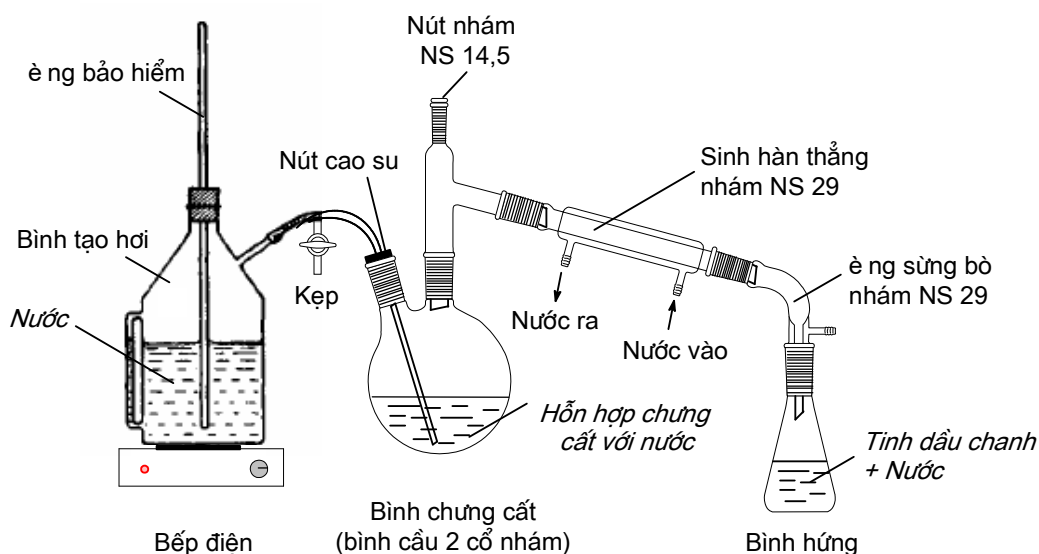


TINH CHẾ CHẤT LỎNG

TINH CHẾ TINH DẦU VỎ CHANH

Dụng cụ:

Bình tạo hơi:	1
Bếp điện:	1
Giá, kẹp:	
Bình cầu 2 cổ 250 ml, nhám 14,5 và 29:	1
Sinh hàn nước nhám 29:	1
Sinh hàn không khí nhám 29:	1
Bình cầu 1 cổ 100ml, nhám 29:	1
Nhiệt kế 360°, nhám 14,5:	1
Nút nhám 14,5:	1
Ống nối cong (sừng bò):	1
Bình tam giác 250 ml:	1
Bình tam giác 100 ml:	3



Hình 1. Sơ đồ chưng cất lôi cuốn hơi nước

Tinh dầu vỏ chanh chế bằng cách ép phần ngoài của vỏ chanh tươi hoặc cất lôi cuốn hơi nước. Tinh dầu gồm chủ yếu 92 – 95% tecpen; 90% d-limonen, một ít β -phellandren, vết pinen. Thành phần thơm gồm 4-5% citral, một ít citronellal, linalool, linalyl acetate, geraniol, geranyl, acetate, terpineol.

Tinh dầu chanh là một chất lỏng không màu, tỷ trọng ở 15°C từ 0,856 đến 0,861; chỉ số khúc xạ n_D^{20} 1,471-1,478; năng suất quay cực α_D^{20} + 57° đến + 67°. Tinh dầu vỏ chanh

là chất lỏng có khả năng lôi cuốn theo hơi nước và tan rất ít trong nước, không tác dụng với nước. Vì vậy tinh dầu chanh thô có chứa tạp chất có thể tinh chế bằng cách chưng cất lôi cuốn theo hơi nước. Cách làm như sau:

Đong 15ml tinh dầu chanh rồi cho vào một bình cầu đáy tròn cổ dài dung tích 250ml.

Lắp dụng cụ chưng cất lôi cuốn hơi nước theo hình 1:

- Nồi tạo hơi là bình kim loại chứa nước, khi đun trên bếp tạo ra hơi nước. Dùng một ống thủy tinh dài khoảng 1m cắm sát đáy bình (qua nút đậy bình) để làm ống bảo hiểm. Bên ngoài bình có ống thủy tinh để theo dõi mức nước trong quá trình chưng.

- Bình chưng: được dùng là bình cầu nhám hai cổ 250ml. Lượng chất lỏng đựng trong bình không được quá 1/3 thể tích của bình.

