



evropský
sociální
fond v ČR



EVROPSKÁ UNIE



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY



OP Vzdělávání
pro konkurenceschopnost



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

„Inovace bakalářského studijního oboru Aplikovaná chemie“
CZ.1.07/2.2.00/15.0247

Rektifikace (protiproudová destilace)

Úvod:

Z praktického hlediska slouží rektifikace k rozdestilování směsi látek, jejichž teploty varu se liší jen o několik stupňů. Jednoduchá destilace je v takovém případě málo efektivní, neboť výsledná směs se v zastoupení složek často liší od původní jen nepatrně a jsme nuceni destilaci i několikrát opakovat, což je proces velmi zdoluhavý a energeticky náročný. Proto byla vyvinuta metoda rektifikace, která umožňuje v jednom pracovním kroku od sebe oddělit jednotlivé složky.

Princip rektifikace:

V uzavřené nádobě se mezi kapalinou a její párou brzy ustaví dynamická rovnováha. Tato rovnováha je však při destilaci porušována, neboť neustále odvádíme páru a odebíráme kondenzát. Při destilaci směsi přechází do páry vedle nejtěkavějšího podílu i podíly méně těkavé a po čase se mezi jednotlivými podíly ustavuje rovnováha (závislá na teplotě). Značná část méně těkavých složek opět kondenzuje, kdežto nejtěkavější podíl zůstává v páře. Při klasické destilaci je oblast, v níž dochází k ustavování rovnováhy poměrně malá a rychlost odběru páry velké, tudíž se nestačí ustavit rovnováha a rozdělení ztrácí na účinnosti. Existuje několik možností jak přispět k dokonalejšímu ustavení rovnováhy:

- zvětšit oblast, v níž dochází k ustalování rovnováhy např. vložením svislé trubice mezi baňku a chladič
- zvětšit plochu uvnitř této oblasti, na níž může méně těkavější podíl kondenzovat.

Na větší ploše, kondenzují méně těkavé složky a stékají protiproudně dolů do baňky, čímž se zajistí dokonalá látková i energetická výměna kapalina-plyn a podpoří se ustavení rovnováhy, což příznivě ovlivní kvalitu rozdělení. Protiproudové destilaci se říká *rektifikace*. Svislé trubici mezi baňkou a chladičem či nástavcem se říká *rektifikační kolona*.

Teoretické patro:

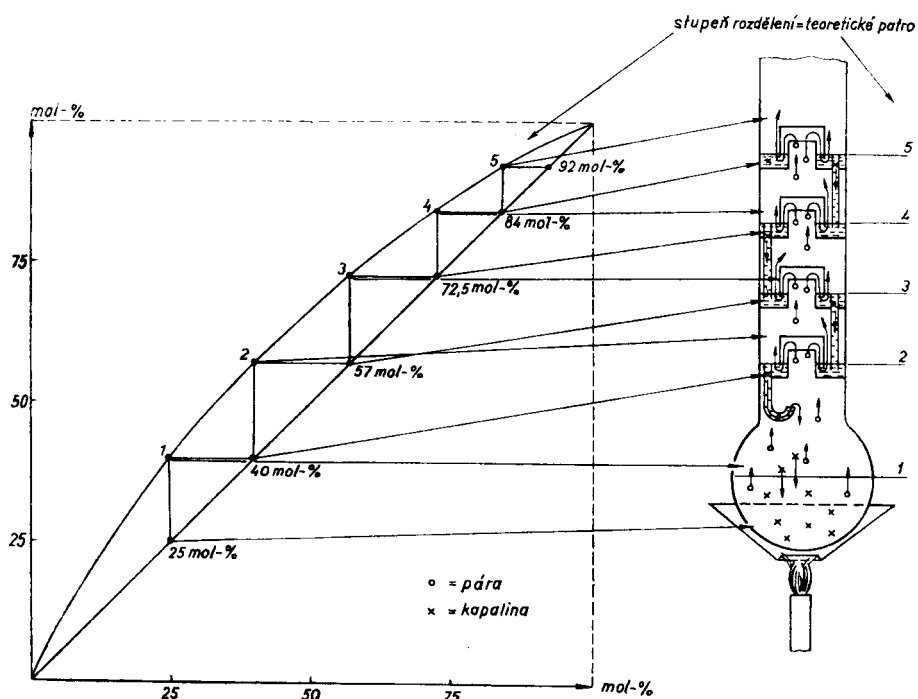
Kvalitu destilační kolony vyjadřujeme počtem teoretických pater, což je počet kroků, které jsme provedli na fázovém diagramu (viz obr. 1).

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

„Inovace bakalářského studijního oboru Aplikovaná chemie“
CZ.1.07/2.2.00/15.0247

Je však třeba poznamenat, že na skutečných patrech nedochází k ustavení ideální rovnováhy, což zapříčiňuje zejména trvalý odběr kondenzátu. Tím je počet teoretických pater poněkud nižší, než počet pater skutečných. *Teoretické patro* je definováno jako oblast, kde dojde k úplné výměně látek a energie. Počet teoretických pater na koloně se zjišťuje destilací standardních směsí.

Platí, že čím blíže jsou teploty varu jednotlivých směsí, tím větší počet teoretických pater je potřeba k dokonalému oddělení, jednotlivých složek. Nejmenší počet potřebných teoretických pater lze odhadnout z Braggova-Lewisova diagramu (viz obr. 2). Nalezené hodnoty však platí pouze pro ideální případ, kdy neodebíráme z kolony kondenzát tedy za tzv. úplného refluxu.



