

## DESTYLACJA

Destylacja jest jedną z metod oczyszczania substancji. Stosuje się ją w celu oddzielenia substancji lotnych od mniej lotnych zanieczyszczeń lub do rozdzielenia mieszaniny kilku cieczy różniących się temperaturami wrzenia.

Proces destylacji polega na przeprowadzeniu cieczy w stan pary, a następnie skropleniu w celu ponownego przeprowadzenia w ciecz. Substancję oczyszczoną ogrzewa się w kolbie destylacyjnej. Temperatura cieczy rośnie i jednocześnie wzrasta ciśnienie par nad cieczą, aż do osiągnięcia stanu wrzenia, tj. do momentu, gdy prężność par osiągnie wartość równą ciśnieniu nad ogrzewaną cieczą. Wtedy temperatura przyjmuje stałą wartość i nie zmienia się, mimo intensywnego ogrzewania, dopóki nie przedestyluje składnik wrzący w tej temperaturze. Całe dostarczone ciepło zostanie więc zużyte na przemianę cieczy w parę. Para przechodzi dalej do chłodnicy, gdzie zostaje oziębiona i skrapla się, spływając do odbieralnika.

Można wyróżnić cztery zasadnicze rodzaje destylacji:

- a. destylacja prosta – pod ciśnieniem atmosferycznym;
- b. destylacja próżniowa – pod obniżonym ciśnieniem;
- c. destylacja z parą wodną;
- d. destylacja frakcyjna z kolumną destylacyjną.

### PAROWANIE, WRZENIE I PRZEGRZANIE CIECZY.

Cząsteczki cieczy i cząsteczki gazu znajdują się w ustawicznym ruchu i zderzając się ze sobą wymieniają wzajemnie energię. Na powierzchni cieczy pewne cząsteczki, posiadające dużą energię mogą przejść do wolnej przestrzeni, tworząc fazę gazową danej substancji. Proces ten, zwiększający się ze wzrostem temperatury nazywamy parowaniem.

Gdy prężność par zrówna się z ciśnieniem zewnętrznym, wywieranym na powierzchnię cieczy, wówczas ciecz paruje nie tylko na powierzchni, ale i w całej objętości, o czym świadczą powstające wewnątrz pęcherze – następuje zatem wrzenie cieczy. Temperaturę, w której zachodzi ten proces nazywamy temperaturą wrzenia.

W czasie destylacji może wystąpić niekorzystne zjawisko zwane przegrzaniem cieczy. Jest ono spowodowane znacznym opóźnieniem w ustaleniu się równowagi między fazą ciekłą a gazową. Ciecz może być przegrzana do znacznie wyższej temperatury od jej normalnej temperatury wrzenia i mimo to nie będzie wrzeć. Aby uniknąć przegrzania cieczy, należy wrzucić do naczynia środki ułatwiające powstawanie drobnych pęcherzyków – tzw.

„zarodków” fazy gazowej. Tymi środkami mogą być np.: nie powlekany fajans, pumeks, lub jednostronnie zatopione kapilary. W czasie ogrzewania cieczy wydobywają się z nich pęcherzyki powietrza, które są zaczątkiem dużych pęcherzy pary, ułatwiając w ten sposób wrzenie cieczy. Kawałki potłuczony porcelany nie mogą być stosowane ze względu na brak porów i rysowanie szkła.

**Uwaga!** Nie należy do rozgrzanej cieczy wrzucać kawałków pumeksu czy innych ciał porowatych ze względu na niebezpieczeństwo gwałtownego wyrzucenia zawartości z naczynia, co może niekiedy powodować groźne poparzenia, a nawet pożar.

