

14. Ismertesse a desztillálási műveletek biztonságtechnikáját!

- A lepárlás fogalma
- A folyadékelegyek egyensúlyi viszonyainak ismertetése egy mellékelt egyensúlyi görbe használatával
- Az egyensúlyi desztilláció és a rektifikálás folyamata diagram segítségével
- Az egyszerű, a frakcionált, a vákuum- és a vízgőzdesztilláció berendezései
- A laboratóriumi desztilláló berendezések használatának főbb szabályai
- Példák a különböző desztillálási módszerek kiválasztására
- Az alkalmazott védőfelszerelések

I. Lepárlás (desztilláció):

1. Fogalma: folyadékelegyek szétválasztására, oldatokból a tiszta oldószer kinyerésére, folyadékok tisztítására szolgáló művelet, amely **a komponensek illékonyságának különbözőségén alapul**. Lepárlással olyan elegyeket választunk szét, amelyekben **minden komponens illékony** (ha a szétválasztásra kerülő elegy illékony és nem illékony komponenseket tartalmaz, akkor bepárlással is komponenseire választható). Az elegyet részben vagy egészben **elpárologtatjuk**, majd a keletkező gőzöket térben elkülönítve hűtőn átvezetve kondenzáltatjuk.

Az elegyek gőzének összetétele általában nem azonos a folyadékéval, hanem **az illékonyabb komponensek feldúsulnak a gőzben**. A folyadékkal érintkező, vele termodinamikai egyensúlyban lévő gőzfázisban a két, vagy több, eltérő illékonyságú vegyületet tartalmazó rendszer esetén a nagyobb tenziójú (alacsonyabb forráspontú) komponens(ek) koncentrációja nagyobb, mint a folyadékban. Ezt a dúsulási lehetőséget hasznosítjuk a desztilláció (és a rektifikáció) művelete során, laboratóriumi és ipari méretekben egyaránt.

A desztillációt a műveletanon belül a **diffúziós vegyipari műveletek** közé soroljuk.

A művelet a vegyipar egyik legfontosabb szeparációs művelete:

- kőolajfeldolgozás
- élelmiszer és növényolajipar
- gyógyszeripar
- szerves anyagok desztillatív szétválasztása

2. Célja

- folyadékelegyek szétválasztása alkotórészeikre
- elegyekből, oldatokból anyag kinyerése.
- oldószeres tisztítása

II. Folyadékelegyek törvényszerűségei

1. Gőz- folyadék egyensúlyok törvényei

- **Raoult-törvény:** egy anyag parciális nyomása (egyensúlyi gőznyomása) egyenesen arányos folyadékfázisbeli móltörtjével. $p_A = p_A^0 x_A$, ahol p_A az 'A' komponens parciális nyomása, p_A^0 a tiszta 'A' komponens gőznyomása, x_A az 'A' komponens folyadékfázisbeli móltörtje.

- **Dalton-törvény:** egy anyag parciális nyomása (egyensúlyi gőznyomása) egyenesen arányos gőzfázisbeli móltörtjével. $p_A = p_0 y_A$, ahol p_0 a teljes gőznyomás, y_A az 'A' komponens gőzfázisbeli móltörtje.

- **Konovalov I. törvénye:** A gőzfázis azzal a komponenssel dúsul, amelyet a folyadékfázishoz adva a folyadék feletti gőzfázis nyomása növekszik és/vagy a folyadékelegy forráspontja csökken. Másképpen: a gőzfázis mindig az illékonyabb komponensben gazdagabb.

- **Konovalov II. törvénye: azeotróp elegy gőzének összetétele azonos a folyadék összetételével.** Pl. 95,57% etanol-víz azeotróp elegy forráspontja 10^5 Pa nyomáson $78,2^\circ\text{C}$, (azeotróp = változás nélkül forró). Ilyen összetétel mellett a folyadék már nem választható el, mert a kondenzátum (a gőzök cseppfolyósodásakor nyert folyadék) megtartja összetételét, desztillációs szempontból úgy viselkedik, mintha tiszta komponens lenne.

2. Illékonyság kritériuma: Az A komponens illékonyabb, mint a B:

- Állandó hőmérsékleten ($T=\text{áll.}$). Ha az A komponens egyensúlyi gőznyomása nagyobb, mint a B komponensé.
- Állandó nyomáson ($p=\text{áll.}$). Ha az A komponens forráspontja alacsonyabb, mint a B komponensé.
- Ha az A komponens párolgáshője kisebb, mint a B komponensé.

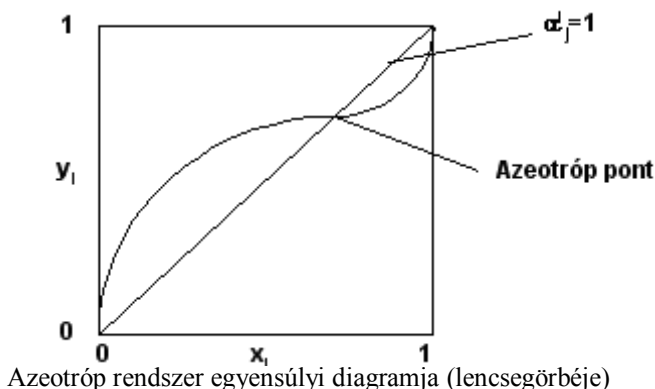
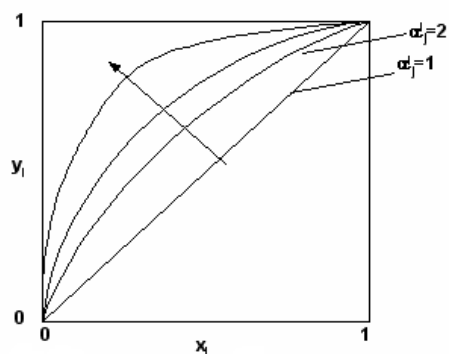
- **relatív illékonyság** (α_j^i : i-nek j-re vonatkoztatott relatív illékonyága):

$$\alpha_j^i \equiv \frac{p_i^0}{p_j^0} = \frac{y_i / x_i}{y_j / x_j}$$

A Raoult és Dalton- törvényeket felhasználva kapjuk az **egyensúlyi görbét (lencsegörbét)**, amelynek egyenlete:

$$y_i = \frac{\alpha_j^i \cdot x_i}{1 + (\alpha_j^i - 1) \cdot x_i}$$

Ábrázolva ezeket a görbéket különböző α értékek mellett:



Ha $\alpha=1$, akkor nem lehet a két komponenst elválasztani, mert a folyadékfázisbeli összetétel megegyezik a gőzfázisbeli összetétellel. $\alpha=1$ esettel találkozhatunk **azeotróp elegyek** képződésénél (pl: etanol – víz) ahol az egyensúlyi görbe egy adott összetételnél metszi a diagonálist. Ezeket az elegyeket csak speciális desztillációs eljárásokkal, vagy kombinált műveletekkel lehet elválasztani egymástól.

III. A desztilláció folyamata

1. A lepárló berendezés részei: forralóedény (kiforraló), kondenzátor (hűtő) és szedőedény(ek).

2. A lejátszódó folyamat

- Az elegy elpárolgatása: ekkor a folyadék felett egy **gőzfázis keletkezik**.

- A gőz hűtése (kondenzáltatása): a lecsapódás után a keletkező folyadékot szedőedénybe gyűjtjük. Az összegyűjtött **párlat (desztillátum)** összetétele közelítőleg azonos a **forralóban** fejlesztett gőz összetételével, de a kiindulási elegyénél töményebb.