Obr. 1 Srovnání rovnovážných křivek a patrové kolony s ideálně pracujícími patry



evropský
sociální
fond v ČR



EVROPSKÁ UNIE



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY

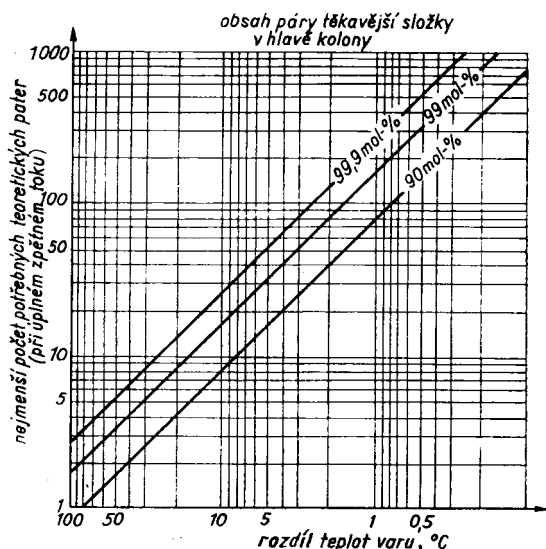


OP Vzdělávání
pro konkurenceschopnost



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

„Inovace bakalářského studijního oboru Aplikovaná chemie“
CZ.1.07/2.2.00/15.0247



Obr. 2 Braggův-Lewisův diagram

Refluxní poměr:

Refluxní poměr v je podíl množství zpětného toku R (ml) k množství odebíraného destilátu D (ml).

$$v = \frac{R}{D}$$

Platí, že čím menší je refluxní poměr (čím je odběr destilátu větší), tím hůře se ustavuje rovnováha a tím klesá i počet teoretických pater v koloně. Refluxní poměr se běžně nastavuje na hodnotu $v = 5 - 50$. Na rektifikačních kolonách lze refluxní poměr nastavit kohoutem v hlavě kolony.

Úkol: Srovnajte účinnost rektifikační kolony a klasické destilace

Chemikálie: směs methanol/ethanol o různém složení

Pomůcky: baňka 1000 ml
rektifikační kolona



evropský
sociální
fond v ČR



EVROPSKÁ UNIE



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY



OP Vzdělávání
pro konkurenceschopnost



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

„Inovace bakalářského studijního oboru Aplikovaná chemie“
CZ.1.07/2.2.00/15.0247

vaříč

zkumavky

odměrný válec 10 ml

Abbeho refraktometr

Postup:

Baňku pod rektifikační kloboučkovou kolonou naplníme 1 l vzorku (směs methanol/ethanol). Opatrně nasadíme baňku na konec kolony a spojíme svorkou. Postupně pak velmi pomalu a opatrně zvýšíme stojany s topným hnízdem. Během utahování topného hnízda dbáme na to, aby baňka a hnízdo do sebe dobře zapadaly, **neutahujeme těsně, mezi baňkou a hnízdem musí být malá vůle!** Zasadíme do kohoutu v hlavě kolony teploměr a zkontrolujeme uzavření kohoutu. Dále pustíme chladicí vodu do zpětného chladiče velmi malým proudem, dbáme, aby hadice dobře těsnily a voda tak nekapala až na topné hnízdo. Zapneme oba okruhy topného hnízda na maximální výkon. Jakmile začnou vařit téměř všechna patra kolony, vypneme jeden okruh a stáhneme výkon asi na 1/3. Necháme v koloně ustavit rovnováhu (min. 30 minut). Jakmile se v koloně ustavila rovnováha začneme s jímáním frakcí. Jímáme jednotlivé frakce vždy po 10 ml. Kohout umožňuje naráz odebrat cca 3,5 ml frakce (nastavení konkrétního refluxního poměru je s používaným typem ventilu nemožné). Odebíráme tedy 3krát vždy po stejném časovém intervalu 5 (lépe 10 či 15) minut a spojujeme frakce po 10 ml (čím déle se bude rovnováha ustavovat, tím vyšší účinnost bude kolona mít). Počet odebraných frakcí je limitován délkou cvičení a aparatura by měla být odstavena cca 30 minut před ukončením cvičení a to tak, že se nejprve vypne topné hnízdo a po 15 minutách se zastaví přívod chladicí vody.

Pro srovnání účinnosti rektifikační kolony a klasické destilace, vydestilujeme z 500 ml vzorku tři frakce po 5 ml.

U jednotlivých frakcí určíme složení směsi refraktometricky. Nejprve proměříme sadu standardů a sestavíme kalibrační závislost. Při všech měřeních dbáme na to, abychom měřily vzorky za konstantní teploty. Následně změříme vzorek před rektifikací a pak jednotlivé

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

„Inovace bakalářského studijního oboru Aplikovaná chemie“
CZ.1.07/2.2.00/15.0247

frakce z rektifikace a destilace. Z naměřených indexů lomů určíme složení směsi. Změřená data uvedeme v přehledném tvaru a srovnáme účinnost klasické destilace a rektifikace. Na základě Braggova-Lewisova diagramu odhadneme počet teoretických pater v koloně a srovnáme se skutečným počtem pater. Jaký by byl potřeba počet teoretických pater pro dokonalé rozdělení směsi?

Vlastnosti:

T_v : Methanol $64,70^\circ\text{C}$; Ethanol $78,29^\circ\text{C}$