## DESTYLACJA PROSTA.

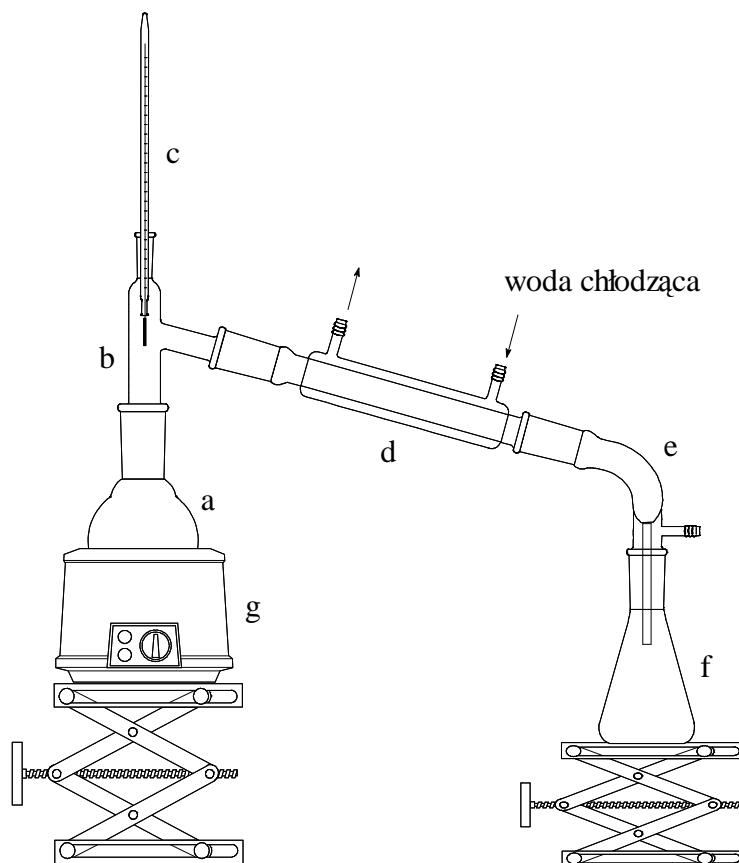
Ten rodzaj destylacji stosuje się do substancji, których temperatura wrzenia nie przekracza na ogół 200°C i do takich cieczy, które w charakterystycznych dla nich temperaturach wrzenia nie ulegają rozkładowi.

Stosuje się ją do rozdzielania mieszanin, w których tylko jeden składnik jest lotny lub temperatury wrzenia składników różnią się w sposób zasadniczy (co najmniej 80°C), bądź do odparowania rozpuszczalnika z roztworu.

Podczas destylacji prostej dzieli się destylat najczęściej na trzy frakcje: przedgon (zawierający łatwopalne zanieczyszczenia), frakcję główną (koncentrat oczyszczanego związku) oraz tzw. pogon (zawierający niewielką ilość zanieczyszczeń o wyższej temperaturze wrzenia). Pozostałość w kolbie destylacyjnej zawiera nielotne lub trudno lotne zanieczyszczenia.

Typowe zestawy aparatury do wykonania destylacji prostej składają się z następujących elementów: kolba, nasadka destylacyjna, termometr, chłodnica, przedłużacz i odbieralnik. Wielkość i rodzaj aparatury muszą być dobrane w zależności od ilości substancji, przewidywanej temperatury wrzenia oraz właściwości fizykochemicznych substancji. Kolba destylacyjna nie może być wypełniona bardziej niż do 2/3 jej nominalnej objętości. Większe wypełnienie kolby może spowodować zanieczyszczenie destylatu przez przerzucenie cieczy z kolby do odbieralnika związane z gwałtownym wrzeniem lub pienieniem się substancji, a niekiedy nawet rozerwanie aparatury.

Do cieczy o niskich temperaturach wrzenia (poniżej 150°C) używa się kolb destylacyjnych z wysoko osadzoną rurką kondensacyjną. Substancje o wysokich temperaturach wrzenia (powyżej 150°C) destyluje się z kolb o nisko osadzonej rurce kondensacyjnej.