- a kiindulási elegy forralóedényben maradó részét, amely túlnyomórészt a nehezebben illó komponenseket tartalmazza, **desztillációs maradéknak** nevezzük.

3. Probléma: egyszeri desztillálással nem lehet tökéletesen szétválasztani az alkotórészeket, mert a gőz nemcsak a kívánt forráspontú alkotórészt tartalmazza, hanem az alacsonyabb és magasabb forráspontúakat is.

IV. A desztilláció fajtái

1. A műveletek száma szerint:

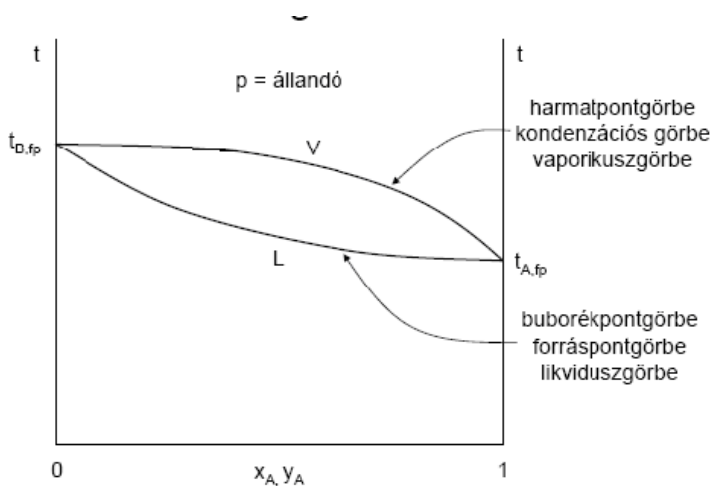
- **Egyszeri lepárlás** egy műveleti egység.

- **Ismételt lepárlás**: többször egymás után elvégzett desztillációs művelet.

2. Az áramló anyagok iránya szerint:

- **Egyenáramú lepárlás (egyszerű desztilláció)**: az elegy (vagy egy részének) elpárolgatása után a **gőz egy irányban halad** a hűtőn át a szedőedénybe.

- **Ellenáramú lepárlás (rektifikáció)**: a **felszálló gőz** a készülék hidegebb pontjain lecsapódott **lefelé haladó kondenzátummal (reflux) ellentétes irányban halad**.

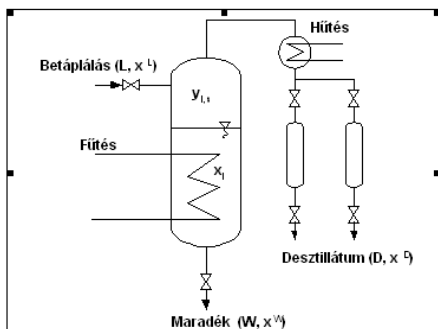


Egyszeri lepárlás lencsegörbéje

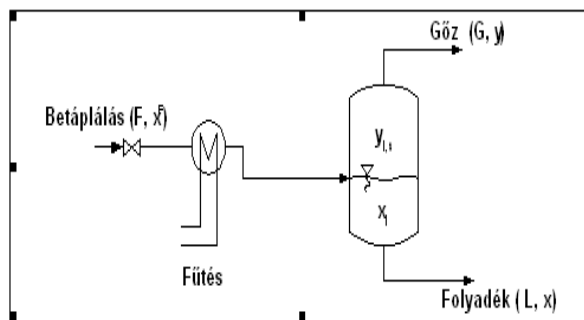
3. Üzemmodot tekintve van:

- **Szakaszos üzemű:** a műveletek között kevesebb-több idő telik el.

- **Folyamatos (folytonos) üzemű:** a két vagy több komponenst tartalmazó folyadékkeleget felmelegítés után, állandó áramban táplálják be egy lepárló rendszerbe és a keletkezett egyensúlyi összetételű gőz- és folyadékfázisokat folyamatosan, külön-külön elvezetik. Ezt a műveletet gyakran flash lepárlásnak is nevezik.



Biner elegy szakaszos desztillációja



Biner elegy folyamatos desztillációja

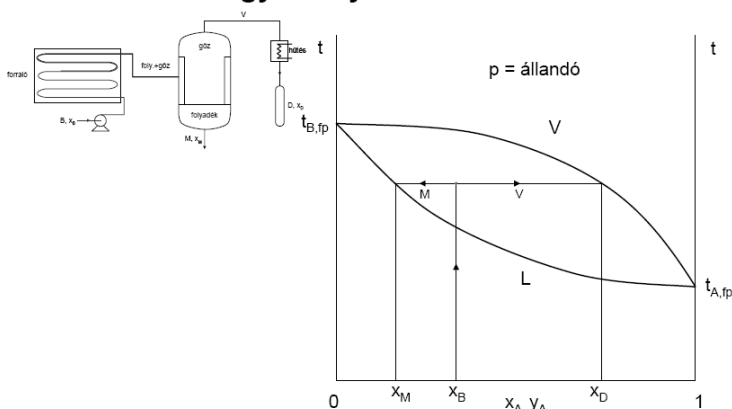
IV. A desztilláció megvalósítása

1. Egyszeri lepárlás

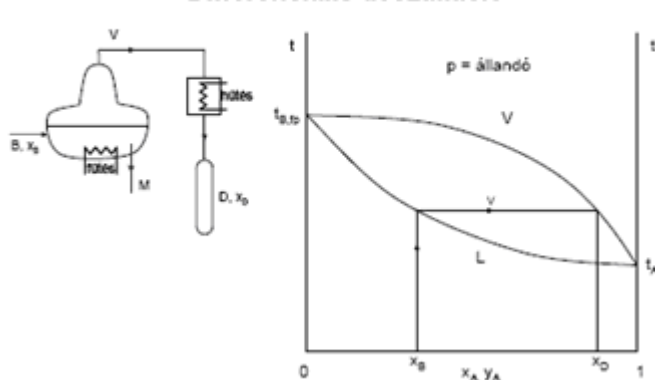
1.1. **Egyensúlyi desztilláció:** a folyadékot forraspontra melegítjük, egy része gőzzé alakul, a gőz teljes mennyisége **egész idő alatt érintkezik** a folyadékkal.

1.2. **Differenciális desztilláció:** a lepárló készülékbe adott mennyiségű anyagot táplálunk be és ennek egy részét párologtatjuk el. A **gőzöket elvezetjük a folyadék fölé**, majd lecsapatva szedőbe gyűjtjük.

Egyensúlyi desztilláció

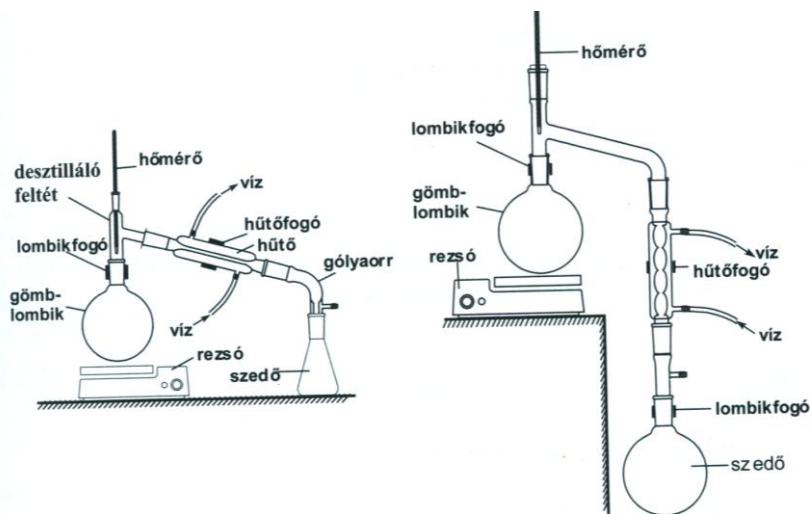


Differenciális desztilláció



3. Az egyszeri lepárlás típusai

- **Egyszerű desztilláció (egyenáramú lepárlás):** azt a műveletet, amelynek során a folyadékkeleget **forraljuk**, a gőzeit elvezetve lehűtjük, kondenzáltatjuk, egyszerű desztillációnak nevezzük. Ha egy nem illékony, szilárd anyagot tartalmazó oldatot felforralunk, belőle az oldószermolekulák eltávoznak, az oldott anyag visszamarad a **forraló edényben**. Az eltávozó gőzöket **hűtőben** (kondenzátorban) lehűtjük, a gőz kondenzálódik, és a hűtő végen elhelyezett edényben, az un. **szedőedény(ek)**ben gyűlik össze a tiszta oldószert.



