέχρι να θερμανθούν καλά. Όταν οι γραμμές ατμού θερμανθούν και σταματήσει η υγροποίηση του ατμού, τότε η βιδωτή λαβίδα μπορεί να κλείσει. Περιοδικά, η βιδωτή λαβίδα πρέπει να ανοίγει ώστε να απομακρύνεται ο υγροποιημένος ατμός. Σε αυτή τη μέθοδο, ο ατμός αναδεύει το μίγμα καθώς εισέρχεται από το κάτω μέρος της φιάλης, και έτσι ένα μαγνητάκι ή πέτρα βρασμού δεν είναι απαραίτητη. Μια εναλλακτική διάταξη παγίδας ατμού, με χρήση διαχωριστικής χοάνης, απεικονίζεται στην Εικόνα 4.33.

**ΠΡΟΣΟΧΗ:** Ο θερμός ατμός μπορεί να προκαλέσει σοβαρά εγκαύματα

Μερικές φορές είναι χρήσιμο να θερμάνουμε την τρίλαιμη φιάλη απόσταξης με ένα μανδύα ή φλόγα ώστε να αποφευχθεί η εκτεταμένη υγροποίηση ατμού σε αυτό το σημείο. Ο ατμός πρέπει να εισάγεται με γρήγορη ροή ώστε να βλέπετε τη συμπύκνωση του αποστάγματος ως ένα γαλακτώδες άσπρο υγρό στο ψυκτήρα. Όταν το απόσταγμα γίνεται διαφανές τότε πλησιάζει το τέλος της απόσταξης. Ένα παγόλουτρο μπορεί να χρησιμοποιηθεί ώστε να ψύχει το απόσταγμα, αν αυτό είναι επιθυμητό. Όταν η απόσταξη πρόκειται να σταματήσει, η βιδωτή λαβίδα της παγίδας ατμού πρέπει να ανοίξει, και ο σωλήνας ατμού πρέπει να απομακρυνθεί από την τρίλαιμη φιάλη. Αν δεν γίνει αυτό θα υπάρξει αναρρόφηση υγρού στη πηγή του ατμού.



**Εικόνα 4.33** Εναλλακτική διάταξη παγίδας ατμού



**Εικόνα 4.32** Διάταξη απόσταξης με υδρατμούς με χρήση ατμού



---

## BIBΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. *Elements of Fractional Distillation* C.S. Robinson, C.S.; Gilliland, E.R. 4th ed. Series in Chemical Engineering. McGraw-Hill, New York, 1950.
2. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry* Vogel, A.I.; Furniss, B.S.; Hannaford, A.J.; Smith, P.W.G.; Tatchell, A.R. 5th ed. Longman, Harlow, UK. 1989.
3. Micro and Semimicro Methods Cheronis, N.D. in *Technique of Organic Chemistry, Vol. VI*. Weissberger, A. (ed.) Interscience, New York, 1954.
4. Determination of Boiling and Condensation Temperatures, Swietoslowski, W Anderson, J.R. in *Technique of Organic Chemistry, Vol. I, Part I*. Weissberger, A (ed.) Interscience, New York, 1960.
5. Azeotropic Data. Dow Chemical Co. *Advances in Chemistry Series VI* American Chemical Society. Washington, D.C., 1952.
6. *Experimental Organic Chemistry*, Palleros, D. R. John Wiley & Sons, New York , 2000.
7. *Experimental Organic Chemistry Standard and Microscale*, Harwood, L. M.; Moody, C.J.; Percy, J.M. 2nd ed. Blackwell Science, Oxford, UK, 1999.
8. *Organic Laboratory Techniques*, Pavia, D.L.; Lampman, G.M.; Kriz, G.S.; Engel, R.G. Saunders Orlando, 1998.

---

## ΑΣΚΗΣΕΙΣ

### Πρόβλημα 1

Χρησιμοποιώντας τους παράγοντες μετατροπής που απεικονίζονται παρακάτω να ολοκληρώσετε τον Πίνακα.

atm	mmHg	Torr	psi	pascal
1	760	760	14.6960	$1.01325 \cdot 10^5$
0.592				
		$10^{-4}$		

### Πρόβλημα 2

Ο Francisco Jose de Caldas (1768-1816), ένας κολομβιανός επιστήμονας που αγωνίστηκε και σκοτώθηκε στους πολέμους της Νότιας Αμερικανικής ανεξαρτησίας, έζησε στο χωριό Poroyan των Ανδεων σε 1760 μ (5774 FT) υψόμετρο επάνω από τη στάθμη της θάλασσας. Περίπου το 1802 ανακάλυψε ότι το σημείο βρασμού των υγρών μειώνεται με την αύξηση του υψόμετρου. Σε μια από τις επιστημονικές αποστολές του, το θερμόμετρό του έσπασε και αφότου το επισκεύασε, παρατήρησε ότι το σημείο βρασμού του νερού στην χωριό του ήταν 94.6 °C. Η ακόλουθη εξίσωση (για την παραγωγή της, βλέπε P. Ferreira, *J. Chem. Ed.*,

1993, 70, 493) αφορούν το ύψος μιας θέσης (h, σε μέτρα) με το σημείο ζέσης του ύδατος (t, σε βαθμούς °C)

$$h = 1.410^5 \frac{100-t}{273+t}$$

Πόσο λάθος έδειχνε το θερμόμετρο του Caldas?

### Πρόβλημα 3

Η τάση ατμών (P) της καθαρής ένωσης A ως συνάρτηση της θερμοκρασίας (T) δίνεται στον παρακάτω πίνακα.

