

HYDROMECHANICKÝ DESTILAČNÝ PRÍSTROJ

JOZEF JANOTÍK

Ústredný kontrolný a skúšobný ústav poľnohospodársky, Oddelenie mlieka a živočíšnych výrobkov v Bratislave

Destilačný prístroj, ktorý má veľmi rozmanité a mnohostranné použitie pri analytických prácach, vyskytuje sa v praxi v rôznych zhotoveniach pre jeden a ten istý druh práce. V mnohých prípadoch opäť malá zmena v postupe alebo podmienkach destilácie vyžaduje buď osobitné zostavenie, alebo iný typ prístroja. Možnosti použitia bežných destilačných prístrojov pre viac druhov laboratórnych prác sú preto pomerne značne obmedzené. Ich zostavovanie a rozoberanie je často nielen dosť prácne, ale pomerne aj zdĺhavé. Pri týchto prácach dochádza nezriedka k väčším alebo menším poškodeniam, ktoré môžu mať za následok vyradenie prístroja z prevádzky.

Medzi ďalšie nevýhody obvykle používaných destilačných prístrojov patrí ešte aj celý rad iných, ako napr. zdĺhavosť pomocných pracovných úkonov, nedostatočné vypláknutie celého destilačného priestoru, demontáž celého prístroja pri dôkladnom čistení, nedostatočná bezpečnosť práce pri nepravidł-nostiach v priebehu destilácie, potreba značného pracovného priestoru, neskladnosť, obťažné premiestovanie a pod.

Cielom práce bolo zostaviť príručný typ destilačného prístroja so širším rozsahom použitia a súčasne zmechanizovať všetky pomocné úkony nielen za normálnych, ale aj zmenených pracovných podmienok. Vytýčenú úlohu sa podarilo dosiahnuť využitím pneumohydrmechanickej účinnosti vývevy v spojitosti so vzájomným zapojením všetkých členov destilačnej aparatúry.

V ďalšom sa uviedli všetky úkony, ktoré sa dajú na prístroji urobiť a ktoré by mohli prísť do úvahy vzhľadom na rôznorodosť laboratórnych prác a pracovných podmienok. Z tejto príčiny vyžiadal si opis funkcie prístroja rozsiahlejšiu prácu. Ináč jeho obsluha, najmä pri bežných prácach, je veľmi jednoduchá.

Opísaný prístroj, ktorý je výsledným typom z mnohých vyskúšaných variácií, pokiaľ ide o úpravu a zapojenie jeho členov, osvedčil sa nám ako príručný laboratórny prístroj pre širšie praktické upotrebenie. V mnohých smeroch sa ním podarilo skrátiť pracovný čas, usporiť na pracovnom mieste a najmä na práci. Zvýšila sa tiež súhlasnosť paralelne robených rozborov, ako aj bezpečnosť a pravidelnosť priebehu destilácie.