Egyszerű desztilláló készülékek

Az egyszerű desztillációt általában két feladat megoldására használjuk:

- az oldószernek nem illékony szennyeződéstől való elválasztására
- kis mennyiségű, az oldószerrel jelentősen eltérő forráspontú illékony szennyeződés eltávolítására

Az egyszerű desztilláció során először **előpárlat** keletkezik. Ez követi a **főpárlat** elvezetése, végül az **utópárlat** desztillálódik át. Ezeket nem szabad összekeverni.

- **Kíméletes desztilláció**: azokat a desztillációs műveleteket, amelyek alkalmasak az anyagok **forráspont alatti hőmérsékleten való desztillációjára**, kíméletes desztillációnak nevezzük. Ezt a módszert akkor alkalmazzuk, ha az anyagok hőre érzékenyek, a forráspontjuk körüli hőmérsékleten bomlanak vagy a levegőn meggyulladnak stb. A szerves vegyületek nagy része egyszerű desztillációval nem választható le a kísérő szennyező anyagoktól.

A kíméletes desztillációknak két módja terjedt el:

a) vákuumdesztilláció a csökkentett (az atmoszférikusnál alacsonyabb) nyomáson végzett desztillációs művelet. A folyadékok forráspontja a külső nyomástól függ. Ha a folyadék felett csökkentjük a nyomást, a folyadék gőztenziója (egyensúlyi gőznyomása) már alacsonyabb hőmérsékleten is elérheti ezt a csökkentett nyomást: a folyadék már alacsonyabb hőmérsékleten is forrni kezd. A vákuumdesztilláció során a várható forráspontot becsléssel megállapíthatjuk. A tapasztalat szerint a nyoma s felére csökkentése a folyadék forráspontját 15 °C-kal csökkenti.

- **molekuláris desztilláció**: számtalan hőérzékeny anyag (pl.: kőolaj- és növényolajszármazékok, vitaminok, gyógyszerhatóanyagok...) nem desztillálhatók a saját forrponi hőmérsékletükön, mert bomlást vagy károsodást szenvedhetnek (pl.: izomer átalakulás). Ezen anyagok desztillálását igen alacsony hőmérsékleten és nyomáson kell végezni, amelyre a vákuumdesztilláció alkalmas, amelynek egy különleges esete a molekuláris desztilláció.

b) vivőgőzös desztilláció: nagy molekulatömegű, nem illékony anyagok gőznyomása kicsi, szobahőmérsékleten messze a külső nyomás alatt marad a tenzió értékük. Ha kis rnolekulatömegű, illékony anyag gőzét buborékolatjuk át a folyadékon, a gőztérben a folyadék molekulái mellett nagy mennyiségben megjelennek az átbuborékoló gőzök is, és ott p_v tenzió értéket alakítanak ki. A folyadékfázis felett levő gőztérben az össznyomást a tenziótörvény értelmében a két tenzió együttesen adja:

$$p_0 = p_g + p_v$$

A két tenzió együttes értéke már a desztillálandó anyag forráspontjánál alacsonyabb hőmérsékleten is elérheti a külső nyomás értékét: a folyadékfázis forrni kezd.

$$p_0 \geq p_{\text{külső}}$$

Vivőgőzként olyan anyagok alkalmasak, melyek:

- nem reagálnak a desztillálandó folyadékkal,
- nem elegyednek a desztillálandó folyadékkal, így a gőzök kondenzálás után a vivőanyag és a desztillálandó folyadék választótölcsérben szétválasztható.
- lehetőleg alacsony forráspontú, illékony anyagok

- **vízgőzdesztilláció**: olyan desztilláció, ahol ha vivőgőzként vízgőzt használnak. A desztillálandó folyadékon átbuborékolatott vízgőz tenziója segít elérni a külső nyomás értékét, így a magas forráspontú anyagok alacsony hőfokon is átdestillálhatók.

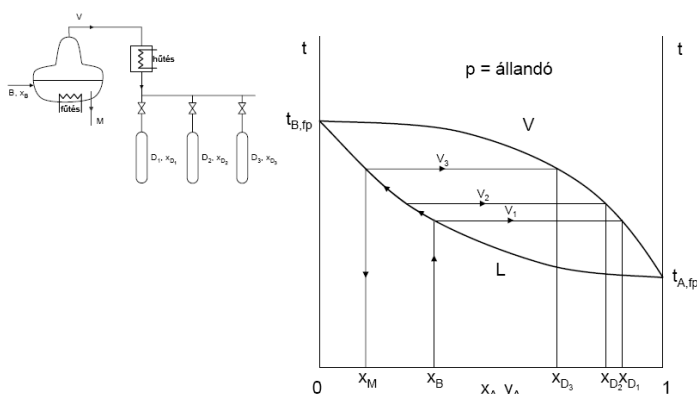
2.Frakcionált desztilláció

Azon ismert jelenségen alapul, hogy a gőz mindig dúsabb az illékonyabb komponensben. A frakcionált desztilláció hatékonyabb elválasztást tesz lehetővé. Az elválasztás hatásfokát azzal növelik, hogy a gőzöket hosszabb útra kényszerítik, miközben a gőz kénytelen áthaladni a már lecsapódott gőzök egy részén. **A lecsapódott és folyamatosan visszacsurgó folyadékot refluxnak nevezzük.**

Ha a desztilláló lombikot egy feltéttel zárjuk le a hűtőhatás miatt a feltét tetején csak az illékony komponens távozik, a kevésbé illékony lecsapódik, és visszafolyik a forralólombikba. Az ilyen feltételeket **frakcionáló feltéteknek** nevezzük.

A lecsurgó folyadék és a felszálló gőzök között anyagcsere megy végbe. Az illékonyabb komponens a lecsurgó folyadék áramból a felszálló gőzáramba kerül, így a lecsurgó folyadék egyre kevesebb illékony komponenszt tartalmaz. Az anyagcsere fordítva is végbemegy, így a feltét tetején távozó gőzük alig tartalmaznak nehezen illő komponenszt. A frakcionáló feltétek hatásfoka jobb az egyszerű desztillálóknál, de még ezzel is csak min 10°C forráspont-különbségű

Frakcionált desztilláció



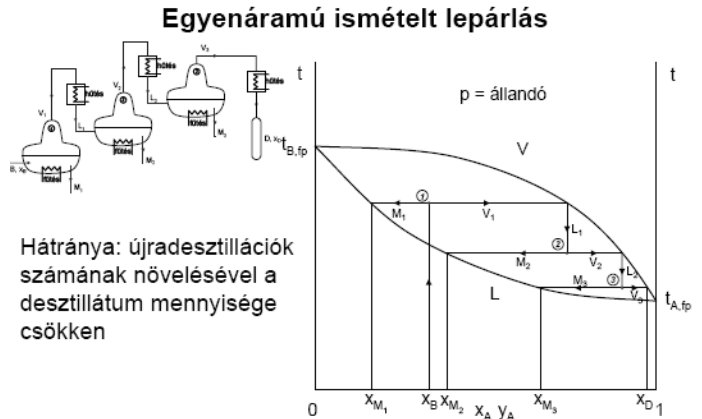
folyadékok választhatók el. A frakcionált desztillációval több komponensű anyagokat tudunk szétválasztani. Ha a forraláskor keletkező gőzök és a reflux érintkezését fokozzuk, többkomponensű rendszerek is szétválaszthatók.

