

## تقطیر در خلاء (Vacuum Distillation)

تقطیر در خلاء یک تکنیک پیشرفته برای جدا سازی و خالص سازی مایعاتی است که نقطه جوش بالایی دارند (معمولاً بالای ۱۵۰ درجه سانتی گراد). با کاهش فشار بالای مایع، نقطه جوش آن کاهش می یابد و می توان ترکیبات حساس به حرارت را بدون تجزیه، در دمای پایین تر خالص سازی کرد.

در این راهنما، هر دو روش اصلی تقطیر در خلاء شامل **تقطیر ساده در خلاء** (برای خالص سازی مایعات خالص) و **Rotary Evaporator (Rotovap)** (که رایج ترین روش در آزمایشگاه های شیمی است) را پوشش می دهیم. در انتها نیز **تقطیر مسیر کوتاه (Short Path)** و **فیلم رانده شده (Thin/Wiped Film)** را به عنوان روش های پیشرفته تر معرفی می کنیم.

## ۱. اصول عملکرد (Working Principle)

همانطور که می دانید، نقطه جوش یک مایع زمانی اتفاق می افتد که فشار بخار آن با فشار محیط اطراف برابر شود. با اعمال خلاء (کاهش فشار)، نقطه جوش مایع پایین می آید و می توان ترکیبات حساس به حرارت را بدون تجزیه تقطیر کرد.

رابطه دما و فشار در تقطیر در خلاء:

نقطه جوش در فشار اتمسفر	نقطه جوش تخمینی در فشار ۴۰ تور
۱۵۰ درجه سانتی گراد	حدود ۸۰-۹۰ درجه سانتی گراد
۲۰۰ درجه سانتی گراد	حدود ۱۲۰ درجه سانتی گراد
۲۵۰ درجه سانتی گراد	حدود ۱۵۰ درجه سانتی گراد

یک نکته مهم (نوموگراف): برای تخمین نقطه جوش در فشارهای مختلف می توانید از نوموگراف استفاده کنید. نقطه جوش در فشار اتمسفر را روی خط B و فشار سیستم خود را روی خط C پیدا کنید. خطی که این دو نقطه را به هم وصل کند، نقطه جوش مورد انتظار را روی خط A نشان می دهد.

## ۲) Rotary Evaporator. روتاری اواپراتور

روتاری اوپراتور دستگاهی است که برای تبخیر ملایم و کارآمد حلال‌ها از نمونه‌ها با استفاده از کاهش فشار، چرخش و حرارت استفاده می‌شود. این دستگاه رایج‌ترین ابزار تقطیر در خلاء در آزمایشگاه‌های شیمی آلی، داروسازی و صنایع غذایی است.

## اجزای اصلی و عملکرد

جزء	عملکرد
بالن چرخان	با چرخاندن نمونه، سطح تماس با حرارت را افزایش می‌دهد
حمام آب	حرارت ملایم به نمونه می‌دهد (۲۵-۹۵ درجه سانتی‌گراد)
سیستم خلاء	فشار را کاهش می‌دهد تا حلال در دمای پایین‌تر بجوشد
مبرد (کندانسور)	بخارات حلال را خنک و به مایع تبدیل می‌کند
بالن جمع‌آوری	حلال تقطیر شده در این بالن جمع می‌شود
<b>Cold Trap</b> (تله سرد)	بین دستگاه و پمپ خلاء قرار می‌گیرد تا بخارات حلال را قبل از ورود به پمپ به دام بیندازد

## محدوده جوش حلال‌ها در فشارهای مختلف

حلال	نقطه جوش (فشار اتمسفر)	نقطه جوش در خلاء
استون	۵۶°C	با خلاء مناسب در دمای اتاق می‌جوشد
متانول	۶۵°C	~۵°C در ۴۰ تور
اتانول	۷۸°C	~۱۹°C در ۴۰ تور
آب	۱۰۰°C	~۳۰-۴۰°C در خلاء خوب
DMF	۱۵۳°C	نیاز به خلاء عمیق و دمای بالا دارد
DMSO	۱۸۹°C	تقریباً غیرممکن در Rotovap معمولی

یک نکته مهم: برای حلال‌هایی با نقطه جوش بالا مانند DMSO و DMF، روتاری اوپراتور معمولی کارایی خوبی ندارد و باید از روش‌های جایگزین مانند Smart Evaporator استفاده کرد.