Opis prístroja

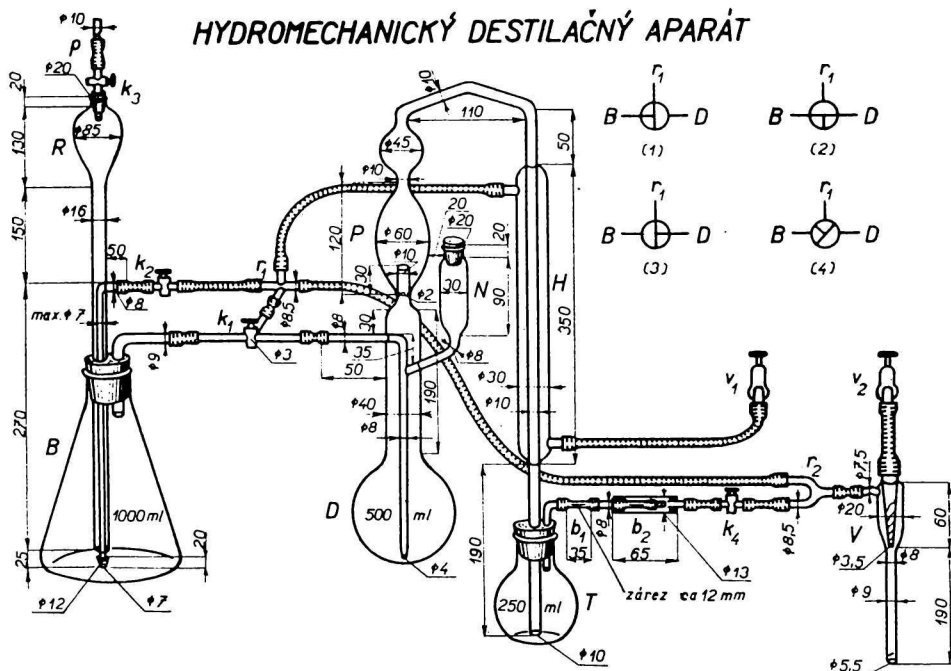
Hydromechanický destilačný prístroj (obr. 1, 2) sa skladá v podstate z 5 členov: z varnej banky B na vyvíjanie vodnej pary, signalizačného tlakového regulátora R, destilačnej banky D, chladiča H a zo sklenej vývevy V. Jednotlivé členy sú vzájomne spojené hadicami v „uzavretom“ zapojení.

Varná banka B o obsahu 1 l má dvakrát vrтанú zátku, cez ktorú prechádza trubica tlakového regulátora R a trubička na odvod pary s pripojením na jedno rameno trojcestného kohúta k_1 .

Destilačná banka D s objemom na 500 ml končí v mieste zúženia rúrkou na spôsob dýzy, ktorá zasahuje asi do jednej tretiny výšky priestupníka vajcovitého tvaru P. Rúrka (dýza) má tesne nad miestom spojenia s priestupníkom tri malé otvory. Nad priestupníkom je poistné guľovité rozšírenie spojené priamo s chladičom H. Lievik N je napojený cez hrdlo banky D na parnú trubičku, ktorá vyúsťuje tesne nad dnom destilačnej banky.

Sklené kohúty k_2 , k_3 a k_4 sú obyčajné, s jedným prietokovým otvorom. Kohút k_1 je trojcestný.

Sklená výveva V má zapojenie na vodný kohút v_2 a dvojramenný rozvod r_2 .



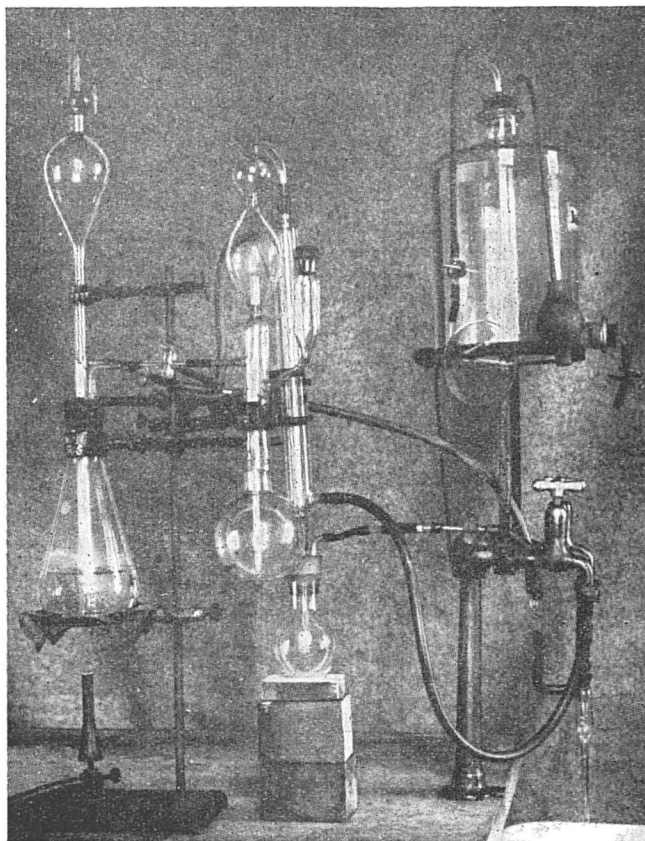
Obr. 1.