3. Ismételt lepárlás

Egyszerű lepárlás esetén valójában nem válik szét a két komponens, csak megnő a keletkezett desztillátumban az illékonyabb komponens mennyisége. Ismételt lepárlásnál a desztillátumot újradeszilláljuk.

Az ismételt lepárlás típusai

- **Egyenáramú ismételt lepárlás** hátránya, hogy az újradeszillációk számának növelésével a desztillátum mennyisége csökken.



- **Rektifikálás= ellenáramú ismételt lepárlás**

A gőzből a magasabb forráspontú alkotórész egy hányada a készülék hidegebb pontjain cseppfolyósodik. A **visszafolyt lefelé haladó kondenzátum (reflux)** és a felfelé haladó gőz között a többszöri desztillálással egyenértékű folyamat játszódik le. Az egymással szemben haladó reflux és a gőz között komponenscsere játszódik le: **a folyadék az illékonyabb komponensben elszegényedik, a gőz dúsul**, mivel az alulról felfelé áramló gőzből főleg a magasabb forráspontú (kevésbé illékony) komponens kondenzálódik a lefelé folyó refluxból pedig az alacsonyabb forráspontú (illékonyabb) komponens újból elpárolog. Vagyis: a rektifikáláskor a reflux az alacsonyabb hőmérsékletű helyről a magasabb hőmérsékletű helyre vezető útján a magasabb forráspontú alkotórészeket felveszi, az alacsonyabb forráspontú alkotórészeket pedig a gőzárannak átadja. Az eredmény: élesebb elválasztást érünk el. A rektifikáló oszlop alján és tetején eltérő összetételű elegyeket kapunk. Ezek a **fenéktermék** és a **fejtermék**.

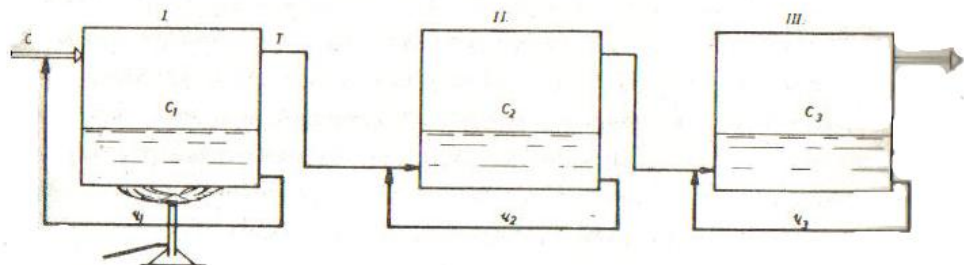
A **fenéktermék**et az oszlop alján a magasabb hőmérséklet és a magasabb forráspontú komponens(ek) nagyobb koncentrációja jellemzi. A **fejtermék**et az alacsonyabb hőmérséklet és a kisebb forráspontú komponens(ek) nagyobb koncentrációja jellemzi

A **rektifikáló berendezés lényegében több desztilláló berendezés egymásra építésével alakítható ki**. Ha a berendezés forralóedényből, rektifikáló oszlopból, kondenzátorból és szedőedény(ek)ből áll, akkor ez a berendezés az ellenáramú desztilláció műveletének végrehajtására alkalmas.

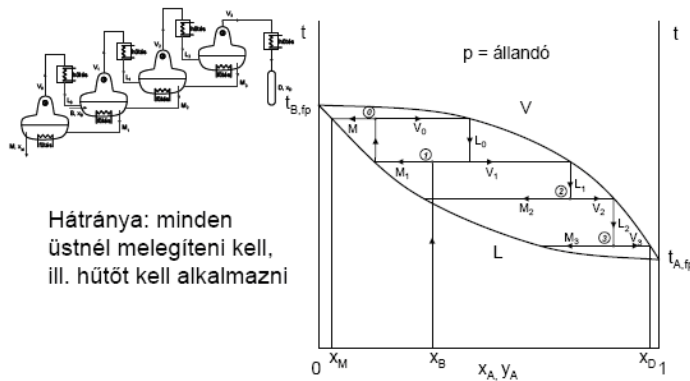
A **reflux és a felszálló gőz közötti cserefolyamatot a bensőséges érintkeztetés elősegíti**. Ezért a rektifikálás berendezései nem üresek, hanem különböző szerkezeti elemek biztosítják a felszálló gőz és a reflux bensőséges érintkeztetését. Az olyan **rektifikáló oszlop**ot, amely különböző módon kialakított testekkel (gyűrűkkel, hengerpalástokkal, nyergekkel, csillagokkal, golyókkal stb.) van megtöltve a lecsurgó folyadék (=reflux) és a hézagokban felszálló gőz közötti komponens- és hőcsere elősegítése végett; **töltetes (tölteléktetes) oszlopnak** nevezzük.

Ellenáramú ismételt lepárlás esetén **az egyes üstökből eltávozó gőzök hőmérséklete mindig nagyobb, mint a magasabban elhelyezett szomszédos üstben az elegy forráspontja**. Így lehetővé válik az egyes üstökből távozó gőz felhasználása: fűteni lehet vele a magasabban fekvő üstöt. A folyamat hátránya, hogy minden üstnél melegíteni kell, ill. hűtőt kell alkalmazni.

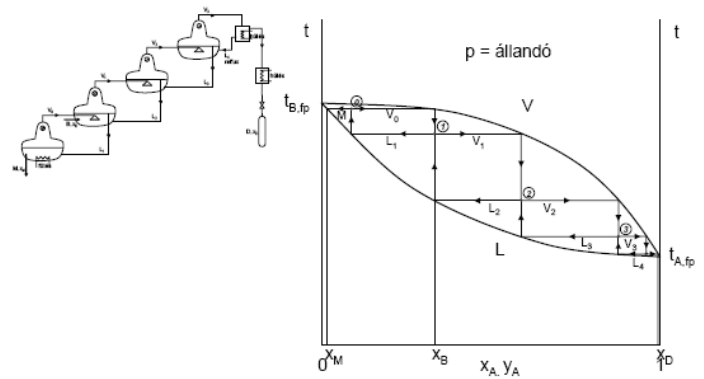
A rektifikálás elve:



Ellenáramú ismételt lepárlás



REKTIFIKÁLÁS



A rektifikálást a folyadékelegyek szétválasztását a gyakorlatban nem különálló üstökben, hanem ún. **kolonnákban** végzik. A kolonnákban az egymás fölé helyezett **tányérok**, (**rektifikációs feltét**) töltik be az üstök szerepét. A torony minden egyes tálcája úgy működik, **mintha külön desztilláló berendezés lenne**. A gőzök így az illékonyabb komponensben egyre dúsulnak, és a torony tetején a tiszta anyag gőzei távoznak.

A rektifikálás hatékonyságát két tényező határozza meg: (1) **a reflux arány** és (2) **a tálcák száma**.