## ۳. راهنمای گام به گام کار با Rotary Evaporator

مرحله ۰: ارزیابی خطرات و آماده‌سازی ایمنی

قبل از هر چیز، خطرات مواد شیمیایی خود را بررسی کنید:

- ترکیبات حاوی پراکسید (به ویژه اترها که کهنه شده‌اند) هرگز نباید تغلیظ شوند
- ترکیبات حساس به حرارت که تمایل به انفجار دارند با احتیاط کار کنید

### ایمنی شخصی: (PPE)

- ✓ عینک ایمنی یا گوگل
- ✓ روپوش آزمایشگاهی
- ✓ دستکش مقاوم به حلال
- ✓ کفش بسته

### مرحله ۱: آماده‌سازی دستگاه

۱. حمام آب را تا نیمه با آب مقطر پر کنید (از آب دیونیزه خالص استفاده نکنید، به استیل آسیب می‌زند)
۲. تله سرد (**Cold Trap**) را با مخلوط یخ خشک (**Dry Ice**) و ایزوپروپیل الکل یا استون پر کنید. صبر کنید تا غلیظ و خمیری شود
۳. بالن جمع‌آوری (**Receiving Flask**) را در پایین مبرد نصب کنید و با کلیپ محکم کنید
۴. محفظه ضد پرش (**Bump Trap**) را بین نمونه و مبرد قرار دهید
۵. تمام اتصالات شیشه‌ای را از نظر ترک و آسیب بررسی کنید

### مرحله ۲: آماده‌سازی نمونه

۱. نمونه را در یک بالن ته گرد (**Round Bottom Flask**) بریزید
  - حجم نمونه نباید از نصف حجم بالن بیشتر باشد
  - هرگز از بالن‌های ترک خورده استفاده نکنید
۲. اگر نمونه حاوی حلال فرار است، ابتدا آن را با روتاری اوپراتور (بدون حرارت) تغلیظ کنید تا حلال اضافی گرفته شود. این کار از "Bumping" جوشش ناگهانی) در حین تقطیر جلوگیری می‌کند
۳. یک همزن مغناطیسی (**Stir Bar**) به بالن اضافه کنید

### مرحله ۳: راه‌اندازی و اجرا

۱. آب خنک‌کننده (مبرد) را باز کنید و جریان آب را برقرار نمایید

۲. حمام آب را روشن کرده و دما را روی ۵۰-۳۰ درجه سانتی‌گراد تنظیم کنید (برای حلال‌های معمولی)
۳. چرخش بالن را شروع کنید - ابتدا آهسته، سپس به تدریج سرعت را افزایش دهید
۴. پمپ خلاء را روشن کنید و به تدریج فشار را کاهش دهید
۵. تا زمان تعادل فشار، دستگاه را ترک نکنید
۶. در حین کار، دما و فشار را به طور منظم کنترل کنید

### نکته مهم در مورد جلوگیری از Bumping:

- حجم نمونه را کمتر از نصف بالن نگه دارید
- دما را خیلی بالا تنظیم نکنید
- تا زمان تثبیت فرآیند، همیشه آماده آزاد کردن خلاء باشید
- برای نمونه‌های آبی، ابتدا نمونه را در اولتراسونیک دیگاز کنید

### مرحله ۴: پایان کار

۱. حمام آب را پایین بیاورید تا بالن از آب خارج شود
۲. چرخش را متوقف کنید
۳. خلاء را با باز کردن دریچه هوا آزاد کنید
۴. پس از شنیدن صدای خروج هوا، پمپ خلاء را خاموش کنید
۵. آب خنک‌کننده را ببندید
۶. بالن حاوی نمونه را خارج کنید
۷. بالن جمع‌آوری حلال را خالی کنید - این کار باید بلافاصله پس از هر بار استفاده انجام شود
۸. حمام آب را خالی کنید

## ۴. تقطیر ساده در خلاء (Simple Vacuum Distillation)

این روش برای خالص‌سازی مستقیم مایعات خالص با نقطه جوش بالا استفاده می‌شود، در حالی که Rotovap بیشتر برای حذف حلال از نمونه کاربرد دارد.

