

16.09.24.

35 гр.

Основи техніки лабораторних робіт.

Тема: Дистиляція.

Тиск насиченої пари рідини є постійною величиною при даній температурі. При підвищенні температури рідини шляхом її нагрівання, тиск насиченої пари підвищується доти, доки він не стане однаковим із зовнішнім (атмосферним) тиском. Після цього тиск насиченої пари не змінюється, як би не нагрівали рідину. Надлишок теплової енергії переходить повністю в теплоту паротворення (випаровування), а температура буде залишатись постійною до того часу, поки вся рідина не випарується.

Температура кипіння - індивідуальна величина для

кожної хімічно чистої речовини (може змінюватись тільки із зміною зовнішнього тиску), для ідентифікації чистої речовини та визначення її чистоти. При зменшенні зовнішнього тиску знижується також температура кипіння рідини, тому то нормальна температура кипіння рідини та, при якій рідина кипить, знаходячись під дією нормального тиску 101 324,72 Па, або 760 мм рт. ст.

_ Властивість рідини змінювати температуру кипіння при зміні зовнішнього тиску використовують часто при перегонці речовин.

"Так, якщо речовина при нагріванні і нормальному тиску розкладається, то застосовують перегонку при зменшеному тиску, що дозволяє перегнати рідину без її розкладу.

Пари, які утворюються при кипінні, конденсуються при охолодженні на стінках посуду, відвідних трубках та ін.

Процес кипіння рідини з утворенням парів і їх здатністю конденсуватися називається **дистиляцією або перегонкою**.

Перегонка є одним з способів очищення хімічних речовин.

-Розрізняють три способи перегонки рідини:

1- при звичайному тиску,

2- при зменшеному тиску

3- з водяною парою.

ПЕРЕГОНКА ПРИ ЗВИЧАЙНОМУ ТИСКУ

[Перегонку при звичайному тиску проводять, коли рідина має не дуже високу температуру кипіння і не розкладається при нагріванні. З цією метою використовують прилад, який складається з колби Вюрца, холодильника та приймача. Для запобігання бурхливому кипінню в колбу кидають кілька скляних капілярів, запаяних з одного кінця.

Дробна (фракційна) перегонка застосовується тоді, коли з суміші рідин з різними температурами кипіння необхідно виділити окремі компоненти, які не утворюють один з одним постійно киплячих рідин. В основі будь-якої дробної перегонки лежить закон фазової рівноваги в системі рідина - пара, відкритий Д. П. Коноваловим: «пара збагачена тим компонентом, додавання якого до рідини знижує її температуру кипіння». При повній конденсації такої пари утворюється рідина того ж складу, що й пара. При повторній перегонці цієї рідини спочатку утворюється пара, ще більш збагачена легкокиплячим компонентом. Отже, внаслідок багаторазової перегонки кожної

- першої фракції можна у кінцевому підсумку отримати в першій фракції останньої перегонки низькокиплячий компонент суміші. Остання фракція буде складатися з чистого високо-киплячого компонента початкової суміші.

В лабораторних умовах перегонку проводять за допомо-

гою дефлегматорів (рис. 34). Суть дії дефлегматорів полягає в тому, що внаслідок охолодження відбувається часткова конденсація пари і її температура знижується.

При цьому з складу конденсату (флегми) частково виво-

диться висококиплячий компонент, який конденсується в рідину: Слід пам'ятати, що дефлегматори не придатні для ректифікації суміші відносно близьких за кипінням рідин.

Часто перегонку краще проводити при зниженому тиску,

особливо в тих випадках, коли компоненти суміші мають близькі температури кипіння, але відносяться до різних груп органічних сполук, наприклад до спиртів і вуглеводнів. Відмінність температур кипіння таких речовин у вакуумі може бути значно більшою, ніж при атмосферному тиску, і поділ такої суміші буде відповідно легшим.

Апарат для отримання двічі дистильованої води показаний на рисунку 35. В апараті випаровується вода, яка

потім конденсується в охолоджувачі і окремо уловлюється.

Одноразово дистильована вода підлягає повторній перегонці, потім відводиться в приймач: Одержання одноразово і двічі дистильованої води відбувається безперервно.