Reflux arányon a szedőbe kerülő gőz és a lecsapatott gőz arányát értjük. Minél több a folyadék visszavezetés, annál tisztább lesz rektifikáló oszlop tetejéről elvezetett termék, az ún. **fejtermék**, de annál költségesebb a művelet. Az optimális arányt kísérleti úton határozzák meg.

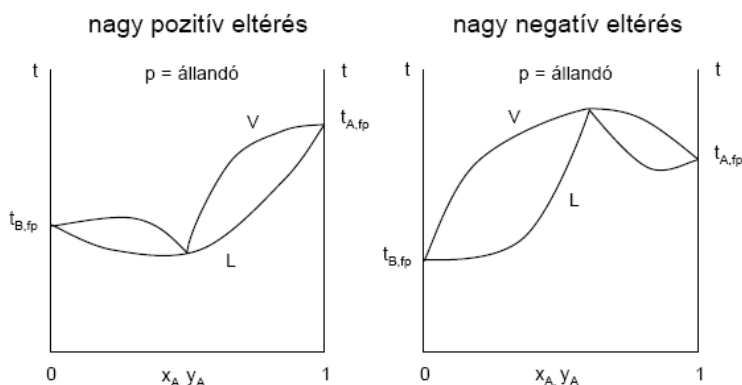
A tálcaszám a reflux függvénye. Ha egy toronyban **sok tálcát** helyezünk el, egyre tisztább anyagot nyerünk, de a berendezés ára egyre **drágább lesz**, a művelet pedig egyre veszélyesebb. A tálcaszámot elméleti számítással és grafikus úton határozzák meg.

- **Deflegmáció:** a valóságban a gőz összetétele a desztilláló berendezés különböző pontjaiban nem azonos a folyadékból távozó gőzzel, mert a folyadékfelületől a hűtőig vezető úton a gőz a gőz egy része cseppfolyósodik. Természetes, hogy ezen az úton a kevésbé illékony összetevőből aránylag több cseppfolyósodik, mint az illékonyabból. Miközben tehát a gőz a folyadékfelületől a hűtőig jut, az illékonyabb komponensben gazdagabbá válik.

4. Azeotróp desztilláció

Az **azeotróp desztilláció** lényege, hogy a nehezen szétválasztható komponenseket (pl. azeotróp elegyet képző komponenseket) tartalmazó elegyhez **olyan vegyületet adnak, amely minimális forráspontú azeotrópot képez valamelyik komponenssel.** (A víz (fp.: 100,0 °C) és az etanol fp.: 78,4 °C minimális forráspontú (biner) azeotróp elegyet képeznek, amelynek forráspontja 78,1 °C, összetétele 95,5 m/m % etanol és 4,5 m/m % víz. Harmadik komponensként benzolt adva a rendszerhez, egy 64,9 °C minimális forráspontú terner azeotróp elegy (összetétel: 18,5 m/m % etanol, 7,4 m/m % víz, 74,1 m/m % benzol) és egy 68,2 °C minimális forráspontú biner azeotróp elegy (összetétel: 32,4 m/m % etanol, 67,6 m/m % benzol) képződik. A desztillációs oszlopból a 64,9 °C, és a 68,2 °C forráspontú azeotróp elegyek fejtermékként távoznak, fenéktermékként marad a 78,4 °C forráspontú abszolút etanol (benzolt nyomokban tartalmaz.) (Aromások és neparomások elválasztása is történhet azeotróp desztillációval. Az azeotróp desztilláció erősen poláros komponensek (pl.: alkoholok, ketonok, aminok, víz) hozzáadásával lehetővé teszi alkánok és cikloalkánok eltávolítását desztillációval; segédanyagokkal képezett alacsonyabb forráspontú azeotróp elegyek formájában. Az erősen poláros segédanyagok (mint az acetone vagy metanol) növelik a neparomások illékonyosságát (alacsonyabb forráspontú azeotrópképzéssel) és azokkal együtt desztillálnak, mint fejtermékek, míg az aromások a fenéktermékben maradnak.)

Azeotróp elegyek lencsegörbéi



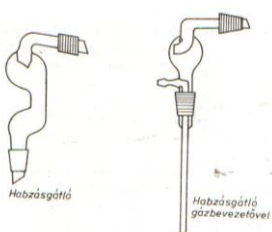
5. Extraktív desztilláció

Az **extraktív desztilláció** lényege, hogy a desztilláló kolonnában felfelé áramló gőzökkel szemben ellenáramban egy olyan oldószer áramlik lefelé, amely a komponenseket szelektíven oldja, és így relatív illékonyságukat megnöveli. (Aromások és nemaromások elválasztása extraktív desztillációval is megvalósítható. Az extraktív desztilláció esetében (is) segédanyagot alkalmaznak az aromások és a nemaromások illékonyága közötti különbség növelésére, úgy, hogy az aromásfrakció illékonyágát csökkentik. A szelektív aromás oldószerek (pl.: poliglikolok) csökkentik az aromások illékonyágát, és azokkal együtt visszamaradnak a fenéktermékben, míg a nemaromások a fejtermékkel távoznak.)

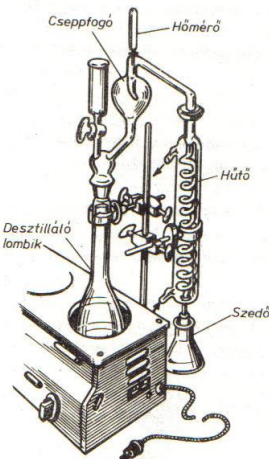
V. A desztilláció berendezései

1. Egyszerű desztilláció

A desztillációs műveletek végrehajtásakor előfordulhat, hogy a folyadék a desztilláció alatt nagyon habzik. A habzást szilikon olajjal vagy habzágátló feltéttel szoríthatjuk vissza.

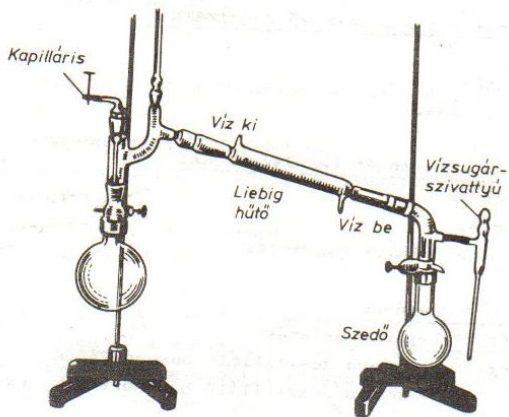


102. ábra
Habzágátló feltétek

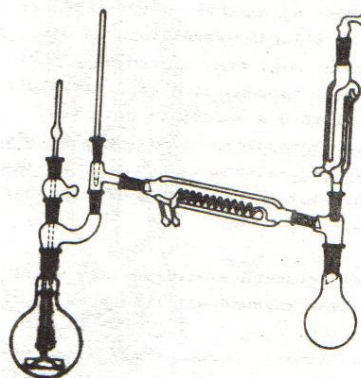


101. ábra
Egyszerű folyamatos desztilláló berendezés

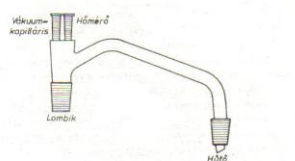
2. Vákuumdesztilláció. A vákuumdesztillációs feltétek használatukkal a szedő folyamatosan, működés közben cserélhető.