### تجهیزات مورد نیاز

جزء	توضیح
بالن تقطیر (Distillation Flask)	حاوی نمونه
Claisen Adapter	برای کاهش احتمال Bumping و جلوگیری از ورود مایع به کندانسور
کندانسور	خنک کننده بخارات
Pig Adapter یا Cow	دارای چندین ورودی برای دریافت فلاسک‌های مختلف بدون شکستن خلاء
منبع خلاء (پمپ یا Water Aspirator)	ایجاد فشار پایین
مانومتر	اندازه‌گیری فشار

## مراحل کلیدی

- آماده‌سازی نمونه: حلال اضافی را با Rotovap بگیرید و یک همزن مغناطیسی به آن اضافه کنید
- چرب‌کاری اتصالات: تمام اتصالات شیشه‌ای را با گریس سیلیکونی سبک چرب کنید (از گریس زیاد خودداری کنید)
- بررسی نشتی: ابتدا خلاء را روشن کنید و با گوش دادن به صدای هیس، نشتی را پیدا کنید
- تله سرد: مطمئن شوید Cold Trap با یخ خشک و استون پر شده است
- شروع تقطیر: همزن را روشن کنید، سپس به آرامی خلاء را اعمال کنید. بعد از توقف حباب‌زنی اولیه، حرارت را به آرامی اعمال کنید
- جمع‌آوری بخش‌ها: از آداپتور pig یا cow برای عوض کردن فلاسک گیرنده بدون شکستن خلاء استفاده کنید

## ۵. عیب‌یابی مشکلات رایج (Troubleshooting)

مشکل	علت احتمالی	راه‌حل
<b>Bumping</b> (جوشش ناگهانی)	خلاء زیاد، سرعت چرخش کم، حجم نمونه زیاد، وجود حلال فرار	شیر هوا را باز کنید (خلاء را کم کنید)، سرعت چرخش را افزایش دهید، ابتدا حلال را با Rotovap بگیرید
خلاء نمی‌گیرد	نشتی در اتصالات، واشر فرسوده	تمام اتصالات را چرب کنید، لوله‌های خلاء را بررسی کنید، واشرها را عوض کنید
حلال تقطیر نمی‌شود	دمای حمام، آب مبرد گرم	دمای حمام را افزایش دهید، دمای آب مبرد را بر سر سی کنید (۱۵-۲۰°C پایین‌تر از نقطه جوش حلال)
بوی حلال در محیط	نشتی در سیستم، Cold Trap پر شده	منبع نشتی را پیدا کنید، Cold Trap را خالی کنید
بازده پایین جمع‌آوری حلال	خلاء بیش از حد زیاد، آب مبرد گرم	خلاء را تنظیم کنید، دمای آب مبرد را کاهش دهید
آسیب به پمپ خلاء	حلال وارد پمپ شده، Cold Trap کار نمی‌کند	از Cold Trap استفاده کنید، پمپ را خالی کنید، دیافراگم را بررسی کنید

پس از اتمام، اتصالات شیشه‌ای قفل شده‌اند	نمونه خشک شده درون اتصالات نفوذ کرده	اتصالات را بلافاصله پس از هر بار استفاده تمیز کنید
--	--------------------------------------	--

## ۶. نکات ایمنی بسیار مهم

خطر	نکته ایمنی
انفجار	هرگز محلول‌های حاوی پراکسید یا ترکیبات حساس به حرارت را تغلیظ نکنید
<b>( Implosion فروریختگی )</b>	از بالن‌های ته گرد بدون ترک استفاده کنید و هرگز ظروف با دیواره نازک را تحت خلاء قرار ندهید
بخارات سمی	دستگاه باید داخل هود شیمیایی (Fume Hood) قرار گیرد
خطر آتش‌سوزی	خروجی پمپ خلاء را به هود هدایت کنید، حلال‌های قابل اشتعال را با احتیاط کار کنید
سوختگی	از دستکش ضد حرارت برای کار با Cold Trap و حمام آب گرم استفاده کنید
هرگز بدون مراقبت	هرگز دستگاه را در حین کار بدون مراقبت نگذارید

## ۷. روش‌های پیشرفته: تقطیر مسیر کوتاه (Short Path) و فیلم رانده شده (Wiped Film)

این روش‌ها برای تولید در مقیاس بزرگتر و برای مواد بسیار حساس یا ویسکوز (مانند عصاره‌های گیاهی، کانابیس و اسانس‌ها) استفاده می‌شوند.

