

28.12.22.

15 група

Процеси випарювання та упарювання.

Тема: Перегонка при високому вакуумі

Перегонка при високому вакуумі(Молекулярна, або пряма, перегонка). Звичайна вакуум-перегонка, коли розрідження створюється водоструминним насосом, проводиться при відносно невисокому вакуумі, близько 5-10 мм рт. ст. Однак є багато речовин, перегонка яких протікає з розкладанням навіть при такому вакуумі. У цих випадках застосовують молекулярну перегонку. Вона являє собою процес поділу переважно рідких сумішей шляхом вільного випаровування в вакуумі порядку 10^{-3} - 10^{-4} мм рт. ст. при температурі значно нижче їх температури розкладання. Зазначений процес проводиться, якщо поверхні випаровування і конденсації розкладені на відстані, меншій довжини вільного пробігу молекул речовини, що переганяється (20-30 мм). Як змінюється середня вільна довжина пробігу молекул в залежності від тиску видно з наступного прикладу:

Молекулярний Тиск Середня довжина

вага мм рт. ст. вільного пробігу, мм

800 $3 \cdot 10^{-3}$ 25

800 $1 \cdot 10^{-3}$ 50

Метод молекулярної, або прямий, перегонки набуває особливої важливості при роботі з високою температурою речовинами, чутливими до нагрівання, т. Е. Термічно нестійкими, легко розпадаються ще до досягнення температури кипіння. Для перегонки неорганічних речовин цей метод використовується рідко.

Молекулярна перегонка дозволяє здійснювати тільки два процеси: очищення речовин і відділення їх від нелетких домішок смолистого характеру.

Для проведення зазначеної перегонки запропоновано багато різних апаратів, як одноступінчатих, так і багаступених. В основі роботи багатьох приладів для молекулярної перегонки лежить принцип плівкового випаровування, коли очищається речовина надходить у вигляді плівки товщиною від 0,1 до 1 мм. Такий прийом найбільш вдалий. Випаровування з поверхні плівки, як уже вказувалося, відбувається швидше, ніж з маси, і знаходиться в зворотній залежності від товщини плівки. Крім того, плівку в разі необхідності легше нагрівати і витримувати при потрібній температурі. Отримані фракції можна піддати повторній перегонці з метою отримання більш ретельно очищеного продукту.

Вакуум близько 10^{-3} - 10^{-5} мм рт. ст. досягається за допомогою двоступеневого олійно-дифузійної насоса, що формує частину приладу і приєднується до олійно-повітряному насосу, бажано також двоступінчастим. Олійно-дифузійний насос має пристосування для нагрівання електрикою.

Продуктивність установок або приладів для молекулярної або прямий перегонки рідко буває вище 10 - 20 см³/ Ч.

Одним з вдалих приладів для молекулярної перегонки є випарник, показаний на рис.422. При роботі з будь-яким приладом для молекулярної перегонки насамперед слід звільнити переганяти речовина від розчинених у ньому газів і легколетких речовин. Якщо цього не зробити, може статися вспенивание, що утруднить перегонку

або зробить її абсолютно неможливою. У деяких установках пристосування для видалення газу сконструйовано на зразок теплообмінника, в який вводять речовину через крапельну воронку або капіляр.

На рис.423 показаний лабораторний апарат, за допомогою якого підвищення вибіркової досягається багаторазовим випаровуванням. Апарат повільно обертається по осі симетрії. Речовина, що знаходиться в зоні 2, при цьому повністю випаровується. Після, конденсації в першій ділянці холодильника воно потрапляє до другого ділянку випарника. Цей процес повторюється до тих пір, поки дистилат збереться в зоні 7.

Для отримання кількох фракцій прилади для молекулярної дистиляції іноді влаштовуються так, що залишок від однієї дистиляції піддається ще раз перегонці при більш високій температурі. Щоб здійснити цей процес, в прилад вбудовують циркуляційний насос, за допомогою якого залишок можна знову перекачати вгору. На рис.424 показаний прилад, в якому процес повторюється в результаті того, що апарат в необхідний момент перевертається. Цей процес можна повторювати багаторазово. При іншому методі кілька випарників поміщають один за іншим, причому залишок переходить від апарату до апарату і піддається впливу високої температури перегонки.

Про перегонці під вакуумом потрібно пам'ятати наступне:

1. Збираючи прилад, треба добре підібрати пробки, обов'язково гумові. Переконавшись, що прилад зібраний правильно, треба вимити окремі частини його (колбу, холодильник і приймачі), ретельно висушити і знову зібрати остаточно.
2. Перш ніж нагрівати колбу Клайзена, слід перевірити, яке розрідження виходить при роботі вакуум-насоса. Якщо буде помічено, що ртуть в запаяному коліні манометра не опускається або не вдається досягти потрібного розрідження, перевіряють місця з'єднань і ущільнюють ті з них, через які проходить повітря.
3. Температуру треба піднімати повільно. Чим повільніше йде перегонка, тим краще. У приймач має капати максимум однієї краплі в секунду, краще - навіть рідше.
4. Після закінчення перегонки відключають прилад від вакуум-насоса. Потім дуже обережно і можливо повільніше впускають повітря. При цьому слід спостерігати за манометром. Ртуть в лівому коліні повинна підніматися повільно. Коли вона заповнить все коліно, повітря можна впускати сміливіше, але не відразу.
5. При розбиранні приладу насамперед відокремлюють приймач, а потім колбу Клайзена; з останньої відразу ж виймають термометр і капіляр.
6. При фракційної перегонці не можна плутати фракції.
7. Якщо робота ведеться з дефлегматором, треба бути обережним, щоб не зламати його.
8. За роботою масляного вакуум-насоса потрібно постійно стежити.