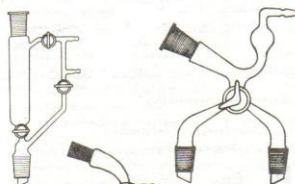
Vákuumdesztilláló berendezés



103. ábra
Vákuumdesztilláló berendezés keverővel

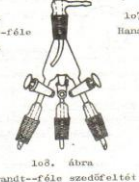


105. ábra
Szegedi pipa

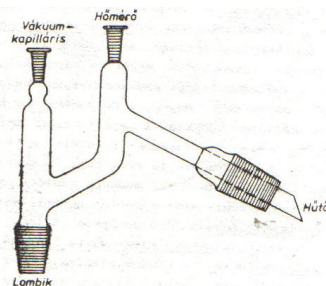


106. ábra
Auschutz-Thiele-féle szedőfeltét

107. ábra
Hanak feltét



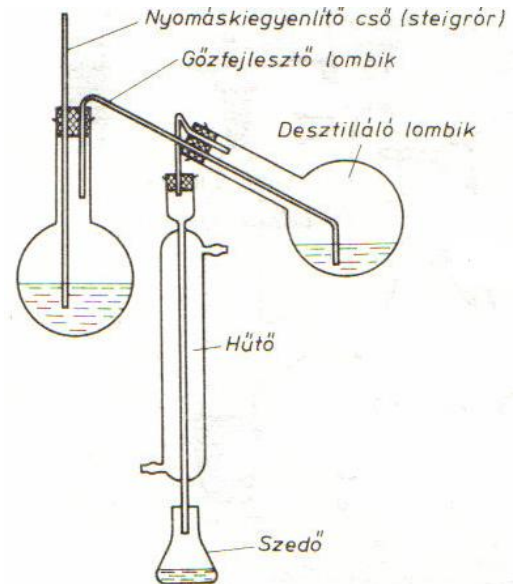
108. ábra
Brandt-féle szedőfeltét



104. ábra
Claisen feltét

3. Vízgőzdesztilláció

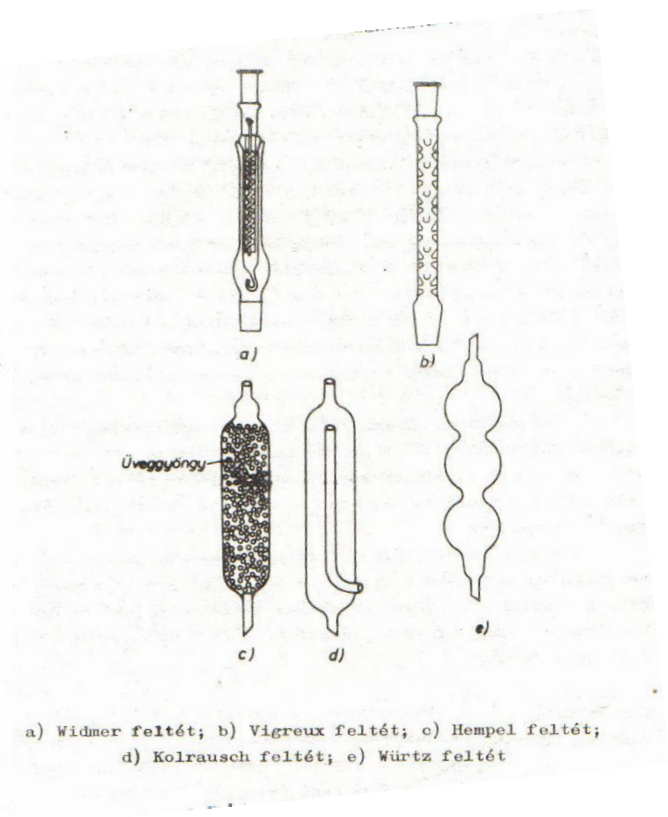
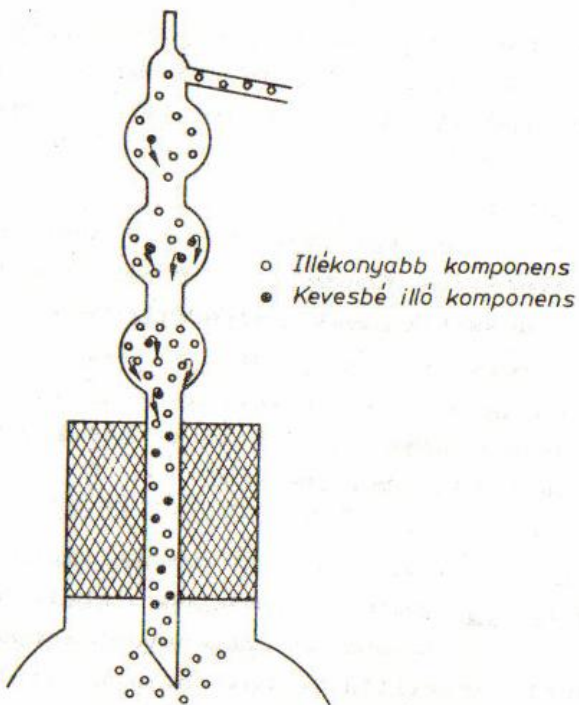
Vízgőzfejlesztő kazánnal kibővített egyszerű desztilláló berendezés. A laboratóriumi munkában a kazánt gyakran hosszúnyakú lombikkal helyettesítik (gőzfejlesztő lombik). A nyomáskiegyenlítő cső a biztonsági szelep szerepét tölti be. Hűtésre Liebig hűtőt használunk.



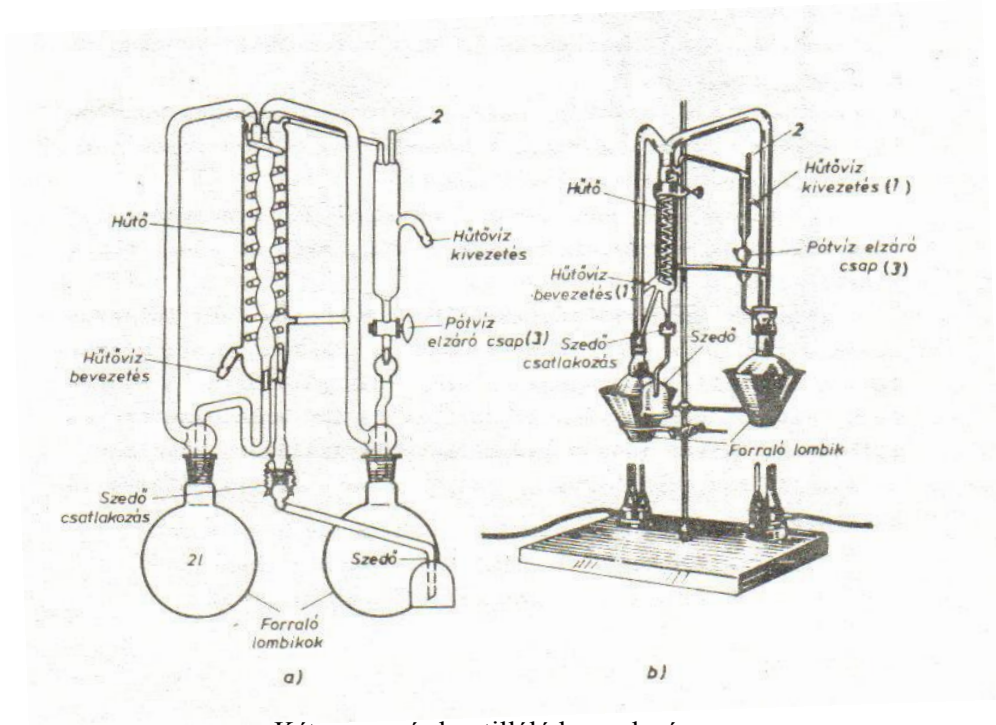
Vízgőzdesztillációs berendezés

4. Frakcionált desztilláció

A desztilláló lombik és a szedő közé feltéteket iktatunk be.