- Lắp dụng cụ như sơ đồ trong hình vẽ 1.

Chú ý: Ống dẫn hơi nước từ bình tạo hơi phải được cắm sát xuống đáy bình chưng. Trên đoạn ống cao su dẫn hơi nước từ nồi tạo hơi sang bình chưng ta lắp một ống thủy tinh chữ ba (xem hình vẽ), chữ thông với bên ngoài có lắp một đoạn cao su ngắn và 1 cái kẹp đóng mở dễ dàng.

Thao tác:

a. Sau khi lắp xong dụng cụ, cắm bếp đun nước ở bình tạo hơi, khi nước chưa thật sôi mở kẹp ở chữ ba cho thông với bên ngoài để hơi nước thoát ra, không ngưng tụ lại trong bình chưng cất. Khi nước trong nồi tạo hơi sôi phun ra thành luồng hơi, đóng kẹp thông với bên ngoài lại để luồng hơi nước sục vào bình chưng cất. Lúc kết thúc quá trình chưng phải mở kẹp chữ ba để thông với bên ngoài, rồi mới tắt bếp điện, nhằm tránh hiện tượng áp suất trong nồi hơi giảm đột ngột làm chất lỏng trong bình chưng có thể bị hút ngược vào nồi tạo hơi.

Kiểm tra lại dụng cụ chưng cất thật cẩn thận rồi tiến hành chưng. Quá trình chưng sẽ kết thúc khi giọt chất lỏng cất ra không còn đục mà trở nên trong suốt.

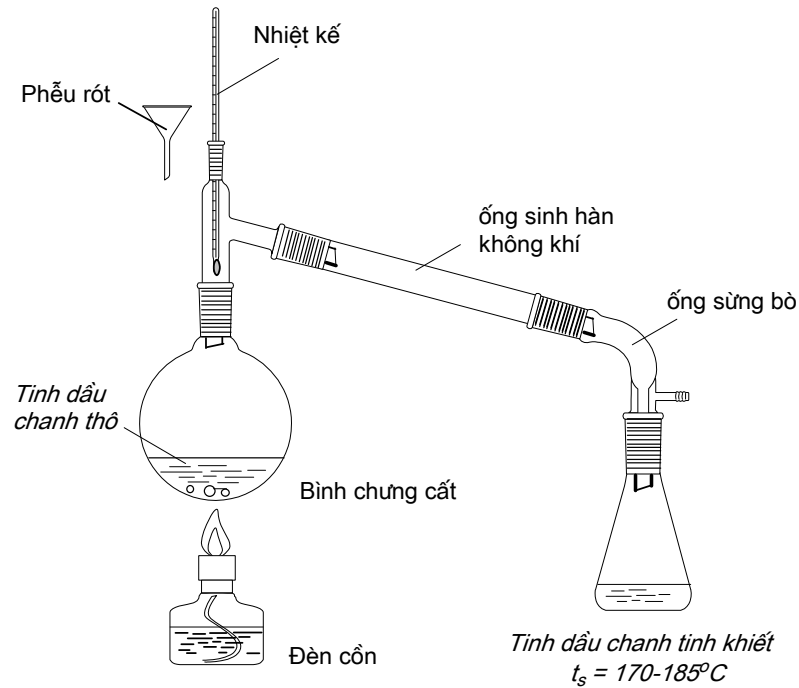
b. Tiến hành tách tinh dầu thu được ra khỏi nước bằng cách làm nguội dung dịch, cho muối NaCl sạch vào hỗn hợp nước – tinh dầu đến bão hòa. Sau đó chuyển hỗn hợp vào phễu chiết, để yên cho tách lớp và chiết tinh dầu ra khỏi hỗn hợp.

c. Cho tinh dầu vào bình tam giác 50ml sạch có sinh hàn không khí, cho Na_2SO_4 khan vào bình và đun nóng nhẹ trên bếp cách thủy ở $60-70^\circ\text{C}$ cho đến khi dịch trở nên trong suốt. Rót tinh dầu đã được làm khan qua phễu có giấy lọc vào bình chưng cất 100ml.