Banka T sa nasadzuje na zátku, ktorá je umiestená na stabilnom mieste na výstupnej rúrke chladiča. Je to obyčajná širokohrdlá titračná banka o obsahu 250 ml.

Signalizačný tlakový regulátor R (obr. 1, 2) sa skladá v podstate z tlakovej trubice o väčšej svetlosti, na hornom konci rozšírenej do hruškovitej nádoby. Stredom tlakovej trubice prechádza trubička s menšou svetlosťou, ktorá končí rozšírením tesne nad dnom varnej banky. Podrobnejší opis úpravy trubíc pri ich zakončení uvádza stať o technických podrobnostiach prístroja.

V zátke hruškovitej nádoby R je kohút k_3 s pripojenou parnou píšťalkou p. Na vyúsťenie vnútornej trubičky regulátora je zapojený kohút k_2 .

„Uzavreté“ zapojenie jednotlivých členov prístroja gumovými hadicami je zrejmé z obr. 1. Na jedno rameno štvoramenného rozvodu r_1 je pripojený trojcestný kohút k_1 a na druhé rameno kohút k_2 . Tretie rameno rozvodu je spojené s hornou odpadovou rúrkou chladiča H a štvrté s jedným ramenom dvojramenného rozvodu r_2 , ktorý je ďalej napojený na vývevu V. Druhé rameno rozvodu r_2 je spojené kohútom k_4 a Bunsenovými



Obr. 2.

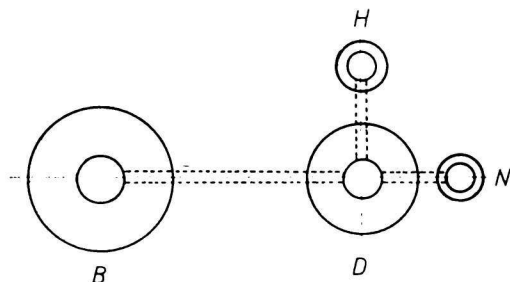
uzávermi b_2 a b_1 s priestorom banky T. Uzáver b_1 je voľný a uzáver b_2 uzatvorený v trubičke. Hadica na prívod vody pre chladič je zapojená na vodný kohút v_1 . Osobitný odpad pre vodu z chladiča a zvyšky po destilácii prístroj nemá. Všetky odpady odtekajú cez vývevu, ktorá zastáva niekoľko funkcií.

Situačné usporiadanie jednotlivých členov prístroja znázorňuje schematicky obr. 3 a je zrejmé aj z obr. 2.

Rozsah použitia prístroja. Na hydromechanickom destilačnom prístroji možno konať štyri druhy destilácií: 1. vodnou parou, 2. priamym zánhrevom, 3. za zníženého tlaku a 4. „prúdovú“ destiláciu nasávaným vzduchom alebo inertným plynom.

Destilácia vodnou parou

Plnenie prístroja vodou a skúšaným roztokom. Pred vlastnou destiláciou sa najskôr naplní varná banka B vodou otvorením vodného kohúta v_1 . Trojcestný kohút k_1 je v polohe (1) obr. 1, v ktorej vždy ostáva až do začatia destilácie. Kohúty k_2 a k_4 sú stále uzatvorené a kohút k_3 je stále otvorený (vyrovnávanie tlaku). S týmito tromi kohútmi sa pri tejto destilácii a vyplakovaní destilačnej banky po práci nemanipuluje, nevyžadujú



Obr. 3.

preto osobitnú pozornosť. Pokiaľ sa v ďalších opisoch jednotlivých úkonov postavenia týchto troch kohútov neuvádzajú, rozumejú sa vždy tieto ich pôvodné polohy.