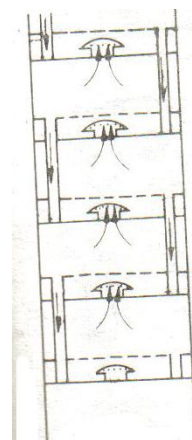
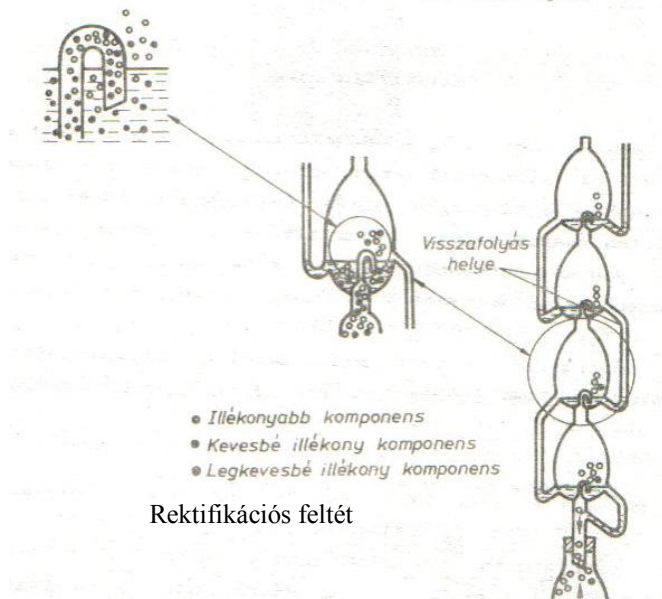


Wüztz--féle feltét működése

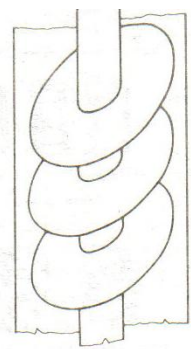


Kétszeres vízdesztilláló berendezés

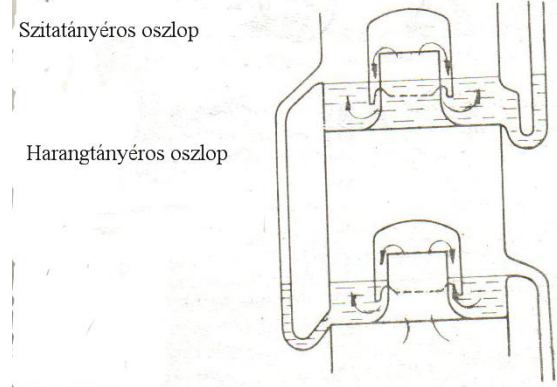
5. Rektifikálás



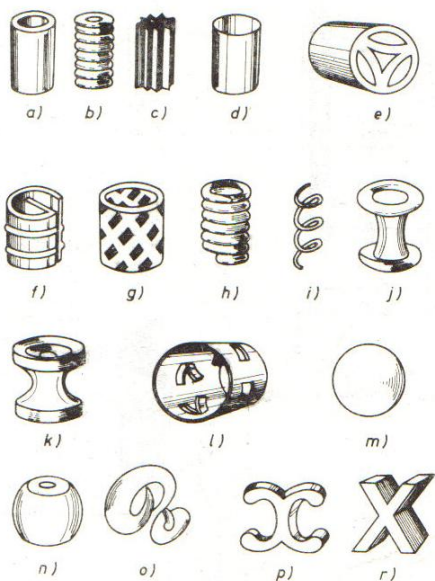
Sztatányéros oszlop



Spirál kolonna

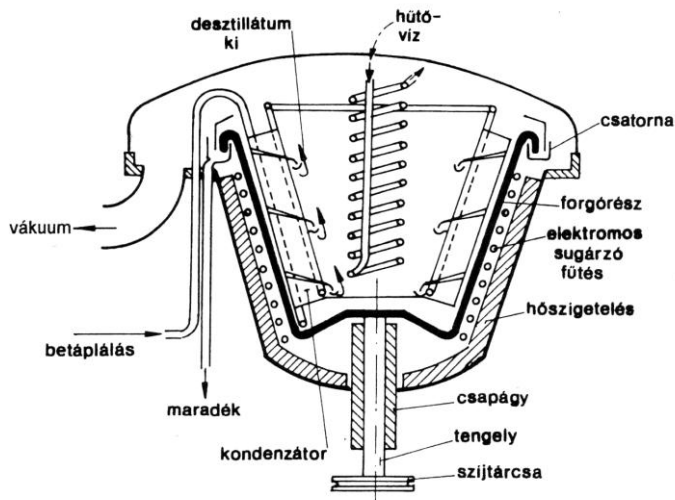


Harangtányéros oszlop



Töltetek

a) Rashig gyűrű; b) Rashig gyűrű keresztirányú barázdákkal; c) Rashig gyűrű hosszirányú barázdákkal, d) Rashig gyűrű huzalszítaszövetből; e) Rashig gyűrű belső felületekkel; f) Prym gyűrű; g) Intos gyűrű; h) Csigatöltet (tömör spirál-töltet); i) Wilson spirál; j) orsó töltet; k) tárcsa töltet; l) Pall gyűrű; m) golyó töltet; n) Kirschbaum--féle tojás-test; o) Berl--féle nyeregtöltet; p) ikertest; r) csillagtest



Hickmann-féle centrifugális rendszerű molekuláris desztillálókészülék

VI.Desztillálási műveletek biztonságtechnikája (szerelési szabályok, desztillálás kivitelezése, alkalmazott védőfelszerelések)

1.Légköri desztillálás:

Desztilláló készülék részei:

- desztilláló (elpárolgató) edény páraelvezetővel, hőmérővel,
- a hűtő és
- szedő

Nagyon tisztán és kényelmesen lehet dolgozni olyan üveggészülékekben, amelyeket szabványos csiszolatos részekből állítanak össze. A csiszolatos készülékek szerelésekor azonban vigyázni kell arra,

hogyan egymáshoz illeszkedő csiszolatos eszközöket feszültségmentesen kell befogni, mert könnyen eltörhetnek.

A lombikot félig, kétharmadig töltjük a desztillálható folyadékkal. A túlhevülés elkerülésére, az egyenletes forrás biztosítására – még a lepárlás megkezdése előtt – néhány darab forrkövet teszünk a lombikba. Ha a forrás közeli hőmérsékletű anyagba dobnánk forrkövet, akkor az felhabzik, kifuthat és égési sérülést, tüzet okozhat. Ha mégis ilyen helyzetbe kellene ezt megtenni, akkor az anyagot előbb vissza kell hűteni és úgy beadagolni a forrkövet.

A hűtőbe a hűtővizet az alsó csonkon kell bevezetni, és a felsőn kivezetni, ellenkező esetben a köpeny nem telik fel, a víz a falon csak lecsorog. A gőz és a hűtővíz ellenáramú haladása tökéletesebb kondenzálást tesz lehetővé.

A lepárlólombik melegítését úgy szabályozzuk, hogy a lepárlás sebessége ne legyen túl nagy. Gyors lepárlásnál a lombikban túlnyomás jön létre, aminek következtében a leolvasott hőmérséklet nem felel meg az atmoszférikus forráspontnak. A lombikba helyezett folyadékot alkalmas fürdővel vagy elektromos fűtéssel melegítjük.

