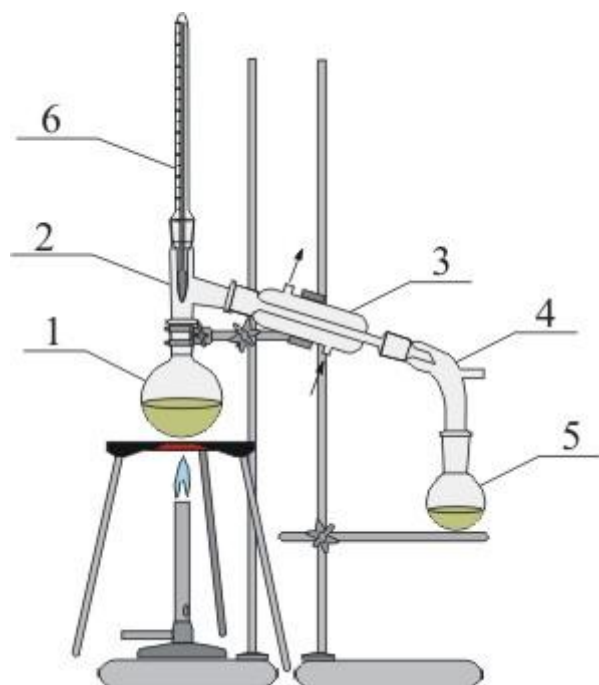


DESTYLACJA POD CIŚNIENIEM ATMOSFERYCZNYM (Destylacja prosta)

Podstawowym sposobem oczyszczania ciekłych związków organicznych jest destylacja pod ciśnieniem atmosferycznym. Typowy zestaw do przeprowadzenia destylacji przedstawia poniższy rysunek:



1. kolba destylacyjna
2. nasadka destylacyjna
3. chłodnica
4. przedłużacz destylacyjny
5. odbieralnik
6. termometr

Pojemność kolby destylacyjnej powinna być dobrana tak, aby ilości destylowanej cieczy zajmowała **od połowy do dwóch trzecich** objętości kolby. Do kolby destylacyjnej napełnionej cieczą należy dodać tzw. **kamyki wrzenne** zapewniające równomierne wrzenie cieczy. Aby poprawnie mierzyć temperaturę skraplanych par, koniec termometru powinien znajdować się na wysokości wylotu z nasadki destylacyjnej/wlotu do chłodnicy. Czynnik chłodzący w chłodnicy (najczęściej woda) podłącza się w **przeciwprądzie** tzn. kierunek przepływu czynnika powinien być przeciwny do kierunku spływania destylatu. Gdy temperatura wrzenia destylowanej cieczy przekracza 150°C chłodnicę ochładzaną wodą należy zastąpić **chłodnicą powietrzną** (długą rurką szklaną ze szlifami). W przypadku gdy destylat wymaga zabezpieczenia przed wilgocią obecną w powietrzu, do przedłużacza należy dołączyć rurkę ze środkiem suszącym np. z bezwodnym chlorkiem wapnia. Kolbę destylacyjną, w zależności od destylowanej substancji (temperatury wrzenia, palności), ogrzewa się palnikiem gazowym, łaźnią wodną lub olejową, bądź elektryczną czaszą grzejną. Szybkość destylacji reguluje się intensywnością ogrzewania i powinna ona być taka, aby destylat spływał z chłodnicy równomiernie z szybkością **1-2 kropli na sekundę**. Szybsze prowadzenie destylacji może utrudnić zakończenie jej w odpowiednim momencie, zaś wolniejsze powoduje ochładzanie nasadki destylacyjnej i termometru, a w konsekwencji błędny odczyt temperatury wrzenia destylowanej substancji. Należy również unikać zbyt intensywnego ogrzewania kolby, gdyż gwałtowne wrzenie może spowodować przedostanie się destylowanej cieczy z kolby destylacyjnej do chłodnicy wraz z zanieczyszczeniami. Destylacji nie należy prowadzić „do sucha”, lecz przerwać ją gdy w kolbie destylacyjnej wciąż znajduje się niewielka ilość cieczy. Właściwy destylat zbiera się, gdy temperatura par

osiągnie oczekiwaną wartość temperatury wrzenia destylowanej substancji, przy czym kilka pierwszych kropel odrzuca się. Pozostałe frakcje (sprzed osiągnięcia oczekiwanej temperatury wrzenia oraz po przekroczeniu jej o ok. 3-5 °C) również się odrzuca.