T (°C)	P (mm Hg)	T (°C)	P (mm Hg)
70	15	140	490
80	45	150	615
90	90	160	740
100	140	170	860
110	205	180	1000
120	285	190	1200
130	395		

(α) Να κατασκευάσετε το διάγραμμα τάσης ατμών ως συνάρτηση της θερμοκρασίας.

(β) Ποιό είναι το κανονικό σημείο ζέσης της ένωσης A?

(γ) Αν θα θέλατε να αποστάξετε 100 g της ένωσης A σε ελαττωμένη πίεση, ποιό θα είναι το σημείο ζέσης σε πίεση i) 600 mm Hg; ii) 0.592 atm; iii) 200 Torr.

### Πρόβλημα 4

Ο πίνακας που απεικονίζεται παρακάτω δείχνει τη σύσταση (% μάζα) σε ισορροπία για την υγρή και αέριο φάση του μίγματος των ενώσεων A και B στις αναγραφόμενες τιμές θερμοκρασίας:

Temperature (°C)	% A in vapor	% A in liquid
70	100	100
75	97	79
80	93	65
85	85	55
90	77	45
95	69	37
100	60	28
105	50	20
110	40	12
115	25	6
120	0	0

(α) Να κατασκευάσετε το διάγραμμα αέριας-υγρής φάσης για αυτό το σύστημα.

(β) Ένα μίγμα που αποτελείται από 30 g της ένωσης A και 70 g της ένωσης B αποστάζεται χρησιμοποιώντας μια διάταξη απλής απόσταξης. Σε ποιά θερμοκρασία θα εμφανιστεί η πρώτη σταγόνα αποστάγματος.

(γ) Ένα μίγμα που αποτελείται από 50 g της ένωσης A και 50 g της ένωσης B αποστάζεται χρησιμοποιώντας μια πολύ αποτελεσματική αποστακτική στήλη. Να κατασκευάσετε την καμπύλη απόσταξης (θερμοκρασία σε συνάρτηση με mL αποστάγματος) γνωρίζοντας ότι οι πυκνότητες των A και B είναι 1.05 g/mL και 0.96 g/mL, αντίστοιχα.

## Πρόβλημα 5

Ένα ιδανικό μίγμα δύο υγρών A (σημείο ζέσης 110 °C) και B (σημείο ζέσης 150 °C) διαχωρίζεται με τη χρησιμοποίηση μια ιδανικής αποστακτικής στήλης.

(α) Να κατασκευάσετε ένα σχηματικό διάγραμμα φάσης\* (θερμοκρασία έναντι % σύστασης) για αυτό το μίγμα.

(β) Να κατασκευάσετε την καμπύλη απόσταξης για ένα μίγμα που περιείχε αρχικά 70 mL A και 50 mL B.

\* Η πραγματική μορφή των καμπυλών υγρού και ατμού (που πρέπει να καθοριστούν πειραματικά) είναι ασήμαντη για αυτό το πρόβλημα.

## Πρόβλημα 6

Τα μίγματα μυρμηκικού οξίνος-διοξάνιου παρουσιάζουν μέγιστο αζεοτροπικό σημείο βρασμού στους 113.4 °C με την ακόλουθη σύνθεση (% μάζα): μυρμηκικό οξύ: 43% διοξάνιο: 57%. Τα σημεία βρασμού του μυρμηκικού οξέος και διοξάνιου είναι 100.8 °C και 101.4 °C, αντίστοιχα.

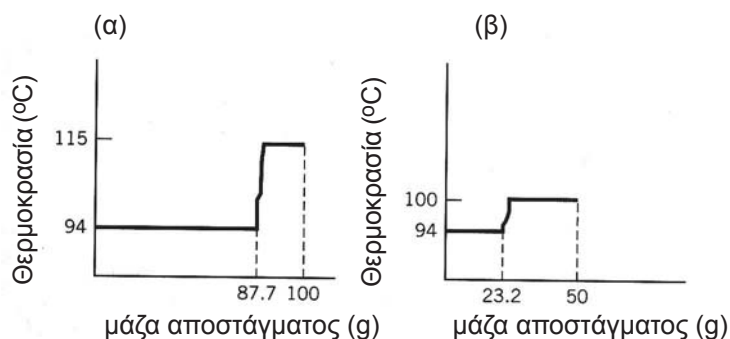
(α) Κατασκευάστε ένα σχηματικό διάγραμμα φάσης\* για το σύστημα.

(β) Περιγράψτε τη συμπεριφορά στην απόσταξη 1000 g ενός 20% διαλύματος μυρμηκικού οξέος σε διοξάνιο χρησιμοποιώντας μια πολύ αποτελεσματική αποστακτική στήλη. Να κατασκευάσετε την καμπύλη απόσταξης (θερμοκρασία έναντι μάζας αποστάγματος) και να υπολογίσετε πόσα γραμμάρια καθαρού μυρμηκικού οξέος, διοξάνιου, και αζεοτροπικού μίγματος θα λάβετε?

\* Η πραγματική μορφή των καμπυλών υγρού και ατμού (που πρέπει να καθοριστούν πειραματικά) είναι ασήμαντη για αυτό το πρόβλημα.