Ryc. 13. Zestaw do destylacji prostej:  
 a – kolba destylacyjna, b – nasadka destylacyjna, c – termometr,  
 d – chłodnica Liebiga, e – przedłużacz, f – odbieralnik,  
 g – elektryczny płaszcz grzejny.

Do destylacji należy używać sprawdzonego i dopasowanego termometru. Kulka z cieczą termometryczną musi być całkowicie omywana przez pary substancji (nieprzestrzeganie tego stanowi źródło poważnych błędów w odczytywaniu temperatury wrzenia), a termometr musi mieć zakres dopasowany do przewidywanej temperatury wrzenia. Ciecz w kolbie należy zabezpieczyć przed przegrzaniem. W tym celu należy wrzucić do kolby tzw. kamyczki wrzenne (z reguły kawałki wyprażonego fajansu o rozmiarach ok. 5 mm). Rodzaj i długość chłodnicy powinny być dobrane do temperatury wrzenia cieczy. Dla cieczy o temperaturze wrzenia do 30°C najlepiej jest używać chłodnicy o płaszczu chłodzonym mieszaniną chłodzącą (np. aceton – stały CO<sub>2</sub>), od 30°C do 150°C chłodnicy z płaszczem wodnym, a powyżej 150°C stosuje się zwykle chłodnice powietrzne, ze względu na duże naprężenia, na jakie jest narażone szkło ogrzane do tych temperatur. Aparatura powinna być dobrana wielkością do ilości substancji. Użycie zbyt dużej aparatury powoduje znaczne straty ze

względu na dużą powierzchnię szkła zwilżonego warstewką cieczy i utratę ciepła przez dużą powierzchnię aparatury. W przypadku destylacji cieczy higroskopijnej stosuje się rurkę ze środkiem wiążącym wilgoć, którą dołącza się do przedłużacza. Jeżeli destyluje się ciecz, która w czasie ogrzewania wydziela niebezpieczne gazy lub pary, należy zastosować odpowiedni absorbent, lub w ostateczności podłączyć aparaturę do pompki wodnej przez T-rurkę. Aparatura do destylacji musi być dobrze zestawiona i szczelna, a jej wnętrze musi być bezwzględnie połączone z atmosferą.

### **Wykonanie destylacji:**

Po zestawieniu odpowiedniej aparatury napełnia się kolbę destylacyjną cieczą (kamyczki wrzenne!), po czym rozpoczyna ogrzewanie, obserwując jednocześnie zachowanie cieczy. Po pewnym czasie pojawiają się pierwsze krople destylatu. Wówczas reguluje się tempo destylacji tak, aby ciecz łagodnie wrzała, a szybkość destylacji nie przekraczała od 1 do 3 kropli na sekundę. Po niedługim czasie temperatura przestaje się podnosić i ustala się w granicach 1-2 stopni. Wówczas zmienia się odbieralnik zawierający przedgon i zbiera frakcję główną w nowym odbieralniku, dopóki termometr wskazuje stałą temperaturę. W momencie, gdy temperatura zaczyna wzrastać, zmienia się ponownie odbieralnik, zbierając tak zwany pogon, zawierający z reguły wyżej wrzące zanieczyszczenia. Kiedy w kolbie destylacyjnej pozostanie 1-3 cm<sup>3</sup> cieczy, przerywa się ogrzewanie, odłącza się odbieralnik i rozmontowuje aparaturę. Należy pamiętać, że destylacji nie prowadzi się do „sucha”, ponieważ można doprowadzić do niekontrolowanego rozkładu pozostałości w kolbie destylacyjnej.

### **DESTYLACJA Z PARĄ WODNĄ.**

Tą drogą można oczyścić substancje stałe lub ciekłe pod warunkiem, że substancja destylowana nie miesza się i nie reaguje z wodą i jest lotna z parą wodną, tzn. wykazuje w temperaturze bliskiej 100°C dość znaczną prężność par. Proces ten polega na przemianie substancji zawieszonych w wodzie w stan gazowy przy pomocy strumienia pary wodnej.

