

V.3. Distilarea fracționată

Termenul de distilare fracționată are, pentru chimiști, două semnificații distincte.

1. Folosirea inițială a termenului se referă la un proces de culegere, în vase de colectare diferite, a mai multor porțiuni de distilat, numite **fracții**, fracții care fierb pe domenii succesive de temperatură.

Prima fracție este mai bogată în produsul care fierbe mai jos, deci mai volatil, în timp ce a doua și următoarele conțin, succesiv, cantități tot mai mari din compușii cu puncte de fierbere mai ridicate.

Separarea distilatului în fracții cu puncte de fierbere tot mai ridicate și supunerea fracțiilor la redistilare permit o separare mai riguroasă a amestecului în componentele sale constituente decât s-ar fi obținut printr-o singură distilare simplă. Cu cât procesul este repetat de mai multe ori, cu atât separarea este mai bună.

2. A doua, și cea mai frecventă folosire a termenului de distilare fracționată, se referă la un proces de distilare în care, între balonul de distilare și refrigerent, se intercalează o **coloană de fracționare**.

Efectul coloanei de fracționare constă în a realiza, printr-o singură distilare, o separare echivalentă mai multor distilări simple succesive, ceea ce reprezintă o reducere considerabilă a timpului de lucru.

Coloana Vigreux, una dintre cele mai simple și mai larg utilizată, este redată în **Figura 1**.



Figura 1. Coloana Vigreux

Ea are o eficiență modestă, în schimb rezistența scăzută la trecerea vaporilor permite obținerea unor volume mari de distilat în unitatea de timp; în plus, datorită suprafeței mici, coloana reține puțin lichid.

Larg întrebuințate sunt și **coloanele de fracționare cu spirală**.

Aceste coloane au în interior o spirală din sticlă care are menirea de a mări distanța parcursă de vaporii în drumul lor ascendent, asigurând un contact mai intim între vaporii și condens.

Distilarea fracționată se folosește atunci când distilarea simplă nu este suficientă pentru separarea componentelor, ceea ce este cazul când temperaturile de fierbere diferă cu mai puțin de 80°C.

V.3.a. Principiul distilării fracționate

La evaporarea unui amestec binar, faza gazoasă se îmbogățește în componentul mai volatil conform ecuației (8) discutate la distilarea simplă:

$$\frac{y_1}{1-y_1} = \alpha \cdot \frac{x_1}{1-x_1} \quad (1)$$

x_1 – fracția molară a componentului volatil în fază lichidă
 x_2 – fracția molară a componentului volatil în fază gazoasă.

Prin condensarea totală a fazei gazoase se obține o fază lichidă cu aceeași compoziție, având concentrația $x_2 = y_2$,

$$\frac{y_1}{1-y_1} \xrightarrow{\text{condensare}} \frac{x_2}{1-x_2} = \alpha \cdot \frac{x_1}{1-x_1} \quad (2)$$

Evaporând lichidul obținut în felul acesta, concentrația componentului volatil în faza gazoasă va fi y_2 și se poate scrie:

$$\frac{y_2}{1-y_2} = \alpha \cdot \frac{x_2}{1-x_2} = \alpha \cdot \alpha \cdot \frac{x_1}{1-x_1} = \alpha^2 \cdot \frac{x_1}{1-x_1} \quad (3)$$

Repetând de n ori procesul, ecuația finală va fi:

$$\frac{y_n}{1-y_n} = \alpha^n \cdot \frac{x_1}{1-x_1} \quad (4)$$

După cum se vede s-a obținut o amplificare a separării. Această „amplificare” a distilării se realizează așa cum am prezentat mai sus în coloane de distilare în care lichidul și vaporii se mișcă în contracurent.

Talerul teoretic este porțiunea din coloană, care realizează o „îmbogățire” a componentei volatile în faza gazoasă corespunzătoare echilibrului termodinamic dintre lichid și gaz la temperatura respectivă (în conformitate cu ecuația (1)). Talerul real dintr-o coloană de distilare nu atinge performanțele unui taler teoretic.

