

14. Ismertesse a desztillálási műveletek biztonságtechnikáját!

- A légköri desztillálás mint elválasztási művelet biztonságos megvalósítása
 - szerelési szabályok
 - desztillálás kivitelezése
- A vákuumdesztillálás mint elválasztási művelet biztonságos megvalósítása
 - szerelési szabályok
 - desztillálás kivitelezése
- A vízgőzdesztillálás mint elválasztási művelet biztonságos megvalósítása
 - szerelési szabályok
 - desztillálás kivitelezése
- Az alkalmazott védőfelszerelések

A desztilláció (desztillálás, lepárlás) folyadékelegyek szétválasztására, illetve 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. A folyadékelegyet részben vagy egészben elpárologtatják, s a keletkezett gőzöket térben elkülönítve hűtéssel cseppfolyósítják. Az elegyek gőzének összetétele általában nem azonos a folyadékéval, hanem az illékonyabb komponensek feldúsulnak a gőzben. Az összegyűjtött desztillátum összetétele közelítőleg azonos a forralóban fejlesztett gőz összetételével. Ilyen módon egyszeri desztillálással nem lehet tökéletesen szétválasztani az alkotórészeket, mert a gőz nemcsak a kívánt forráspontú alkotórészt tartalmazza, hanem az alacsonyabb és magasabb forráspontúakat is.

Valamely szakaszos lepárlás befejezése után, a kiindulási elegy forralóedényben maradó részét, amely túlnyomórészt a nehezebben illó komponenseket tartalmazza, desztillációs maradéknak nevezzük.

Nagy tisztaságú termék előállítására céljából az elsődleges desztillátumot újból desztillálni kellene, így módon egyre tisztábban nyernénk ki a kívánt anyagot.

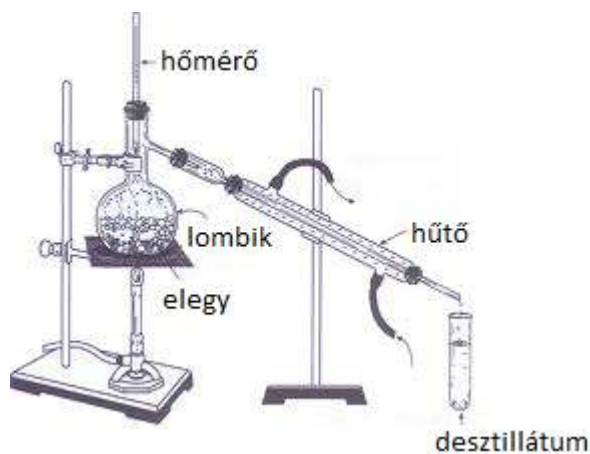
Ha a lepárló berendezés forralóedényből, kondenzátorból (hűtőből) és szedőedény(ek)ből áll, akkor ez a berendezés az **egyszerű desztilláció** (egyenáramú vagy légköri desztilláció) műveletének végrehajtására alkalmas.

A desztilláló berendezés részei:

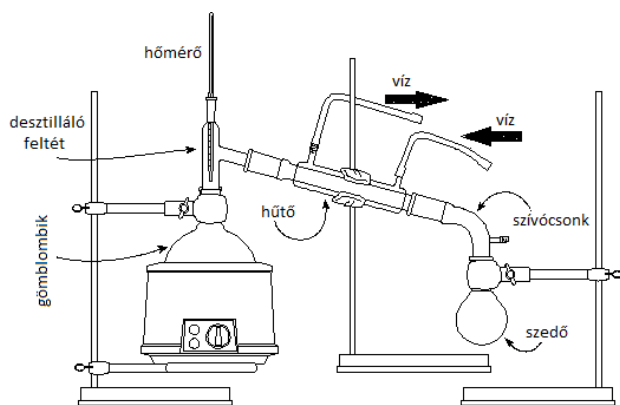
- desztilláló (elpárologtató) lombik páraelvezetővel és hőmérővel
- hűtő, golyóorr, szedő.

Desztilláló lombikként használhatunk – a frakcionáló lombik helyett – kétfuratú dugóval ellátott gömblombikot is. A kétszer derékszögben hajlított páraelvezető cső a helytakarékos függőleges szerelést is lehetővé teszi. Szintén a függőleges szerelést teszi lehetővé a Claisen-feltét alkalmazása a páraelvezető cső helyett.