## Πρόβλημα 7

Όταν ένα μίγμα πυριδίνης (50 g) και νερού (50 g) αποστάζεται χρησιμοποιώντας μια πολύ αποτελεσματική αποστακτική στήλη, η καμπύλη (α) που απεικονίζεται παρακάτω λαμβάνεται. Όταν χρησιμοποιείται ένα άλλο μίγμα πυριδίνη (40 g) και νερού (10 g) και η ίδια στήλη χρησιμοποιείται, η καμπύλη (β) λαμβάνεται



Να κατασκευάσετε το σχηματικό διάγραμμα φάσης\* αυτού του μίγματος. Να δείξετε τα σχετικά σημεία ζέσης και τις συστάσεις αυτών των μιγμάτων

\* Η πραγματική μορφή των καμπυλών υγρού και ατμού (που πρέπει να καθοριστούν πειραματικά) είναι ασήμαντη για αυτό το πρόβλημα.

## Πρόβλημα 8

Στα γενέθλια της Εσθήρ, ο Synton θέλει να την εκπλήξει με κάποιο σπιτικό άρωμα λεβάντας που θα της υπενθύμιζε την Προβηγκία, το έδαφος των παππούδων και γιαγιάδων της ένα τόπο που επιθυμούσε να επισκεφτεί κάποια μέρα. Συλλέγει 500 g λεβάντας από τον κήπο του και εκτελεί μια συναπόσταξη με νερό. Ενα από τα κύρια συστατικά του ελαίου λεβάντας είναι το λιναλικό οξύ ( $M_M 196 \text{ g/mol}$ ), το οποίο έχει τάση ατμού περίπου 20 mm Hg στο σημείο βρασμού του μίγματος με το νερό. Ποιά θα ήταν η σύσταση του αποστάγματος;



# ΠΕΙΡΑΜΑ 3

## Απόσταξη

Σε αυτό το πείραμα με τη χρήση της απόσταξης θα

- καθαρίσουμε μια υγρή ένωση απο τις ακαθαρσίες με απλή απόσταξη
- διαχωρίσουμε μίγμα οξικού αιθυλεστέρα-τολουολίου με κλασματική απόσταξη
- καθαρίσουμε μια υγρή ένωση με απόσταξη με υδρατμούς

### A Απλή απόσταξη ως μέθοδος καθαρισμού

Αρχικά σας δίνεται ένα άγνωστο υγρό (Πίνακας 4.2) το οποίο περιέχει ακαθαρσίες. Οι ακαθαρσίες μπορεί να είναι άχρωμες. Θα πρέπει να αποστάξετε την άγνωστη ένωση με μια συσκευή απλής απόσταξης σε κανονική πίεση. Σημειώστε τις τυχόν παρατηρήσεις σας στο εργαστηριακό τετράδιο. Ταυτοποιήστε την

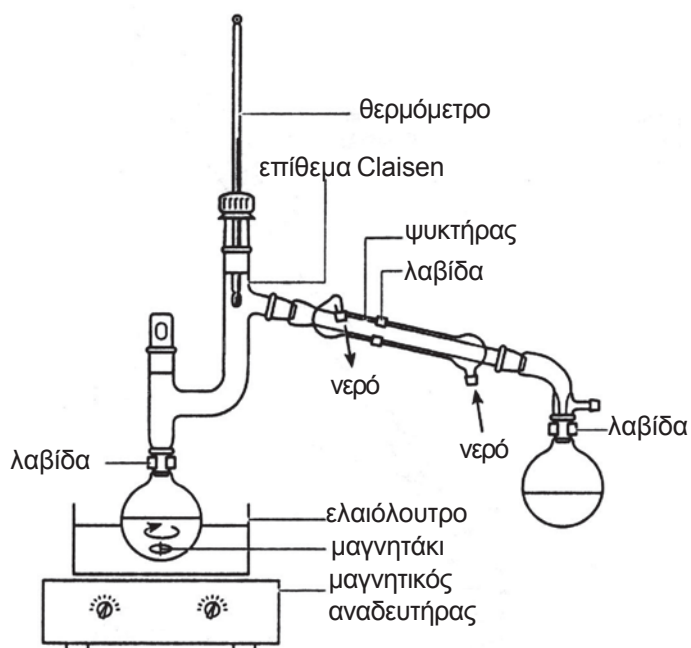
**Πίνακας 4.2.** Πιθανές ενώσεις για καθαρισμό με τη μέθοδο της απλής απόσταξης.

Ένωση	Σημείο ζέσης	Δείκτης διάθλασης
Οξικός αιθυλεστέρας	76-77	1.3723
Αιθανόλη	79-81	1.3621
Κυκλοεξάνιο	80-81	1.4266
Τολουόλιο	110-111	1.4969
ι-Βουτανόλη	116-118	1.4000
Οξικό οξύ	116-118	1.3718
Κυκλοεξαμίνη	133-135	1.4585
Ορθοφορμικός τριαιθυλεστέρας	144-146	1.3910
Διμεθυλοφορμαμίδιο	152-154	1.4300
Κυκλοεξανόνη	154-156	1.4507
Φουρφουράλη	161-163	1.5261
Βενζαλδεύδη	178-180	1.5460
Ανιλίνη	183-185	1.5863
Διμεθυλοσουλφοξείδιο	188-190	1.4795
N,N-Διμεθυλανιλίνη	193-195	1.5608
Μαλονικός διαιθυλεστέρας	198-200	1.4139
1-Φαινυλοαιθανόνη	201-203	1.5339
Βενζυλική αλκοόλη	204-206	1.5403
4-Μεθοξυβενζαλδεύδη	247-249	1.5736



άγνωστη ένωση με τη βοήθεια του σημείου ζέσης, του δείκτη διάθλασης ή και του φάσματος υπερύθρου.

