

11.	DESTILACE ZA SNÍŽENÉHO TLAKU (vakuová destilace)	Forma provedení na ZŠ: D Časová náročnost : 30 min Vysvětlivky: D – demonstrační pokus
<u>Princip:</u> Jedná se o jeden z nejdůležitějších způsobů oddělování složek kapalných směsí a jejich čištění. Složky směsi, jejichž teploty varu se od sebe liší o více než 20°C, lze oddělit jednoduchou destilací, za předpokladu, že se při teplotě varu nerozkládají. Destilace spočívá v převádění kapalných látek pomocí zahřívání na látky plynné a v jejich následné kondenzaci chlazením zpět do skupenství kapalného. Kapaliny získané destilací se nazývají destiláty a zařízení, v němž destilace probíhá, nazýváme destilační přístroj. Jeho hlavními součástmi jsou: • zdroj tepla (jímž se destilovaná látka zahřívá), • destilační nádoba (v níž se destilovaná látka zahřívá), • teploměr (pro kontrolu teploty), • chladič (v němž zkapalňují páry látky) • předloha (nádobka, do které se jímá destilát). Části destilačního přístroje jsou spojovány pomocí zátek nebo zábrusů. Zdroje tepla musí být upraveny tak, aby byl stejnoměrně ohříván celý objem kapaliny. Z toho důvodu se užívá vzdušných, vodních olejových nebo parafinových lázní. Destilační nádoby se plní nejvýše do 2/3 celkového objemu a vkládají se do nich kousky pórovité pemzy nebo skleněné kuličky a střepy pro zabránění utajeného varu. Teploměr musí být tak dlouhý, aby nádobka se rtuť byla asi 10 mm pod postranním vývodem destilační baňky, čímž se zajišťuje měření skutečné teploty par. Volba chladičů se řídí teplotou varu látky. Jejich účinnost je tím větší, čím větší je obsah chladícího povrchu. Vodní chladiče využívají většinou protiproudového systému chlazení. Nástavce se využívají při destilacích zdraví škodlivých nebo snadno vznětlivých látek a zajišťují přímé napojení chladiče na předlohu a odvod nezkapalněných plynů mimo pracovní prostor. Nejjednodušší je provedení destilace za normálního tlaku. Pro destilaci látek, jejichž teplotu varu potřebujeme snížit, využíváme destilaci za sníženého tlaku. Pro látky, které je nutno chránit před rozkladem, využíváme destilace s vodní parou a pro látky blízkými teplotami varu se využívá frakční destilace, kterou provádíme v aparatuře, která umožňuje, aby se část zkondenzovaných par kontinuálně vracela do destilační baňky stékáním proti proudu par a tak docházelo k neustálému vypařování a kondenzaci. Jedná se tedy o opakovanou destilaci nebo-li rektifikaci, kterou provádíme v destilačních (rektifikačních) kolonách.		
<u>Pomůcky:</u> Claisenova baňka, teploměr se zábrusem, varná kapilára nebo varné kamínky, vodní vývěva, předloha ze silnostěnného skla (odsávací láhev), pojistná láhev, vakuové hadice, protiproudový chladič, nálevka, varné kuličky, nádoba pro vodní lázeň, plynový kahan, křížové svorky, držáky		
<u>Chemikálie:</u> kapalina pro destilaci – vodný roztok manganistanu draselného		
<u>Pracovní postup:</u> 1. Destilační zařízení sestavíme z Claisenovy baňky (příp. destilační baňky s Claisenovým nástavcem), do jehož ohnutého hrdla zasuneme zábrusový teploměr a do rovného hrdla varnou kapiláru, která zabraňuje utajenému varu. Claisenovu baňku umístíme do nádoby s vodou – vodní lázeň. 2. Claisenovu baňku napojíme na protiproudový zábrusový Liebigův chladič, který uchytíme pomocí křížové svorky a držáku do stojanu. 3. Protiproudový chladič napojíme přes zábrusovou alonž na předlohu ze silnostěnného skla (odsávací láhev), která snese podtlak. Upevníme ji držákem na laboratorní stojan 4. Na předlohu rovněž napojíme odsávací pojistnou láhev (Woulfovu) u níž je možno kohoutem regulovat podtlak. Ke spojování jednotlivých částí aparatury používáme vakuových zpevněných hadic. Celou aparaturu sestavujte pomocí obrázku na druhé straně karty pokusu.		

