

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.

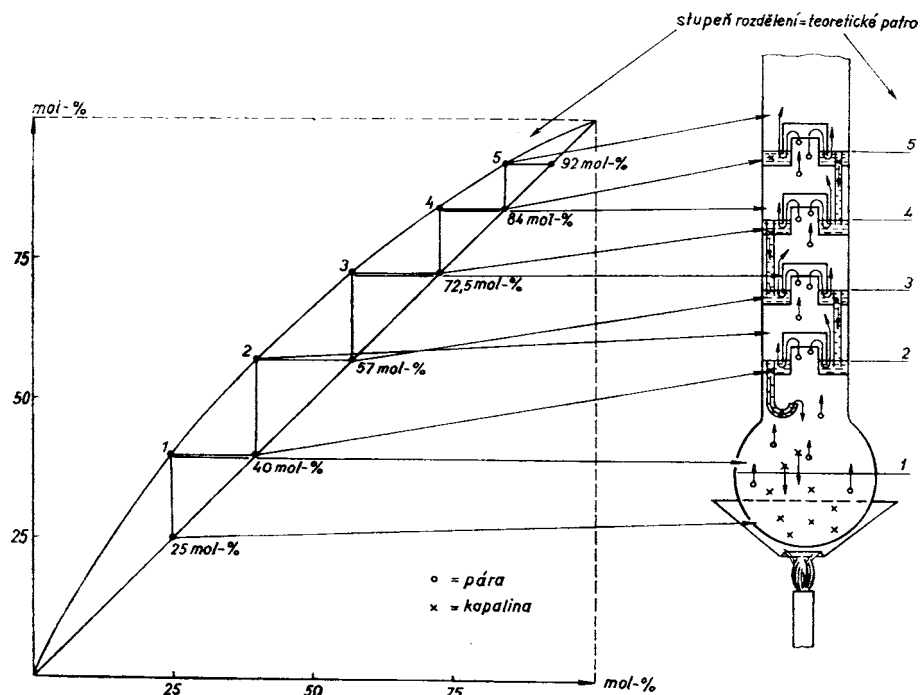
Na větší ploše, kondenzují méně těkavé složky a stékají protiproudně dolů do baňky, čímž se zajistí dokonalá látková i energetická výměna kapalina-plyn a podpoří se ustavení rovnováhy, což příznivě ovlivní kvalitu rozdělení. Protiproudové destilaci se říká *rektifikace*. Svislé trubici mezi baňkou a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

Teoretické patro:

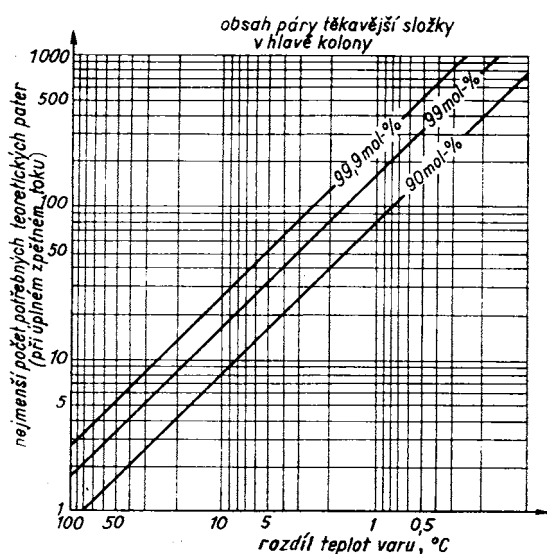
Kvalitu destilační kolony vyjadřujeme počtem teoretických pater, což je počet kroků, které jsme provedli na fázovém diagramu (viz obr. 1).

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



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 $\nu = 5 - 50$. Na rektifikačních kolonách lze refluxní poměr nastavit kohoutem v hlavě kolony.

Návod:

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 náraz 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 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 odhadneme počet teoretických pater v koloně a srovnáme se skutečným počtem pater. Jaký by byl potřeba počet teoretických pater pro dokonalé rozdělení směsi?

T_v : Methanol 64,70° C; Ethanol 78,29° C