Двічі дистильовану воду використовують у тих випадках, коли сліди забруднень, що є в дистильованій воді, одержаній в поширених мідних дистиляційних апаратах, заважають роботі.

'Апарат для подвійної дистиляції води монтується на стержневій стойці, яка кріпиться до металевої основи. Апарат, виготовлений із скла, складається з чотирьох частин:

двох дистилювальних колб, охолоджувача, обладнаного

дистилювальними насадками, та трубки з ковпаком, яка

використовується для відведення двічі дистильованої води.

Ці деталі з'єднуються між собою за допомогою шліфів, обладнаних пружинними металевими скобами і підсиленнями. Основні частини апарата - випарний котел та конденсаційний пристрій. Випарна установка вмонтована в стальний листовий кожух, покритий теплостійким лаком,!

Конденсаційна установка виготовляється з листової міді.

Із зовнішнього боку вона відшліфована, з внутрішнього - луджена. Всі поверхні апарата, які стикаються з водою, покриті оловом. Нагрівання котла здійснюється змієвиковими елементами, установленими в ньому і під ним. На дні парового котла у вигляді спіралі у бусах і металевих трубках розташовані канталові дротинки. В апараті продуктивністю 2,5 дм³/г є 2 нагрівачі, а в апараті продуктивністю 10 дм³/г - 4. Кожний нагрівач - це самостійний вузол. Котел цих апаратів може нагріватися і знизу розташованою ззовні електричною плиткою.

у апаратів продуктивністю 5 дм³/г нагрівання проводиться дев'ятьма вертикальними нагрівачами, в яких є також канталові спіралі, затягнуті в буси. У цих апаратів нагрівання знизу не застосовується. Пара, що утворюється, подається на пластинки, установлені в конденсаторі. Дистильована вода по зливній трубці надходить в прийомний резервуар.

ПЕРЕГОНКА З ВОДЯНОЮ ПАРОЮ

Очищення хімічних речовин шляхом перегонки з паром дає часто значно кращі результати, ніж звичайна перегонка або кристалізація. Перегонка з водяною паром, по суті,

в лише окремим випадком перегонки з паром.

З точки зору перегонки з водяною паром речовини мо-

жуть бути розділені на дві групи: речовини, які практично не розчинні у воді і не змінюють тиску пари при наявності води (вуглеводні, галоїдо- і нітропохідні вуглеводів); речовини, які розчинні у воді і сильно зменшують тиск пари при наявності води (кислоти, спирти, феноли, аміни).

В першому випадку масові кількості компонентів парової фази відносяться один до одного як добуток їх молекулярних мас і парціальних тисків при температурі кипіння:

- =

$M_1 \cdot P_1$,

$M_2 \cdot P_2$

де W_1 і W_2 - масові кількості перегнаної речовини і води в паровій фазі (отже, і в дистиляті); M_1 і M_2 - їх молекулярні маси; P_1 і P_2 - величини тиску пари.

• В другому випадку перегонка з паром визначається більш складними співвідношеннями, оскільки молекули таких речовин асоційовані і утворюють у водному розчині більш або менш стійкі гідрати. Перегонка з паром характеризується лише константою, обчисленою емпірично (дослідним шляхом) на основі установлюваного складу дистиляту:

$K =$

$\lg K_1 - \lg K_2$

$lg V_1 - 1g V_2$

')

де K - відносна леткість речовини з парою; K_1 і V_1 - процентний вміст речовини і води в перегонній колбі на початку будь-якого періоду перегонки; K_2 і V_2 - відповідні кількості речовини і води в кінці цього періоду.

Використовуючи перегонку з водяною парою, можна

регенерувати нелеткі тверді речовини з їх розчинів у висококиплячих розчинниках, таких, наприклад, як нітробензол ($t_{\text{кип.}} = 200^\circ\text{C}$). Речовини, нелеткі з водяною парою, можна очистити від слідів розчинників при порівняно низькій температурі (рис. 36), або після зруйнування азотовмісних сполук за К'єльдалем перегнати

аміак, використовуючи

апарат Парнаса-Вагнера.

Д\3 Опрацювати тему.