**Διαδικασία:** Σε μια σφαιρική φιάλη, την οποία έχετε ζυγίσει, θα τοποθετήσετε την ακάθαρτη υγρή ένωση που θα σας δωθεί (περίπου 50 mL). Πριν τοποθετηθεί η φιάλη στη διάταξη, θα πρέπει να την ζυγίσετε ώστε να γνωρίζετε το βάρος της ακάθαρτης υγρής ένωσης. Η απλή απόσταξη αυτής της ένωσης γίνεται με τη βοήθεια της διάταξης που απεικονίζεται στην Εικόνα 4.34.



**Εικόνα 4.34** Διάταξη απλής απόσταξης

Η σφαιρική φιάλη απόσταξης πρέπει να γεμίζει μέχρι τα 2/3 του όγκου της. Μετά την τοποθέτηση της υγρής ένωσης στη φιάλη προσθέτουμε είτε πέτρες βρασμού είτε το μαγνητάκι που βρίσκεται στην εργαστηριακή σας θέση. Αυτό γίνεται για να αποφύγουμε τις απότομες εκτινάξεις της υγρής ένωσης κατά τη διάρκεια της απόσταξης.

Το *επίθεμα Claisen* χρησιμεύει για τη σύνδεση της φιάλης απόσταξης με το ψυκτήρα, όπου υγρο-ποιούνται οι ατμοί της ένωσης. Το επίθεμα Claisen φέρει και άλλα δύο εσφυρίσματα, το ένα κλείνεται με πώμα (χρησιμεύει για την προσθήκη νέας ποσότητας υγρής ένωσης); στο δεύτερο τοποθετείται το θερμόμετρο.

Το *εσφυρισμένο θερμόμετρο* χρησιμεύει για την ανάγνωση

### ΑΣΦΑΛΕΙΑ

- Για να αποφύγετε τα προβλήματα ποτέ μην γεμίζετε τη φιάλη απόσταξης με περισσότερο από τα 2/3 του συνολικού της όγκου.
- Πάντοτε να αφήνεται ένα υπόλειμμα στη φιάλη απόσταξης πριν το τέλος; ποτέ μια απόσταξη δεν γίνεται μέχρι ξηρού.
- Ποτέ μην προσθέτετε πέτρες βρασμού σε θερμό διάλυμα.
- Ποτέ μην αποσυναρμολογείται μια συσκευή απόσταξης που είναι ακόμη ζεστή.

- Το επίθεμα απόσταξης υπακούει το νόμο του Νεύτωνα, πέφτει και σπάει όταν δεν στερεώνεται.
- Τα θερμόμετρα είναι πολύ ευαίσθητα. Ο υδράργυρος είναι ένα τοξικό μέταλλο και η διαρροή υδραργύρου είναι πολύ δύσκολο να καθαριστεί. Ποτέ μην ψύχετε ένα θερμόμετρο τοποθετώντας σε πάγο ή κρύο νερό; μπορεί να σπάσει. Ποτέ μην αναταράσσετε ένα θερμόμετρο.

της θερμοκρασίας βρασμού.

Ο ψυκτήρας χρησιμοποιείται για την υγροποίηση των ατμών, και τη διοχέτευση του αποσταχθέντος υγρού, διαμέσου του συνδέσμου συλλογής αποστάγματος στη φιάλη αποστάγματος.

**Η σύνδεση ψυκτήρα-επιθέματος Claisen είναι η πλέον επιρρεπής σε διαροές**, μπορεί να σταθεροποιηθεί με χρήση συνδέσμου Keck ή λάστιχου. Ο ψυκτήρας θα παραμείνει γεμάτος με ψυχρό νερό μόνο όταν η κίνηση του νερού είναι **απο κάτω προς τα πάνω**.

Ο **σύνδεσμος συλλογής αποστάγματος ή επιθέματος κενού** χρησιμεύει σε μια απλή απόσταξη σαν όργανο επαφής με τον εξωτερικό αέρα ώστε να μην αυξηθεί η εσωτερική πίεση του συστήματος. **Το υπάρχον άνοιγμα δεν κλείνεται ποτέ**; σε περίπτωση απόσταξης μιας υγροσκοπικής ένωσης προσαρμόζεται σωλήνας  $\text{CaCl}_2$ , ενώ στην απόσταξη κενού συνδέεται με την πηγή κενού διαμέσου της παγίδας.

Η **φιάλη αποστάγματος ή υποδοχής** είναι συνήθως μια σφαιρική φιάλη της οποίας το μέγεθος εξαρτάται απο τον όγκο του αποσταγματος (πριν συναρμολογηθεί στη συσκευή, την έχετε ζυγίσει). Όταν αποστάζεται μια πτητική υγρή ένωση, η φιάλη υποδοχής ψύχεται σε παγόλουτρο.

Στις περισσότερες περιπτώσεις δεν είναι απαραίτητο να αλείφεται τα διάφορα εσφυρίσματα με βαζελίνη. Θα πρέπει όμως να έχετε φροντίσει τα εσφυρίσματα των διαφόρων γυαλίνων μερών της συσκευής να είναι καθαρά. Όταν η ένωση που αποστάζει είναι καθαρή, το σημείο ζέσης παραμένει σταθερό (περιοχή 1-2 °C). Κατά τη συλλογή του αποστάγματος (αρχή-τέλος) θα πρέπει να μετράται επίσης τη θερμοκρασία του ελαιόλουτρου.

Οι διάφορες παρατηρήσεις σημειώνονται και καταγράφονται στο εργαστηριακό τετράδιο. Μετά το τέλος της απόσταξης, η συσκευή αποσυναρμολογείται.