Voda pri plnení varnej banky prúdi z otvoreného vodného kohúta v_1 do plášťa chladiča a horným odpadom prechádza cez štvoramenný rozvod r_1 , kde sa prúd vody rozdeľuje. Čiastka vody odpadá cez jedno rameno r_2 do vývevy a prebytočná vteká trojcestným kohútom k_1 do varnej banky B. Keď sa varná banka plní za studena a hladina vody dosiahne okraj kratšej tlakovej trubice regulátora, voda začne stúpať touto trubicou do hruškovitej nádoby R. Uzatvorením vodného kohúta v_1 klesne voda z regulátora do banky. Plnenie banky vodou po predchádzajúcej destilácii prebieha už bez prerušenia, pretože prívodom studenej vody vzniká v banke B podtlak, ktorý sa samočinne vyrovnáva cez regulátor R.

Varná banka sa môže plniť vodou aj cez kohút k_2 pri postavení trojcestného kohúta k_1 v polohe (2) obr. 1. Prvý spôsob je jednoduchší a vhodnejší.

Po doplnení varnej banky vodou sa do destilačnej banky D vpustí lievikom N skúšaný roztok a príp. koncentrovaný lúh (50%), napr. pri stanovovaní dusíka. Banka T s príslušným roztokom sa nasadí na zátku pred pridávaním lúhu. Koniec chladiča je ponorený do roztoku v banke T.

Destilačná banka sa plní najviac do dvoch tretín obsahu. Podľa toho sa volí také množstvo látky do práce, aby objem roztokov spolu s preplakovou vodou bol primeraný objemu banky.

V priebehu plnenia banky D sa súčasne zahrieva voda vo varnej banke. Destiláciu vodnou parou začneme otočením trojcestného kohúta k_1 do polohy (2) obr. 1. Prítok vody na chladič nariadime primeraným prúdom z vodného kohúta v_1 až po vpustení pary do banky D. Chladiaca voda z plášťa chladiča odteká počas destilácie cez r_1 a r_2 vývevou do odpadu.

Čas potrebný na vydestilovanie skúšaného roztoku závisí najmä od množstva roztoku v destilačnej banke a tiež od obsahu dusíka a intenzity tepelného zdroja. Stanoví sa skusmo na indikátor, do ktorého sa ďalej destiluje po odstavení banky T. Podľa daných podmienok trvá destilácia na prístroji (vodnou parou) pri makrostanovaní dusíka asi

10 až 15 minút, včítane vyprazdňovania, preplakovania, dopĺňania varnej banky vodou a plnenia prístroja roztokmi. V prípade potreby, najmä keď je vývoj pary slabý, urýchľuje sa destilácia miernym zahrievaním banky D priamym plameňom bez dotyku so stenami banky.

Destilácia sa obvykle ukončí podľa množstva destilátu v banke T. V tomto smere robí dobré služby regulátor, o ktorom sa bližšie hovorí v nasledujúcej stati.

Funkcia signalizačného regulátora. Keď chceme využiť výhody regulátora, naplníme banku B vodou len do vopred stanovenej výšky. Po začatí varu vytlačí pretlak pary časť vody z banky do hruškovitej nádoby regulátora R a keď hladina zvyšujúcej vody v banke klesne po okraj kratšej tlakovej trubice, začne tlak pary prenikať touto trubicou (cez stĺpec vytlačenej vody) do píšťalky p a regulátor takto samočinne začína pískaním signalizovať pretlak v banke B. Obsah hruškovitej nádoby regulátora R je preto dimenzovaný približne len na množstvo vody potrebnej na jednu destiláciu. Z tohto dôvodu sa na banke B vyznačí maximálna výška hladiny vody (asi 1,5 cm nad koncom kratšej trubice regulátora), aby pri prípadnom pretlaku vo varnej banke stačila hruškovitá nádobka pojať množstvo vody potrebnej na vydestilovanie skúšaného roztoku.