A függőleges hűtő alkalmazása előnyös abból a szempontból is, hogy a Liebig-hűtő helyett a hatékonyabb golyós és spirál hűtők is használhatók.



1. ábra
Légköri desztillálás frakcionáló lombik felhasználásával



Nagyon tisztán és kényelmesen lehet dolgozni olyan üvegekészülékekkel, amelyek szabványos csiszolattal vannak ellátva. A kényelemmel azonban együtt jár a nehézkes szerelés is: az egymáshoz illeszkedő csiszolatos eszközöket feszültségmentesen kell befogni, mert a drága eszközök könnyen eltörhetnek.

2. ábra
Légköri desztilláció csiszolatos eszközök alkalmazásával

Szintén ügyelni kell a szerelésnél alkalmazott fogókra. A lombikfogó akkor megfelelő méretű, ha íve megegyezik a frakcionáló lombik nyakának ívével. Ellenőrizni szükséges, hogy a fogó belső felületén nem sérült-e a posztó vagy parafa bevonat. Kerülni kell a fém-üveg érintkezést, mert a befogáskor könnyen törés következhet be.

A hűtő köpenyének csonkjaira gumicsövet kell húzni. Két dologra kell mindenképpen ügyelni: a megfelelő zárás érdekében a gumicső belső átmérője kisebb kell legyen a csonk külső méreténél, a csövet pedig megnedvesítve vagy csapzsírozva húzzuk a csonkra.

Vannak olyan folyadékok, illetve folyadékelegyek, amelyek légköri nyomású forráspontjukon bomlanak. Ezért ezeket csak **kíméletes desztillációval** lehet tisztítani, illetve komponenseikre szétválasztani. Egyik ilyen lehetőség a **vákuumdesztilláció**, amelynek során a berendezéseket csökkentett nyomáson működtetik, s így a folyadék a normális forráspontnál lényegesen alacsonyabb hőmérsékleten kezd forrni. Például *a sztirol forráspontján polimerizálódik*.

A folyadék fölötti tér nyomásának csökkentésével a forráspontot akár 100-200 °C-kal is lecsökkenthetjük.

A vákuumdesztillációhoz leggyakrabban Claisen-feltéttel ellátott lombikot használunk. A feltét egyik nyakába kapilláríst, a másikba hőmérőt helyezünk.

A vákuumot laboratóriumban vízsugár- vagy olajgyűrűs-szivattyúval állítunk elő. A szivattyú és a desztilláló készülék közé minden esetben teszünk egy előtépalackot is, lehetőleg csappal ellátva. A rendszerben lévő vákuumot a csap megnyitásával szüntethetjük meg. Az előtépalack megakadályozza a desztilláló anyag szivattyúba jutását. Vákuum létesítéséhez erősebb falú gumicsövek, ép dugók, jól záró csiszolatos és csapok szükségesek. A vákuum-desztillációkor a védőszemüveg használata kötelező.

A desztillálás megkezdése előtt a tömítéseket ellenőrizni kell.