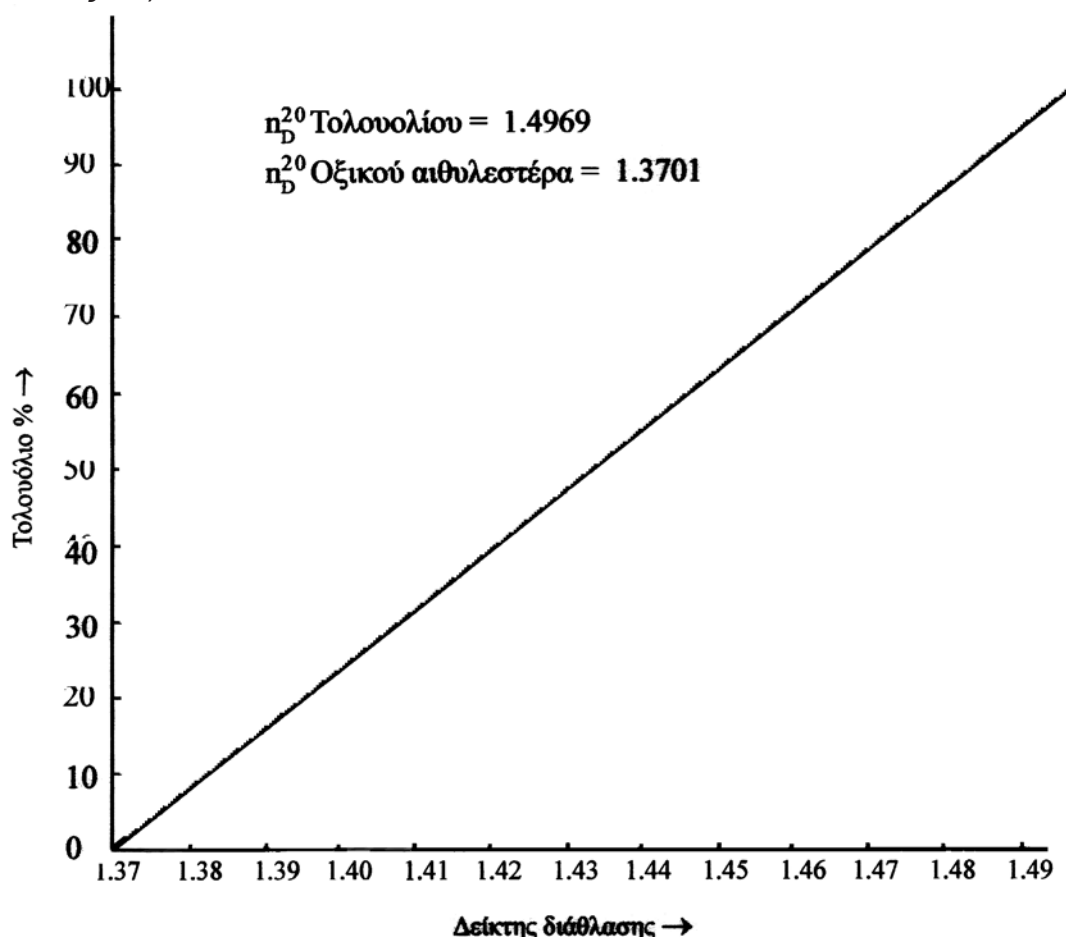
- Η σφαιρική φιάλη απόσταξης ζυγίζεται εκ νέου ώστε να μπορούμε να υπολογίσουμε την ποσότητα της υγρής ένωσης που απόσταξε καθώς και το βάρος του υπολείματος της απόσταξης.
- Οι διάφορες φιάλες που περιέχουν τα αποστάγματα

ζυγίζονται, ώστε να γνωρίζουμε το βάρος της υγρής ένωσης, προσδιορίζεται ο δείκτης διάθλασης και λαμβάνεται το φάσμα IR του αποστάγματος.

Εφόσον έχετε εκτελέσει σωστά το πείραμα, θα πρέπει να έχετε ένα μόνο απόσταγμα με την καθαρή ένωση. Στο σημείο αυτό μπορείτε να καθαρίσετε τις φιάλες, οι υγρές ενώσεις απορρίπτονται στα κατάλληλα δοχεία συλλογής.

## B Κλασματική απόσταξη

Στο εργαστήριο θα σας δωθεί ένα μίγμα οξικού αιθυλεστέρα-τολουολίου το οποίο πρέπει να διαχωρίσετε με κλασματική απόσταξη. Τη σύσταση του μίγματος μπορεί κανείς να την προσδιορίσει με το δείκτη διάθλασης (Εικόνα 4.35 ή Πίνακας 4.3).