Pretlak pary v banke B sa spočiatku vyrovnáva aj cez trojcestný kohút k_1 , r_1 , r_2 a vývevou. Varná banka je takto dvojnásobne zabezpečená proti vyššiemu tlaku, takže nevyžaduje nijakú osobitnú pozornosť v priebehu práce pri plnení destilačnej banky. Toto riešenie dáva aj možnosť zbaviť vodu prípadných prehavých súčastí, napr. kyslíčnika uhličitého a pod., ešte pred vlastnou destiláciou.

Zvyšujúca voda, s hladinou pod koncom tlakovej trubice, ostáva vždy v banke. Nemôže preto nastať prípad úplného vyvarenia vody, pretože para unikajúca píšťalkou upozorňuje na klesnutie hladiny vody pod minimálny stav. Z toho je zrejmé, že regulátor začne samočinne signalizovať koniec destilácie po vyvarení určitého množstva vody. Výhoda z toho plyúca je značná, pretože prístroj v priebehu destilácie nevyžaduje takmer nijaký dozor. Túto výhodu regulátora môžeme využiť do určitej miery tiež na predĺžovanie alebo skracovanie doby destilácie tým spôsobom, že napustíme do banky B vody viac, keď chceme destiláciu predĺžiť (regulátor signalizuje neskôr), a menej, ak má regulátor signalizovať skôr.

Ďalšia výhoda regulátora spočíva v tom, že samočinne predlžuje alebo skracuje dobu destilácie podľa intenzity varu vody v banke B. Keď sa napr. zmenší sila varu vody, trvá odparenie toho istého množstva vody dlhšie a naopak. Z toho ďalej vyplýva, že dĺžka času na jednu destiláciu (vodnou parou) sa stanoví výškou vodnej hladiny v banke B bez ohľadu na momentálnu intenzitu tepelného zdroja.

Do varnej banky môžeme napustiť aj väčšie množstvo vody, ako môže pojať hruškovitá nádobka R. V tomto prípade však treba mať v pozornosti tlak v banke B podobne ako pri bežnom riešení varnej banky s jednoduchou tlakovou trubicou. To znamená, že pri skončení destilácie nezastavujeme prívod pary kohútom k_1 , ako to ďalej spomínáme, ale obvyklým odstavením kahana spod varnej banky.

O ostatných funkciách a účelnosti regulátora pri zmenených pracovných podmienkach, ako aj v súvislosti s čistením prístroja a odstraňovaním nepravidelností sa píše ďalej v príslušných statiach.

Vyprázdňovanie a preplakovanie banky D. Pred ukončením destilácie sa postupuje ako obvykle. Banka T sa odpojí, položí do nižšej polohy a destiluje sa ešte asi 2 minúty. Destiláciu ukončíme otočením trojcestného kohúta k_1 do polohy (3) obr. 1. Kohút v tejto polohe uzatvorí prívod pary a súčasne zapojí na odťah vydestilovaný zvyšok z banky D. Vodný kohút v_1 sa uzatvorí a výveva uvedie do činnosti otvorením vodného kohúta v_2 .

Zvyšok sa rýchlo odsaje cez k_1 , r_1 , r_2 a vývevu do odpadu. Po vyprázdnení banky D sa uzatvorí výveva a do banky sa vypúšťa voda z kohúta v_1 cez chladič H, r_1 a k_1 . Vodu z banky odsajeme opäť vývevou po predchádzajúcom uzatvorení kohúta v_1 . Vyplakovanie opísaným spôsobom sa urobí asi 3-krát s menším množstvom vody.