### تقطیر مسیر کوتاه (Short Path Distillation)

در این روش، فاصله بین سطح تبخیر و سطح تغلیظ (کندانسور) بسیار کوتاه است. این طراحی باعث کاهش افت فشار و جلوگیری از تخریب حرارتی مولکول‌ها می‌شود.

#### مزایا:

- مناسب برای مقیاس آزمایشگاهی و تولید کم
- تجهیزات ساده‌تر و ارزان‌تر
- ایده‌آل برای ترکیبات با ویسکوزیته پایین تا متوسط

### تقطیر فیلم رانده شده (Wiped/Thin Film Distillation)

در این روش، نمونه به صورت یک فیلم نازک و یکنواخت روی سطح استوانه‌ای گرم شده پخش می‌شود و توسط پره‌های چرخان مدام به روز می‌شود.

ویژگی	تقطیر مسیر کوتاه (سنتی)	تقطیر فیلم رانده شده
روش گرمایش	گرمایش استاتیک در فلاسک	فیلم نازک در حال حرکت روی سطح گرم
زمان ماند (Residence Time)	طولانی	بسیار کوتاه (چند ثانیه)
ریسک تخریب حرارتی	بالاتر	بسیار پایین‌تر
مدیریت ویسکوزیته بالا	محدود	عالی
نوع فرآیند	(Batch دسته‌ای)	(Continuous پیوسته)
مقیاس	آزمایشگاهی تا صنعتی کوچک	صنعتی و تولید انبوه
هزینه و پیچیدگی	کمتر، ساده‌تر	بالاتر، پیچیده‌تر

## ۸. مقایسه روش‌های مختلف تقطیر در خلاء

روش	کاربرد اصلی	مزایا	معایب
<b>Rotary Evaporator</b>	حذف حلال از نمونه	سریع، ملایم، آسان	حجم نمونه محدود،
تقطیر ساده در خلاء	خالص‌سازی مایعات خالص	مستقیم، کنترل خوب	زمان‌بر، تنظیمات پیچیده‌تر
<b>Short Path</b>	مقیاس نیمه‌صنعتی، مواد حساس	حفظ کیفیت، فاصله کوتاه	هزینه متوسط
<b>Wiped Film</b>	تولید صنعتی، مواد ویسکوز و حساس	کیفیت بالا، زمان ماند کوتاه، پیوسته	هزینه بالا، پیچیده

## ✦ جمع‌بندی نهایی

تقطیر در خلاء) به ویژه با دستگاه (Rotary Evaporator یکی از پرکاربردترین تکنیک‌ها در آزمایشگاه‌های شیمی برای حذف حلال از نمونه‌ها و خالص‌سازی ترکیبات حساس به حرارت است. با رعایت اصول زیر می‌توانید به طور ایمن و مؤثر از این تکنیک استفاده کنید:

۱. ایمنی اولویت اول - از PPE مناسب استفاده کنید، دستگاه را در هود قرار دهید، هرگز بدون مراقبت نگذارید
۲. Cold Trap را همیشه با یخ خشک پر کنید - از ورود حلال به پمپ خلاء جلوگیری می‌کند
۳. هرگز بالن را بیش از نصف پر نکنید - خطر Bumping را کاهش می‌دهد
۴. خلاء را تدریجی اعمال کنید - از Bumping و جوشش ناگهانی جلوگیری می‌کند

۵. دمای حمام را مناسب انتخاب کنید - حلال باید به آرامی بجوشد، نه violently

۶. بلافاصله پس از استفاده تمیز کنید - از چسبیدن اتصالات جلوگیری می کند

۷. لاگ بوک را تکمیل کنید - تاریخ، کاربر، حلال و زمان استفاده را ثبت کنید