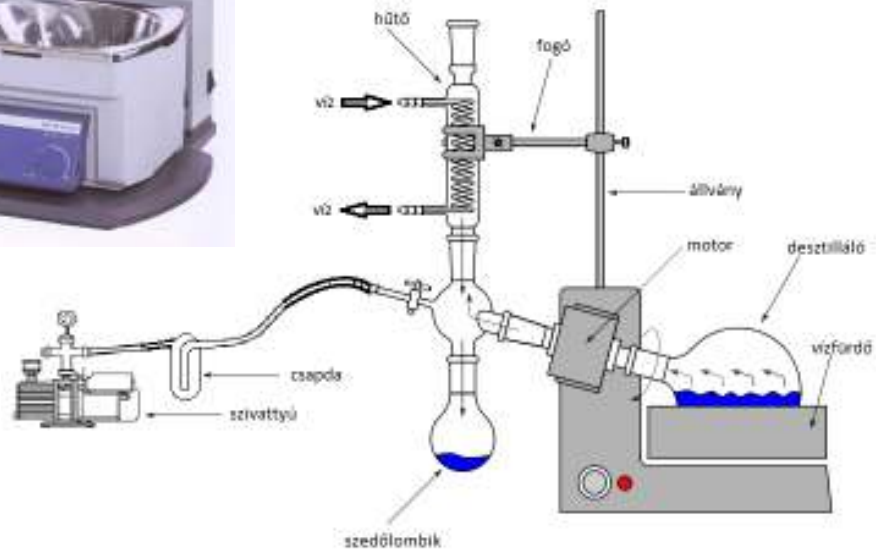


3. ábra
Csiszolatos vákuumdesztilláló készülék Claisen-feltéttel

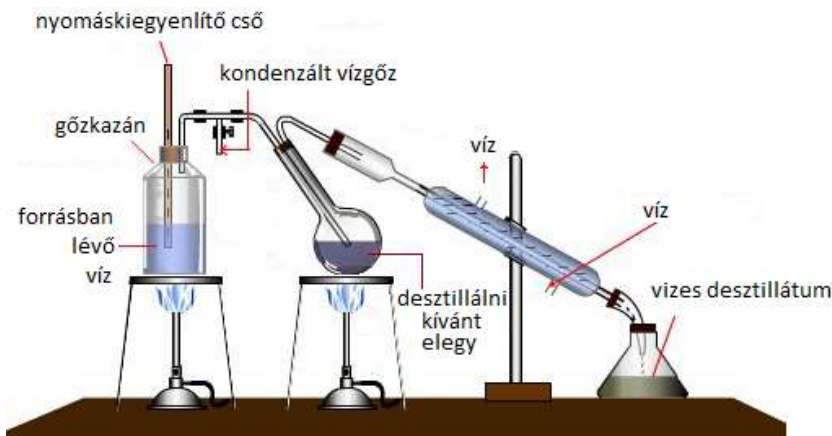


Vákuumbepárlásra igen jól alkalmazható a rotációs készülék („rotadeszt”) (4. kép és 5. ábra). A bepárlandó folyadék kis részletét ferdén elhelyezett gömbömbikba tesszük, amely melegítő fürdőbe merül. A lombikot motorral lassan forgatjuk, miközben a lombik falán nagy felületű folyadékfilm keletkezik, amely vákuumban forrás nélkül is gyorsan desztillál.

4. kép és 5. ábra
Egy rotadesztről készült fénykép és sematikus rajz



Egy másik kéméletes desztillációs módszer a **vízgőzdesztilláció**. Ezt vízzel nem elegyedő folyadékok esetében alkalmazzuk. Ennél a módszernél a folyadékok azon tulajdonságát hasznosítjuk, hogy keverékek feletti gőznyomásuk ugyanakkora, mint tiszta állapotban. Ezért az összes gőznyomást az alkotók tiszta állapotához tartozó tenzióinak összegeként kapjuk meg. A keverék akkor forr, ha az összes gőznyomás megegyezik a külső nyomással: tehát a keverék forráspontja alacsonyabb, mint bármelyik tiszta komponensé, és mindaddig állandó, míg valamelyik komponens el nem párolog. Így a viszonylag nagy moláris tömegű szerves folyadékok vízzel gazdaságosan desztillálhatók, a kondenzátumban a két anyag önként elválék egymástól. A művelet nagy előnye, hogy egyszerűbb eszközökkel megvalósítható, mint a vákuumdesztilláció, de energiaszükséglete nagy.



6. ábra
Vízgőzdesztillációs berendezés

A berendezés egy gőzfejlesztő kazánból, gőzbevezető és gőzelvezető csövekből, hosszú nyakú lombikból, hűtőből és szedőből áll. A majdnem a kazán aljáig érő nyomáskiegyenlítő cső biztosítja a szükséges túlnyomást, és a gőzút esetleges eltömődé-

sekor megakadályozza a készülék robbanását. Nagy nyomás fellépésekor a kazánban lévő víz a nyomáskiegyenlítő csövön távozik. Vigyázzunk arra, hogy ez a forrásközeli hőmérsékletű víz ne okozzon égési sérülést.

A desztillálás befejezésekor először a kondenzvíz leeresztő csapot nyitjuk ki, és csak azután oltjuk el a kazán alatt lévő égőt. Ellenkező esetben a lehűlt kazánban fellépő vákuum a lombik tartalmát beszívhatja a kazánba.