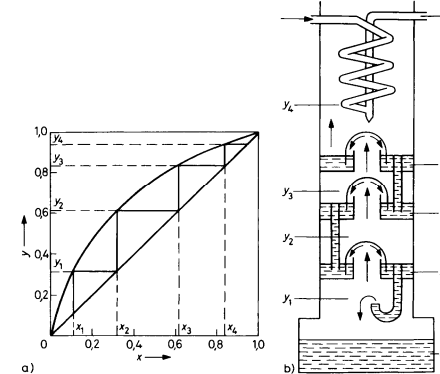


Figura 2. Variația concentrației în timpul rectificării: a) determinarea numărului de talere teoretice prin metoda grafică; b) reprezentarea schematică a talerelor

Numărul de talere teoretice necesare pentru a realiza separarea a doi componente dintr-un amestec se poate deduce din ecuația (4) din valoarea factorului n .

Dacă $\alpha = 1$, ecuația (1) este o dreaptă [$y = f(x)$] ce trece prin origine și are panta 1 (**Figura 2a**). Pentru $\alpha > 1$ se obțin curbe ce se așează deasupra dreptei [$y = f(x)$] (curbe de echilibru), curbarea lor fiind cu atât mai mare, cu cât α este mai mare.

Variația de concentrație în timpul distilării fracționate, conform ecuațiilor (1) – (4), se poate determina grafic din curbele de echilibru [$y = f(x)$] (**Figura 2a**). La evaporarea unui amestec binar cu fracția molară a componentei volatile x_1 , se obține în faza gazoasă pentru același component y_1 . condensarea vaporilor formează un lichid cu compoziția x_2 . Acest condensat, la o nouă evaporare, va da o fază de vaporii cu compoziția y_2 , iar la

condensarea acestuia un lichid cu compoziția x_3 . procesul înaintea prin treptele din curba de echilibru și dreapta cu unghiul de 45° , până când distilatul ajunge la compoziția dorită. Numărul treptelor reprezintă numărul talerelor teoretice necesare separării. Se observă că numărul talerelor teoretice este cu atât mai mic, cu cât α este mai mare. Se observă că orice curbă de echilibru în domeniul $x = 1$ (100 % puritate pentru distilat) se apropie foarte mult de diagonală, de aceea, pentru a obține distilat cât mai pur numărul talerelor teoretice este cu atât mai mare.

În **Figura 3** s-a reprezentat numărul minim de talere teoretice necesare pentru separarea unui amestec binar echimolar (la reflux total), în funcție de diferența dintre punctele de fierbere a componentelor, pentru trei purități diferite a distilatului. Se poate observa că exigențele privind coloana cresc rapid cu creșterea purității distilatului.

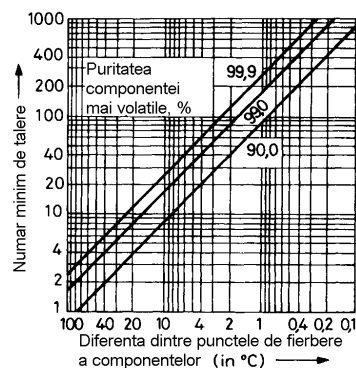


Figura 3. Determinarea numărului de talere teoretice din diferența dintre punctele de fierbere a componentelor

Discuțiile anterioare sunt valabile dacă se lucrează în condiții de *reflux total*, adică nu se scoate distilat, totul curge înapoi.

V.3.b. Lucrare de laborator

1. Distilarea fracționată a unui amestec $\text{CH}_2\text{Cl}_2 : \text{CH}_3\text{OH}$ (1:1)

În balonul de distilare se introduce un amestec de CH_2Cl_2 și CH_3OH (1:1 în volum), se adaugă centrul de fierbere și se assemblează instalația.