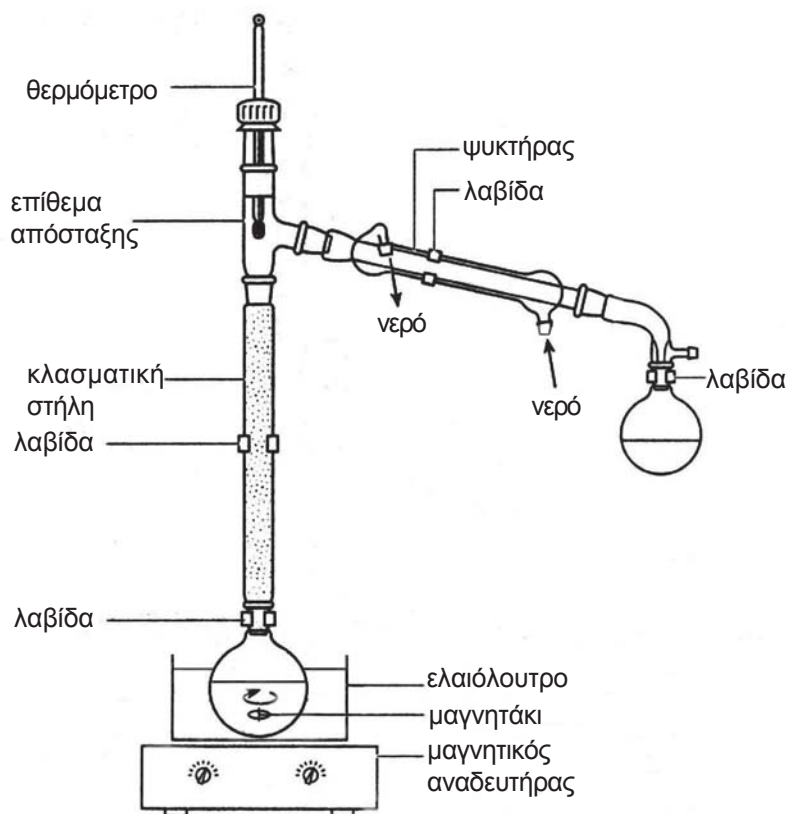
Εικόνα 4.35. Διάγραμμα σχέσης δείκτη διάθλασης-περιεκτικότητας (%) τολουολίου

Δεν είναι πάντοτε τόσο απλή η εύρεση της σύστασης του μίγματος με το δείκτη διάθλασης. Τις περισσότερες φορές χρησιμοποιούμε κάποια άλλη μέθοδο ανάλυσης, π.χ. αέριο χρωματογραφία.

**Πίνακας 4.2** Σχέση δείκτη διάθλασης-περιεκτικότητας (%) τολουολίου

Δείκτης Διάθλασης	Περιεκτικότητα % Τολουόλιο	Δείκτης Διάθλασης	Περιεκτικότητα % Τολουόλιο
<b>1.3701-1.3711</b> .....	<b>0</b>	1.4337-1.4348.....	<b>51</b>
1.3712-1.3722.....	<b>1</b>	1.4349-1.4360.....	<b>52</b>
1.3723-1.3733.....	<b>2</b>	1.4361-1.4373.....	<b>53</b>
1.3734-1.3744.....	<b>3</b>	1.4374-1.4386.....	<b>54</b>
1.3745-1.3755.....	<b>4</b>	1.4387-1.4400.....	<b>55</b>
1.3756-1.3766.....	<b>5</b>		
1.3767-1.3777.....	<b>6</b>	<b>1.4401-1.4412</b> .....	<b>56</b>
1.3778-1.3788.....	<b>7</b>	1.4413-1.4424.....	<b>57</b>
1.3789-1.3800.....	<b>8</b>	1.4425-1.4436.....	<b>58</b>
		1.4437-1.4448.....	<b>59</b>
<b>1.3801-1.3812</b> .....	<b>9</b>	1.4449-1.4460.....	<b>60</b>
1.3813-1.3824.....	<b>10</b>	1.4461-1.4473.....	<b>61</b>
1.3825-1.3836.....	<b>11</b>	1.4474-1.4486.....	<b>62</b>
1.3837-1.3848.....	<b>12</b>	1.4487-1.4500.....	<b>63</b>
1.3849-1.3860.....	<b>13</b>		
1.3861-1.3873.....	<b>14</b>	<b>1.4501-1.4512</b> .....	<b>64</b>
1.3874-1.3886.....	<b>15</b>	1.4513-1.4524.....	<b>65</b>
1.3887-1.3900.....	<b>16</b>	1.4525-1.4536.....	<b>66</b>
		1.4537-1.4548.....	<b>67</b>
<b>1.3901-1.3912</b> .....	<b>17</b>	1.4549-1.4560.....	<b>68</b>
1.3913-1.3924.....	<b>18</b>	1.4561-1.4573.....	<b>69</b>
1.3925-1.3936.....	<b>19</b>	1.4574-1.4586.....	<b>70</b>
1.3937-1.3948.....	<b>20</b>	1.4587-1.4600.....	<b>71</b>
1.3949-1.3960.....	<b>21</b>		
1.3961-1.3973.....	<b>22</b>	<b>1.4601-1.4612</b> .....	<b>72</b>
1.3974-1.3986.....	<b>23</b>	1.4613-1.4624.....	<b>73</b>
1.3987-1.4000.....	<b>24</b>	1.4625-1.4636.....	<b>74</b>
		1.4637-1.4648.....	<b>75</b>
<b>1.4001-1.4014</b> .....	<b>25</b>	1.4649-1.4660.....	<b>76</b>
1.4015-1.4028.....	<b>26</b>	1.4661-1.4673.....	<b>77</b>
1.4029-1.4042.....	<b>27</b>	1.4674-1.4686.....	<b>78</b>
1.4043-1.4056.....	<b>28</b>	1.4687-1.4700.....	<b>79</b>
1.4057-1.4070.....	<b>29</b>		
1.4071-1.4085.....	<b>30</b>	<b>1.4701-1.4714</b> .....	<b>80</b>
1.4086-1.4100.....	<b>31</b>	1.4715-1.4728.....	<b>81</b>
		1.4729-1.4742.....	<b>82</b>
<b>1.4101-1.4112</b> .....	<b>32</b>	1.4743-1.4756.....	<b>83</b>
1.4113-1.4124.....	<b>33</b>	1.4757-1.4770.....	<b>84</b>
1.4125-1.4136.....	<b>34</b>	1.4771-1.4785.....	<b>85</b>
1.4137-1.4148.....	<b>35</b>	1.4786-1.4800.....	<b>86</b>
1.4149-1.4160.....	<b>36</b>		
1.4161-1.4173.....	<b>37</b>	<b>1.4801-1.4814</b> .....	<b>87</b>
1.4174-1.4186.....	<b>38</b>	1.4815-1.4828.....	<b>88</b>
1.4187-1.4200.....	<b>39</b>	1.4829-1.4842.....	<b>89</b>
		1.4843-1.4856.....	<b>90</b>
<b>1.4201-1.4212</b> .....	<b>40</b>	1.4857-1.4870.....	<b>91</b>
1.4213-1.4224.....	<b>41</b>	1.4871-1.4885.....	<b>92</b>
1.4225-1.4236.....	<b>42</b>	1.4886-1.4900.....	<b>93</b>
1.4237-1.4248.....	<b>43</b>		
1.4249-1.4260.....	<b>44</b>	<b>1.4901-1.4910</b> .....	<b>94</b>
1.4261-1.4273.....	<b>45</b>	1.4911-1.4920.....	<b>95</b>
1.4274-1.4286.....	<b>46</b>	1.4921-1.4930.....	<b>96</b>
1.4287-1.4300.....	<b>47</b>	1.4931-1.4940.....	<b>97</b>
		1.4941-1.4950.....	<b>98</b>
<b>1.4301-1.4312</b> .....	<b>48</b>	1.4951-1.4960.....	<b>99</b>
1.4313-1.4324.....	<b>49</b>	1.4961-1.4969.....	<b>100</b>
1.4325-1.4336.....	<b>50</b>		