Vyplakovanie destilačnej banky sa môže ešte viac zjednodušiť tak, že sa otvára a zatvára len vodný kohút v_1 , kým výveva je ponechaná stále v činnosti. V tomto prípade sa pootvorí viac kohút v_1 , aby prúd vody bol väčší, ako stačí výveva odtriahnuť, takže prebytočná voda vniká cez r_1 a k_1 do banky D. Po uzatvorení kohúta v_1 odsaje vodu z banky výveva, ktorá bola ponechaná v činnosti. Pri tomto postupe sa obmedzí celá obsluha len na manipuláciu s kohútom v_1 .

Tretí spôsob predbežného vyplakovania destilačnej banky prichádza do úvahy vtedy, keď je vodný kohút na neprístupnejšom mieste. Postupujeme tak, že najskôr uzatvoríme koniec chladiča malou gumovou zátkou alebo nasadíme prázdnu banku T na zátku chladiča. Uzatvorenú a predbežne vyprázdnenú banku D evakuujeme vývevou pri nezmenenej polohe kohúta k_1 (3) obr. 1., potom pomaly uzatvárame vodný kohút vývevy v_2 až do okamihu, keď slabší prúd vody z vývevy je odsávaný silnejším vákuom do banky D cez r_2 , r_1 a k_1 . Vodu z banky opäť odsajeme vývevou plným otvorením vodného kohúta v_2 pri stále uzatvorenom chladiči. Aj pri tomto postupe sa manipuluje len jedným vodným kohútom v_2 .

Po predbežnom prepláknutí banky D niektorým opísaným postupom sa ešte dôkladne prepláčne celý destilačný priestor až po zakončenie chladiča. Tento spôsob je najrýchlejší a nevyžaduje ani predbežné preplakovanie. Postup je tento:

Cez vyprázdnenú destilačnú banku presávame chvíľku vzduch, aby banka trochu ochladla. Potom podložíme pod vyústenie chladiča kadičku s pripravenou vodou, z ktorej sa voda prudko nasaje cez chladič a priestupník do destilačnej banky, odkiaľ za stáleho silného odsávania odteká parnou trubičkou cez k_1 , r_1 , r_2 a vývevu do odpadu. Podloženú kadičku oddialíme od konca chladiča vždy v okamihu, keď sa priestupník P naplní vodou niečo vyššie trubice (dýzy). Akonáhle sa banka vyprázdni, opäť podložíme kadičku s vodou pod chladič, čo podľa potreby niekoľkokrát opakujeme. Nakoniec sa preplakuje destilovanou vodou. Keď je lievik N spolu s prípojnou trubičkou správne dimenzovaný, prepláčne sa súčasne aj on nárazmi vody následkom zmien v podtlaku po prepadnutí vody cez dýzu v priestupníku P. Ani lievik nie je preto potrebné osobitne preplakovať. Vypláknutie všetkých plôch prichádzajúcich do styku so skúšaným roztokom a destilátom je dôkladné, pohodlné a okamžité. Tento spôsob preplakovania nevyžaduje nijakú manipuláciu ani s jedným kohútom.

Príprava prístroja k ďalšej práci. Trojcestný kohút k_1 po skončení preplakovaní sa otočí do polohy (1) obr. 1. Otvorením vodného kohúta v_1 sa doplní banka B vodou po značku, podloží kahan a destilačná banka sa znovu plní cez lievik N. Kohút k_1 ostáva po doplnení banky B vodou vždy v polohe (1) až do začatia destilácie. Pôvodné polohy ostatných troch kohútov sa nemenia, pretože pri destilácii vodnou parou neprichádzajú do úvahy.

Destilácia s priamym záhrevom

Pred touto destiláciou sa najprv vypojí varná banka B buď otočením trojcestného kohúta k_1 do polohy (1) obr. 1 za súčasného uzatvorenia kohúta k_3 , alebo postavením kohúta k_1 do polohy (4). Druhý prípad je možný len pri dobrom tesnení trojcestného kohúta v polohe (4).