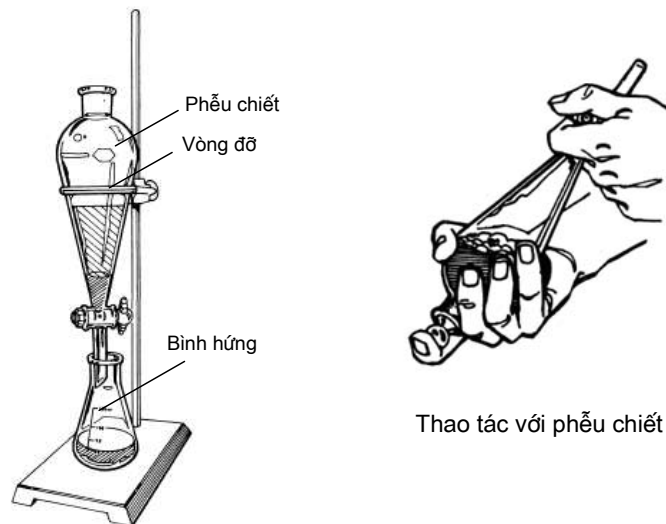
d. Lắp sinh hàn không khí và chưng bằng đèn cồn (lắp theo sơ đồ dụng cụ hình 2), thu lấy sản phẩm ở nhiệt độ khoảng 170-185°C (cắt đến khi bình chưng gần cạn).

đ. Đo chỉ số khúc xạ tinh dầu sạch.

e. Đo thể tích tinh dầu thu được và tính hiệu suất tinh chế.



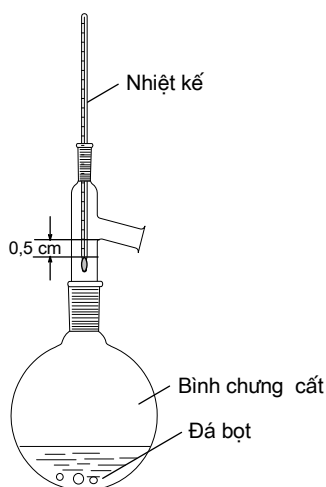
Hình 2. Sơ đồ chưng cất tinh dầu chanh bằng sinh hàn không khí



Hình 3. Sơ đồ chiết

Một số lưu ý trong quá trình chưng cất chất lỏng

- Phải chọn nhiệt kế có thang nhiệt độ thích hợp. Lắp nhiệt kế trong bình chưng cất đúng sao cho mặt trên của bầu thủy ngân thấp hơn mặt dưới của ống nhánh một khoảng 0,5 cm, song song với cổ bình chưng cất (Hình 4).



Hình 4. Lắp nhiệt kế đúng trong bình chưng cất

- Để tránh hiện tượng quá nóng (nhiệt kế chỉ nhiệt độ cao hơn nhiệt độ sôi của chất lỏng nhưng chưa thấy hiện tượng sôi) hoặc sôi không đều, trước khi chưng cất chất lỏng, cần cho thêm vào bình chưng cất một vài viên đá bọt hoặc ống mao quản thủy tinh. Trong quá trình chưng cất, đá bọt hoặc ống mao quản sẽ cung cấp bọt khí có tác dụng gây “màn sôi” đảm bảo cho quá trình chất lỏng sôi êm đềm.

- Đối với chất lỏng sôi ở nhiệt độ thấp hơn 80°C thì chưng cất cách thủy. Chất lỏng sôi ở 80-220°C chưng cất trực tiếp bằng bếp điện, đèn cồn hay chưng cất cách dầu. Với các chất lỏng có nhiệt độ sôi cao hơn nữa thì đun cách cát...

- Đối với chất lỏng có nhiệt độ sôi dưới 150°C thì dùng sinh hàn nước (sinh hàn Libig). Chất lỏng sôi trên 150°C dùng sinh hàn không khí. Chất lỏng sôi trên 200°C chưng cất trực tiếp qua ống nhánh của bình, không dùng sinh hàn.

- Trước khi chưng cất, người ta thường làm khô chất lỏng bằng một chất rắn vô cơ có khả năng kết hợp với phân tử dung môi (ví dụ Na_2SO_4 , CaCl_2 , MgSO_4 , KOH , v.v...). Khi gạn, lọc chất lỏng cần chưng vào bình cần phải cẩn thận, tuyệt đối không để chất lỏng bị lẫn các chất rắn không tan ấy, vì như thế sẽ làm tăng nhiệt độ sôi của chất lỏng tinh khiết (hiện tượng dâng phí điểm), do đó kết quả nhiệt độ sôi của chất lỏng tinh khiết sẽ thiếu chính xác.

- Quá trình chưng cất coi như kết thúc khi trong bình chưng cất còn 1-2 ml chất lỏng.