W destylacji z parą wodną wykorzystuje się fakt, że całkowite ciśnienie pary nasyconej nad układem nie mieszających się składników jest równe sumie ciśnień cząstkowych poszczególnych składników. Taka mieszanina osiągnie temperaturę wrzenia wtedy, gdy suma ciśnień cząstkowych poszczególnych składników zrównoważy ciśnienie atmosferyczne (ciśnienie zewnętrzne stosowane przy tej destylacji). Zatem temperatura wrzenia mieszaniny będzie zawsze niższa od temperatury wrzenia składnika najbardziej lotnego.

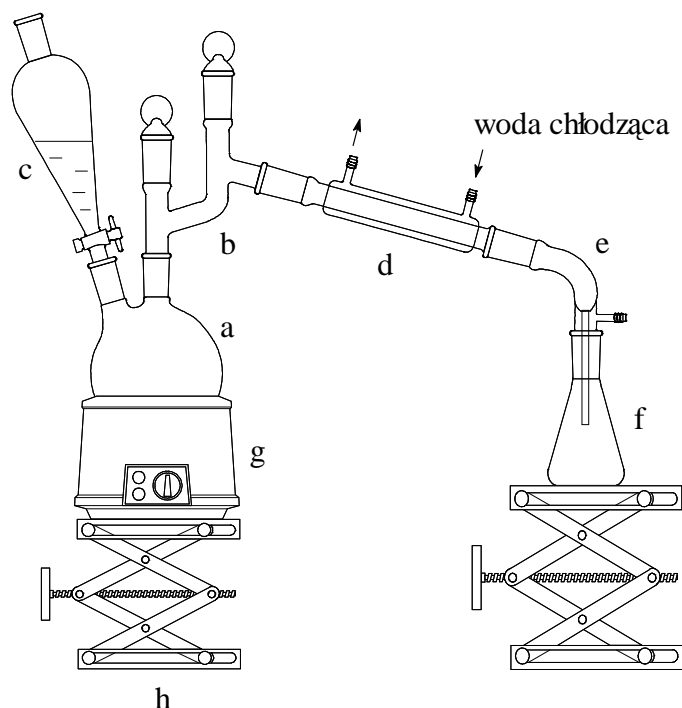
Aparatura do destylacji z parą wodną składa się: z kociołka blaszanego lub kolby kulistej do wytwarzania pary wodnej, kolby kulistej, w której umieszcza się ciecz do destylacji oraz chłodnicy i odbieralnika.

Parę wodną wytwarza się w kociołku, w którym montuje się dwie rurki. Jedna rurka sięgająca do dna zapobiega wciąganiu zawartości kolby destylacyjnej do kociołka, gdyby ciśnienie w nim nagle się obniżyło. Drugą łączy się z kolbą destylacyjną, poprzez rurkę sięgającą prawie do jej dna.