**Διαδικασία:** Σε μια σφαιρική φιάλη, την οποία έχετε ζυγίσει θα τοποθετήσετε το μίγμα οξικού αιθυλεστέρα-τολουολίου (50 mL), η σύσταση του οποίου θα σας δωθεί. Πριν τοποθετηθεί στη διάταξη, θα πρέπει να την ζυγίσετε πάλι ώστε να γνωρίζετε το βάρος του μίγματος που θα πρέπει να διαχωρήσετε. Η κλασματική απόσταξη αυτού του μίγματος γίνεται με τη βοήθεια της διάταξης που απεικονίζεται στην Εικόνα 4.35.



**Εικόνα 4.35** Διάταξη κλασματικής απόσταξης

Η συσκευή της κλασματικής απόσταξης (Εικόνα 4.35) είναι περίπου ίδια με την συσκευή που απεικονίζεται στην Εικόνα 4.34., εκτός από την κλασματική στήλη που τοποθετείται μεταξύ της φιάλης απόσταξης και του επίθεματος απόσταξης σε κατακόρυφη θέση. Η απόσταξη θα πρέπει να πραγματοποιηθεί αργά, αλλά η ταχύτητα απόσταξης θα πρέπει να είναι αρκετά σταθερή ώστε να παράγει μια σταθερή ένδειξη θερμοκρασίας στο θερμόμετρο. Η κλασματική στήλη μπορεί να μονωθεί με αλουμινόχαρτο (γυαλιστερή επιφάνεια προς τα μέσα) ώστε να διευκολυνθεί η αποκατάσταση της ισορροπίας.

Όταν η ένωση που αποστάζει είναι καθαρή, το σημείο ζέσης παραμένει σταθερό (περιοχή 1-2 °C). Κατά τη συλλογή του



αποστάγματος (αρχή-τέλος) θα πρέπει να μετράται επίσης τη θερμοκρασία του ελαιόλουτρου.

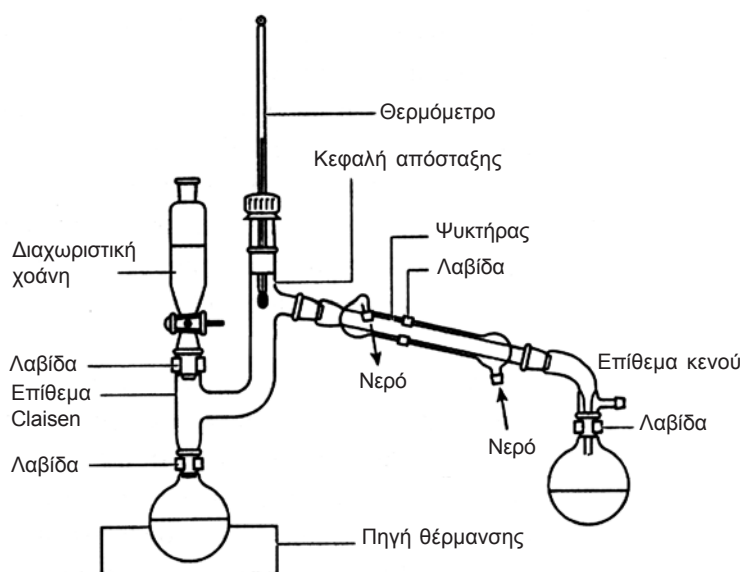
Οι διάφορες παρατηρήσεις σημειώνονται και καταγράφονται στο εργαστηριακό τετράδιο. Μετά το τέλος της απόσταξης, η συσκευή αποσυναρμολογείται.

- Η σφαιρική φιάλη απόσταξης ζυγίζεται εκ νέου ώστε να μπορούμε να υπολογίσουμε την ποσότητα της υγρής ένωσης που απόσταξε καθώς και το βάρος του υπολείματος της κλασματικής απόσταξης.
- Οι διάφορες φιάλες που περιέχουν τα αποστάγματα ζυγίζονται, ώστε να γνωρίζουμε το βάρος της αποστάγματος, προσδιορίζεται ο δείκτης διάθλασης και έτσι γνωρίζουμε τη σύσταση του αποστάγματος.