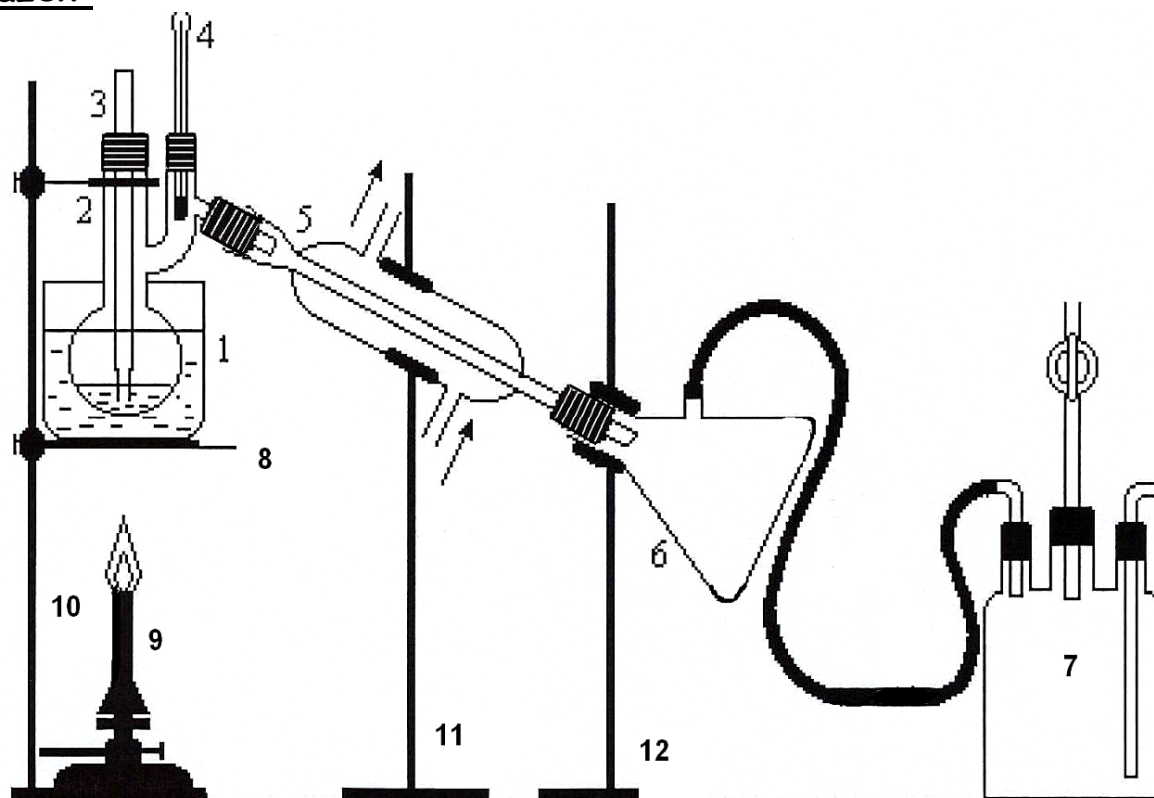
POZNÁMKA:

S aparaturou pro vakuovou destilaci musíme zacházet zvlášť opatrně. Předem zkontrolujeme neporušenost jednotlivých dílů a dříve než zapojíme vývěvu, nasadíme si ochranný obličejový štít, protože vlivem utajeného varu nebo poškozeného místa ve skle se může aparatura snadno roztříštit.

5. Kapalinu tj. vodný roztok manganistanu draselného, naléváme pomocí nálevky s dlouhým stonkem do otvoru, z něhož vyjmeme teploměr. Ten po nalití opět nasadíme do otvoru. Baňku plníme nejvýše do 2/3 objemu a přidáváme 3 – 4 varné kuličky. Potom pustíme do protiproudového chladiče vodu, zapojíme vývěvu a začneme zahřívát. Zdroj tepla volíme podle teploty varu látky. V našem případě je to plynový kahan

6. Od okamžiku zahřívání sledujeme teplotu na teploměru. Tato destilace se používá především pro destilaci organických látek, neboť při ní dochází, vlivem snížení tlaku, ke snížení teploty, při které látka přechází z plynného do kapalného skupenství. Většina z nich se totiž rozkládá již kolem teploty jejich bodu varu. Ve vakuu se dá teplota varu snížit i o více než 100°C.

7. Zdroj tepla odstraníme, jakmile již varná kapilára není ponořena do kapaliny, nebo jakmile teplota začne stoupat, což svědčí o konci destilace. Teprve po odstranění zdroje tepla zrušíme podtlak pomalým otevřením regulačního kohoutu Woulfovy láhve a uzavřeme přívod vody do vývěvy.

Obrázek:

1. nádoba s vodou (vodní lázeň)
2. Claisenova baňka
3. skleněná kapilára
4. teploměr
5. Liebigův chladič

6. silnostěnná odsávací baňka (předloha)
7. pojistná (Wolfova) láhev
8. žíhací kruh s keramickou sítkou
9. plynový kahan
- 10., 11., 12. laboratorní stojany

Otázky a úkoly:

Pro ověření si schopností praktické aplikace při výše uvedeného postupu proved'te destilaci za sníženého tlaku s vodou z vodovodu. Všimněte si, jak na změnách tlaku závisí teplota varu vody.