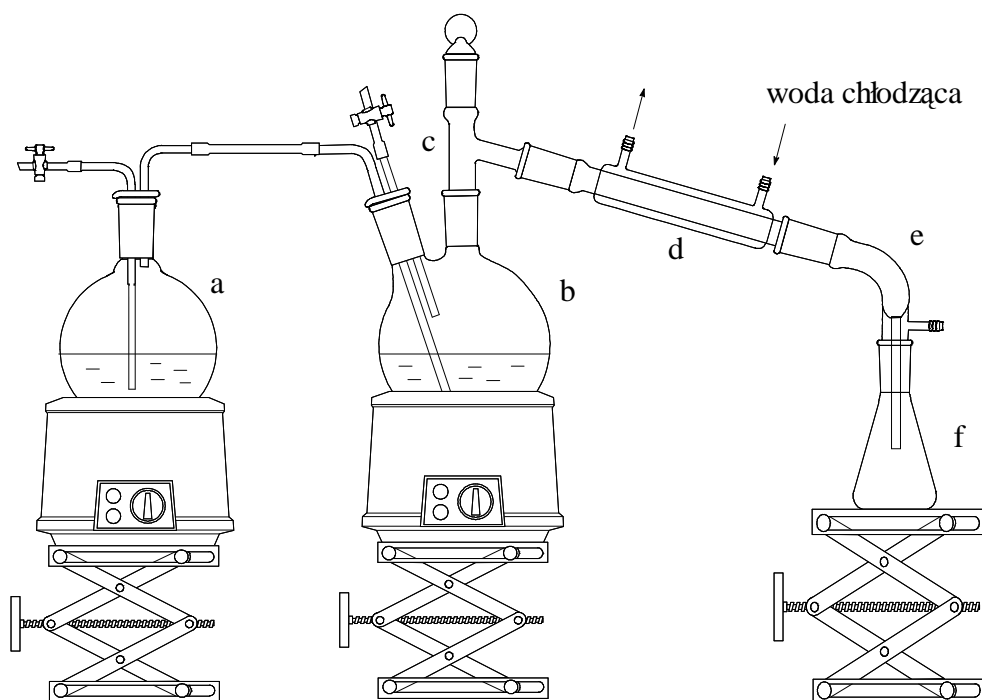
W destylacji wodnej uproszczonej (bez kociołków), woda spływając kroplami z wkraplacza wytwarza parę wodną bezpośrednio w kolbie destylacyjnej.

Gdy wodę w kociołku nagrzewamy, wentyl jest otwarty, a gdy woda wrze, wentyl zamykamy przy pomocy ściskacza, wprowadzając w ten sposób parę do kolby destylacyjnej.

Kolbę destylacyjną montuje się ukośnie, zapobiega to przerzuceniu cieczy z kolby do chłodnicy. Przewód gumowy łączący kociołek z nasadką powinien być jak najkrótszy, aby przechodząca para nie ulegała po drodze kondensacji. Po ukończeniu destylacji należy najpierw zdjąć ściskacz z wentyla, a następnie dopiero odłączyć grzanie.



Ryc. 15. Aparatura do destylacji z parą wodną (zestaw uproszczony):  
a – kolba destylacyjna, b – nasadka Claisena, c – wkraplacz,  
d – chłodnica, e – przedłużacz, f – odbieralnik,  
g – elektryczny płaszcz grzejny.



Ryc 16. Aparatura do destylacji z parą wodną przy użyciu kociołka:  
 a – kociołek, b – kolba destylacyjna, c – nasadka destylacyjna,  
 d – chłodnica, e – przedłużacz, f – odbieralnik.

### Wykonanie destylacji:

Kociołek napełnia się wodą do  $\frac{2}{3}$  pojemności, natomiast kolbę destylacyjną mieszaniną destylowanej substancji i wody, której objętość nie powinna przekraczać  $\frac{1}{3}$  pojemności kolby. Wodę w kociołku doprowadza się do wrzenia, a para wodna, która przedostaje się do kolby porywa cząsteczki substancji do chłodnicy, gdzie następuje skroplenie. W celu niedopuszczenia do kondensowania się dużej ilości pary wodnej w kolbie, należy ją lekko ogrzewać. W odbieralniku gromadzi się mieszanina substancji lotnej z parą wodną i woda. Destylacją prowadzi się do momentu, gdy skrapla się tylko czysta woda (destylat klarowny). W razie krystalizacji substancji organicznej w chłodnicy, należy zamknąć dopływ wody chłodzącej, co spowoduje ogrzanie i stopienie substancji, która bez przeszkód spłynie do odbieralnika. Wówczas należy dopływ wody chłodzącej uregulować tak, aby substancja nie zestaliła się w chłodnicy. Po zakończeniu destylacji należy najpierw wyłączyć ogrzewanie kociołka i natychmiast odłączyć go od kolby, przez ściągnięcie węża gumowego z rurki doprowadzającej parę do kolby destylacyjnej. Zapobiega to wessaniu cieczy z kolby do kociołka.