Στην ιδανική περίπτωση, εφόσον έχετε εκτελέσει σωστά το πείραμα και η κλασματική στήλη λειτουργεί σωστά, θα πρέπει να έχετε δύο τουλάχιστον αποστάγματα, καθένα με την καθαρή ένωση, ένα μικρού βάρους απόσταγμα που θα ληφθεί ενδιάμεσα ως μίγμα των δύο ενώσεων και το υπόλειμμα. Στο σημείο αυτό μπορείτε να καθαρίσετε τις φιάλες, οι υγρές ενώσεις απορρίπτονται στα κατάλληλα δοχεία συλλογής.

### Γ Απόσταξη με υδρατμούς

Σας δίνετε κάποια άγνωστη ακάθαρτη ένωση (πίνακας 4.4) την οποία πρέπει να καθαρίσετε με την μέθοδο της απόσταξης με



Εικόνα 4.36. Διάταξη απόσταξης με υδρατμούς

υδρατμούς (Εικόνα 4.36). Μετά την απόσταξη, ξεχωρίζουμε τις δύο φάσεις σε διαχωριστικό χωνί, συλλέγουμε την μη υδατική φάση και την ξηραίνουμε (CaCl<sub>2</sub>).

**Πίνακας 4.4.** Πιθανές ενώσεις για καθαρισμό με τη μέθοδο της απόσταξης με υδρατμούς

Ενωση	Σημείο ζέσης	Δείκτης διάθλασης
Οξικός αιθυλεστέρας	76- 77	1.3723
Κυκλοεξάνιο	80-81	1.4266
Τολουόλιο	110-111	1.4969
Κυκλοεξανόνη	154-156	1.4507
Χλωροβενζόλιο	131-133	1.5240
Βρωμοβενζόλιο	155-157	1.5590
Βενζαλδεύδη	178.180	1.5460
Μαλονικός διαιθυλεστέρας	198-200	1.4139
Ι-Φαινυλοαιθανόνη	201-203	1.5339
4-Μεθοξυβενζαλδεύδη	247-249	1.5736

**Διαδικασία:** Η συσκευή της κλασματικής απόσταξης (Εικόνα 4.36) είναι περίπου ίδια με την συσκευή που απεικονίζεται στην Εικόνα 4.34., εκτός από χωνί προσθήκης που αντικαθιστά το πώμα του επιθέματος Claisen και χρησιμεύει στην προσθήκη νέας ποσότητας νερού. Το ακάθαρο δείγμα που θα σας δωθεί τοποθετείται στη φιάλη απόσταξης, που την έχετε ζυγίσει, και ξαναζυγίζεται τη φιάλη ώστε να γνωρίζεται το βάρος της ακάθαρτης ένωσης. Προστίθεται ποσότητα νερού στη φιάλη απόσταξης φροντίζοντας ώστε ο συνολικός όγκος να μην υπερβαίνει τα 2/3 του όγκου της φιάλης.

Η απόσταξη συνεχίζεται μέχρι ότου δεν παρατηρούνται ελαιώδεις σταγόνες στο απόσταγμα (ή θολότητα). Αυτό γίνεται με τη τοποθέτηση νέας φιάλης αποστάγματος και παρατήρηση του αποστάγματος που θα προκύψει μετά παρέλευση 5 min τουλάχιστον.

Οι διάφορες παρατηρήσεις σημειώνονται και καταγράφονται στο εργαστηριακό τετράδιο. Μετά το τέλος της απόσταξης, η συσκευή αποσυναρμολογείται.

- το απόσταγμα φέρεται σε διαχωριστικό χωνί, η οργανική φάση διαχωρίζεται, ξηραίνεται με CaCl<sub>2</sub>,

ζυγίζεται ώστε να γνωρίζουμε το βάρος της υγρής ένωσης, προσδιορίζεται ο δείκτης διάθλασης και λαμβάνεται το φάσμα IR της καθαρής ένωσης. Η καθαρή ένωση δεν θα πρέπει να περιέχει σταγόνες νερού. **Τα πλακίδια NaCl που θα χρησιμοποιηθούν για τη λήψη του IR φάσματος καταστρέφονται με νερό.**

### Καταγραφή του πειράματος

Στο εργαστηριακό τετράδιο θα πρέπει να αναφερθούν τα παρακάτω:

- Απόβαρο σφαιρικών φιαλών
- Χρώμα ακάθαρτης και καθαρής ένωσης
- Πρωτόκολλο απόσταξης σύμφωνα με τον παρακάτω πίνακα.

**Βάρος υγρού προς απόσταξη = 35.0 gr ; Δείκτης διάθλασης =**

Θερμοκρασία θερμόλουτρου(°C)	Σημείο ζέσης (°C)	Κλάσμα	Ποσότητα (gr)	Δείκτης διάθλασης
120-145	105-132	1	0.7	1.4500
147-155	133-134	2	25.0	1.4620
160	134-136	3	1.1	1.4630

**Υπόλοιπο απόσταξης = 7.0 gr; Δείκτης διάθλασης =**

Βάρος αποστάγματος (1+2+3) = 26.8 gr Βάρος υπολοίπου = 7.0 gr

Σύνολο = 33.8 gr

Απώλεια = 1.2 gr

- Οι συντακτικοί τύποι των ενώσεων των Πινάκων 4.2, 4.3, 4.4
- Οι απαντήσεις των ασκήσεων