Skúšaný roztok sa vpustí lievikom a banka D sa zahrieva priamo podstaveným kahanom. Trubičky v priestore destilačnej banky nie sú na závalu priebehu destilácie, pretože

postupným zahrievaním obsahu destilačnej banky sa zväčšuje v trubičkách uzatvorený objem vzduchu, ktorý uniká otvorom trubičky pri dne banky. Týmto protiprúdom sa zamedzuje zadržiavanie pár alebo vydestilovaných plynov v priestore lievika a trubičiek. Tieto priestory sa dajú vyprázdniť aj vývevou, a to cez otvorený kohút k_4 , keď súčasne pootvoríme zátku na lieviku N.

Na ohrievanie vyššie položenej destilačnej banky je vhodné použiť upravený kahan, ktorý má na horáku nasunutú objímku, ku ktorej sú pripevnené konce trojnožky zhotovenej zo silnejšieho drôtu. Aby sa banka T, ktorá je pomerne blízko tepelného zdroja, príliš nezahrievala, chráni sa kúskom azbestovej doštičky pripevnenej zo strany na trojnožku.

Ďalší pracovný postup po ukončenej destilácii je obdobný ako pri destilácii vodnou parou. Kohút k_3 po skončenej práci sa hneď otvorí.

Destilácia za zníženého tlaku

Podtlak sa môže použiť pri obidvoch predchádzajúcich destiláciách. Pri destilácii vodnou parou postupujeme tak, že po začatí destilácie (kohút k_1 je v polohe [2]) sa uvedie do činnosti výveva, otvorí kohút k_4 a kohút k_3 uzatvorí. Kohút k_2 ostáva v pôvodnej polohe (uzatvorený). Výveva odsáva cez Bunsenove uzávery b_2 a b_1 , z ktorých prvý sa samočinne otvorí a druhý uzatvorí. Podtlak nastane vo všetkých členoch prístroja aj v uzavretom regulátore. Voda na chladič prúdi z v_1 a odpadá cez vývevu. Silu vodného prúdu na chladič nariadime ešte predtým, ako sme uviedli vývevu do činnosti. Chladenie je mierne zosilnené proti pôvodne naregulovanému, pretože podtlak pôsobí aj na prietok vody z v_1 . Výveva v tomto prípade zastáva tri funkcie: 1. znižuje tlak v prístroji, 2. slúži za odpad vode z chladiča a 3. zosilňuje chladenie. Náhle zastavenie činnosti vývevy pri otvorení kohúta k_4 je bez vplyvu na priebeh destilácie, pretože voda z vývevy nemôže vniknúť do destilátu v banke T. V takomto prípade sa samočinne uzatvorí uzáver b_2 , čím sa preruší spojenie s priestorom nečinnnej vývevy. Destilácia sa skončí uzatvorením kohúta k_4 , vývevy a postupným otváraním kohúta k_3 .

„Prúdová“ destilácia

Pracovný postup pri tejto destilácii je obdobný ako pri predchádzajúcej až na to, že kohút k_3 , ktorým sa nasáva vývevou vzduch, príp. iný plyn pre vytvorenie určitého inertného prostredia, ostáva otvorený. Varná banka B môže byť podľa potreby buď prázdna, alebo naplnená určitým premývacím roztokom, príp. napojená cez regulátor R na ďalšie premývačky.

„Prúdovou“ destiláciou možno zintenzívniť aj destiláciu vodnou parou, a to zvýšeným odberom pary z banky B pomocou vývevy cez kohút k_4 . Pri tom je chladenie čiastočne synchronizované s intenzívnejšou destiláciou, pretože prietok vody cez chladič je mierne urýchľovaný saním vývevy. Ďalším zosilňovaním odsávania klesne úplne tlak pary v banke B a začne sa nasávať vzduch cez k_3 . „Prúdová“ destiláciu prerušíme uzatvorením vývevy bez ďalších potrebných zásahov.