A desztilláció kezdetén a hőmérő higanyszála emelkedik, az ilyenkor átdesztillálódó gőzök összetétele változó. Ezt a terméket előpárlatnak nevezzük. Ha a hőmérő állandó értékre beáll, és legfeljebb csak 1...2 °C az ingadozás, új szedőbe gyűjtjük össze az ún. főpárlatot. A főpárlat állandó összetételű termék. A forralás ütemét úgy válasszuk meg, hogy a szedőbe a párlat 60...65 csepp/perc sebességgel csepegjen. Ha a desztillált folyadék nagyon illékony, célszerű a szedőt is hűteni. A desztilláció befejezése előtt a hőmérséklet emelkedni fog, ilyenkor az ún. utópárlat desztillálódik át. Az utópárlatot ne engedjük a főpárlathoz, új szedőbe gyűjtjük össze.

Előfordulhat, hogy a folyadék a desztilláció alatt nagyon habzik. A habzást vizes oldat esetén néhány csepp szilikon olajjal szoríthatjuk vissza. Ha az egyes desztillációs elegyekben a habzás veszélye fennáll, akkor a biztonság kedvéért a desztilláló lombik és a hűtő közé habzásgátló feltéteket iktatunk.

A desztillálás megindulása után itt is közel állandó a hőmérséklet, amely a tiszta oldószer forráspontjánál kissé magasabb.

A lepárlást úgy fejezzük be, hogy a lombikban még maradjon folyadék.

Egészségre ártalmas, vagy tűzveszélyes anyag desztillálásakor légzőcsővel ellátott, zárt szedőedényt kell alkalmazni, amely a vegyifülke elszívókürtőjébe szellőzik.

A desztillálás eredménye: desztilláló lombikban a maradék (tömény oldat), a szedő lombikban a párlat (illékony folyadék).

2. Vákuumdesztillálás:

Csak sértetlen és jól illeszkedő berendezéseket szabad összeilleszteni, a csatlakozásoknál a feszülés nem engedhető meg. A készülékeket az esetleges széttörés esetére körül kell határolni védőlemezekkel. A vákuumot óvatosan kell rákapcsolni, el kell kerülni a hirtelen nyomásváltozást. Ugyanígy kell eljárni a megszívás megszüntetése után a levegő beengedésekor is. Így elkerülhető a gyors nyomásváltozásból származó szétrobbanás. Ha a szerelés hibátlan, a gömblombik feltölthető de csak 2/3 térfogatig, majd a kapillárist és a hőmérőt kell elhelyezni. Ezután a gömblombik alá kell helyezni a hideg fürdőt, amelyben annyi hőközlő anyagnak szabad csak lennie, hogy a szabad térfogatban elérjen a lombik széttörésekor kifolyó anyag is. A rendszer fokozatos megszívása úgy történjék, hogy a kapillárisnál buborékolás jelentkezzen. A melegítést elkezdni csak a kívánt vákuum beállítása után szabad. Számítani kell minden óvatosság ellenére a rendszer váratlan összeroppanására is, ezért a berendezés közelében is arcvédő pajzsot kell használni.

Tűzveszélyes anyag desztillálásakor a nyílt lángot kerülni kell. Ha ez nem oldható meg, akkor az égési kézsérülések elkerülésére, azbesztkesztyűt célszerű használni.

Védeni kell a rendszert a beáramló hideg levegőtől is, de leginkább a ráfröccsenő víztől! Leálláskor – ha a desztillációnak vége van, vagy más miatt abba kell hagyni, pl. áramkimaradásakor – meg kell szüntetni a fűtést, el kell zárni a desztillálórendszer és a vákuumrendszer közötti csapot. A sorrendet nem szabad felcserélni. A levegőt a kapillárison keresztül lehet beengedni, nyomáskiegyenlítés céljából. Más megoldás pl. ha a vákuumrendszer tömlőjét Hoffmann- szorítóval elzárjuk, majd megbontjuk a csővezetékét és a szorító fokozatos lazításával engedünk levegőt a rendszerbe. Ujrindítás előtt az anyagot szobahőmérsékletre kell hűteni, mert könnyen felhabzik.

Abban az esetben, ha szüneteltettük a folyamatot és úgy indítjuk újra, hogy a rendszer még meleg, akkor a vákuumtömlőn keresztül csak óvatosan csökkenthetjük a légnyomást, mert a meleg anyag könnyen felhabozhat a hirtelen nyomáscsökkenés következtében. Ez megoldható a szorító fokozatos lazításával, vagy úgy is, hogy a kellően hosszú gumicsövet kézzel megtörjük az indításkor és a szorítást enyhítve, befolyásoljuk a vákuum kialakulását. Csak akkor szabad a fűtést folytatni, ha a forrás normálissá válik.

Az egyenletes forrás érdekében forrkő helyett a desztillálás során levegőző kapillárist használunk. A levegőző kapilláris fojtás, amin keresztül a szívott rendszerbe levegő áramolhat be. Egyes esetekben a kapilláris állítható, szűkíthető ill. bővíthető. Amikor a forrás intenzitása megnő, a kapillárison keresztül beáramló levegő mennyiségét csökkenthetjük.

Ha a folyadékból kilépő gőz mennyisége megnő, a folyadékelegy kissé lehűl a forrás intenzitása csökken. A kapillárison beáramló levegő mennyiségét növelve, a folyadéktér felett a nyomás megnő, a folyadékelegy hőmérséklet is nőni fog, és a forrás intenzitása ismét megnövekszik. Ily módon a gőztér nyomásának egy kis mértékű változtatásával a forrás egyenletessé tehető.

A kapillárist a lombikban úgy helyezzük el, hogy annak alsó vége majdnem érintse az edény legmélyebb pontját.

A vákuum alkalmazásakor nehezen oldható meg a szedőcsere, mert ilyenkor az egész berendezést vákuummentesíteni kell. Szedőfeltétek alkalmazásakor a szedő folyamatosan, működés közben cserélhető.

Desztillálás alatt állandóan figyeljük a nyomásmérőt mert megváltoztatásával változik a forráspont is.

A vákuumgép elé mindig tegyünk csapdát az oldószergőzök felfogására, mert azok a gépet tönkreteszik.

3. Vízgőzdesztilláció:

Legtöbbször a forráspontján bomló anyagok desztillációjára, tisztítására használják.

Berendezése: egy vízgőzfejlesztő kazánnal kibővített egyszerű desztilláló berendezés. A laboratóriumi munkában a kazánt gyakran hosszúnyakú lombikkal helyettesítik. A nyomáskiegyenlítő cső a biztonsági szelep szerepét tölti be. Ha a gőzbevezető cső valamilyen okból eltömődne, a gőz nem a kazánt veti szét, hanem a folyadékot nyomja ki a nyomáskiegyenlítő csövön keresztül.

A vízgőzfejlesztő kazánt 2/3 részéig töltjük meg vízzel és a nyomáskiegyenlítő csövet úgy állítják be, hogy csaknem az edény fenekéig érjen. A kazánban levő víz melegítése közben megkezdjük a desztilláló berendezés összeszerelését. A kazánt csak akkor kapcsoljuk a berendezésre, ha a bevezető cső már jól átmelegedett, és a fejlődött gőz nagy része kondenzálódás nélkül áramlik ki rajta. A kondenzálódás elkerülése érdekében célszerű a desztilláló anyagot előmelegíteni.

A desztilláló anyag tulajdonságai megszabják a desztilláló lombik alakját. A lehető legkisebb lombikot válasszuk, de a desztilláló anyag max. 1/3-ad részét veheti csak igénybe. Habzásra hajlamos anyagokhoz hosszúnyakú lombikot használjunk.

Szinte kivétel nélkül Liebig hűtőt használunk. Ha a desztillátum a hűtőben fagy, rövid időre zárjuk le a hűtővizet. A desztilláció végét az olajos fázis eltűnése jelzi. A szedőből a vízzel kevert párlatot választótölcsérbe téve kettéválasztjuk.