Se încălzește balonul pe baie de apă. Imediat ce amestecul începe să fiarbă, temperatura băii se reglează astfel încât lichidul să distile încet și regulat, cu o viteză de aproximativ 2 ml (60 picături) pe minut.

Se colectează fracția care distilă între $38 - 43^\circ\text{C}$ în flaconul A, cea care distilă între $43 - 60^\circ\text{C}$ în flaconul B, $60 - 64^\circ\text{C}$ în C. După distilarea fracției C, se oprește încălzirea, se lasă să se răcească balonul și se toarnă reziduu în vasul D; se măsoară volumul fiecărei fracții și se înregistrează rezultatele.

Dacă eficiența de separare a coloanei nu este bună, se impune efectuarea redistilării.

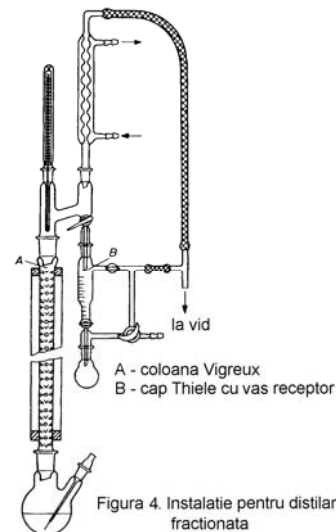


Figura 4. Instalatie pentru distilarea fracționată

În distilările următoare se va proceda astfel: se toarnă conținutul flaconului A în balonul de distilare, se adaugă centrul de fierbere și se distilă colectând, în flaconul A, fracția cu are p.f. = $38 - 43^\circ\text{C}$. Când mercurul termometrului atinge valoarea 43°C , distilarea se oprește și se adaugă conținutul flaconului B. Se continuă distilarea și se colectează fracția cu p.f. = $38 - 43^\circ\text{C}$ în vasul A, fracția cu p.f. = $43 - 60^\circ\text{C}$ în flaconul B.

Când temperatura este de 60°C , se oprește distilarea și se adaugă conținutul flaconului C, apoi iar se distilă și se colectează fracția cu p.f. = $38 - 43^\circ\text{C}$ în vasul A, fracția $43 - 60^\circ\text{C}$ în flaconul B și fracția $60 - 64^\circ\text{C}$ în flaconul C. Când termometrul indică 64°C , se oprește distilarea, se răcește balonul, se scurge coloana, se desface instalația și se trece reziduu în vasul D. Se măsoară volumele fiecărei fracții și se trec rezultatele în tabel (**Tabelul 1**).

Fracția	Interval de temperatură °C	Volumul fracțiilor, în ml		
		Prima distilare	A doua distilare	A treia distilare
A				
B				
C				
D	reziduu			
Volum total				

Dacă fracția B are mai mult de 20 ml, se face a treia distilare, în aceeași manieră de lucru. Dacă este necesar se efectuează a patra și a V-a distilare, astfel ca fracția A să conțină cea mai mare parte din CH_2Cl_2 , iar fracția C aproape tot metanolul.

Pentru îndepărtarea impurităților mecanice și a substanțelor colorate, fracția C se poate redistila simplu.

Pentru fiecare distilare fracționată se va trasa graficul volum de distilat – temperatură.

2. Distilarea fracționată a unui amestec de benzen – toluen

Se separă un amestec benzen – toluen prin procedeul descris mai sus, la o viteză de distilare mai mică, fiind convenabile următoarele intervale de temperatură: A $80 - 85^\circ\text{C}$, B $85 - 91^\circ\text{C}$, C $91 - 99^\circ\text{C}$, D $99 - 106^\circ\text{C}$, E reziduu.

3. Distilarea fracționată a amestecului $\text{CH}_3\text{OH} - \text{HOH}$

Se distilă fracționat un amestec metanol – apă, utilizând intervalele: A $64 - 70^\circ\text{C}$, B $70 - 80^\circ\text{C}$, C $80 - 90^\circ\text{C}$, D $90 - 95^\circ\text{C}$, E reziduu.