Eliminovanie nepravidielností a porúch v priebehu destilácie

Penenie skúšaného roztoku. Na začiatku destilácie vzniká niekedy viac alebo menej (podľa povahy skúšaného roztoku) drobná, hustá pena, najmä keď je banka D nadmieru naplnená. Stúpaniu drobnej peny do hrdla banky sa predíde ochladením stien banky a hrdla mokrou špongiou alebo handrou. Podľa potreby sa súčasne môže prívod pary zmenšiť alebo na chvíľku úplne prerušiť otočením trojcestného kohúta k_1 do polohy (1)

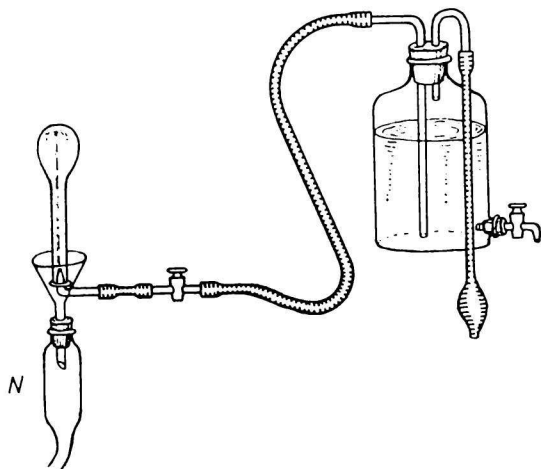
obr. 1. Pri tomto zásahu nie je potrebné mať na zreteli nijaký z ostatných kohútov ani vzniknutý pretlak v banke B, pretože sa tento samočinne vyrovnáva cez signalizačný tlakový regulátor. Zátka z lievika N sa odstráni až vtedy, keď vzniknuté vákuum začína vtahovať obsah banky T do chladiča. Búrlivejší var v banke D sa stlmí aj púhym odstránením zátky z lievika, ktorým unikne prevažná časť pary.

Nebezpečenstvo prípadného ďalšieho penenia v priebehu destilácie je odstránené špeciálne riešeným priestupníkom P. Keď dosiahnu peny koniec trubice (dýzy) v priestupníku, trhajú sa a skvapalnené stekajú po stenách priestupníka cez tri malé otvory v dýze späť do destilačnej banky.

Prerušenie destilácie. Keď z akýchkoľvek príčin nastane vzkypenie obsahu v banke D, uzatvorí sa ihneď prívod pary trojcestným kohútom k_1 v polohe (1) obr. 1. Ďalšie potrebné opatrenia sa urobia podľa postupu uvedeného v predchádzajúcej stati.

Zníženie pretlaku vo varnej banke. Unikanie pary cez regulátor v priebehu destilácie môže zapríčiniť: silný var vody, malý zárez v uzávere b_1 , malý prietokový otvor v kohúte k_1 , nedostatočná svetlosť zúženého konca parnej trubičky v banke D, nesprávne dimenzované trubice regulátora a konečne preplnená banka D. Pretlak pary, zapríčinený niektorým z uvedených nedostatkov, môže sa zmenšiť aj tak, keď odsávame prebytočnú paru vývevou pri otvorenom kohúte k_4 . Ináč je tento prípad analogický s priebehom „prúdovej“ destilácie, kde sa o tom hovorí podrobnejšie.

Stabilizovaný priebeh destilácie. Pri obvyklom riešení destilačného prístroja sa vyskytuje dosť často nežiadúce vtahovanie destilátu z predlohy do chladiča. Tento zjav je pri hydromechanickom prístroji podstatne obmedzený, keď sa banka T nasadzuje na zátku chladiča. Vťahovaním destilátu z banky T do chladiča vznikne podtlak aj v tejto banke,



Obr. 4.

pretože uzáver b_1 sa samočinne uzatvorí. Vzniknutý podtlak v banke T pôsobí proti podtlaku v chladiči a tým sa celý priebeh destilácie vyrovnáva a znateľne stabilizuje.

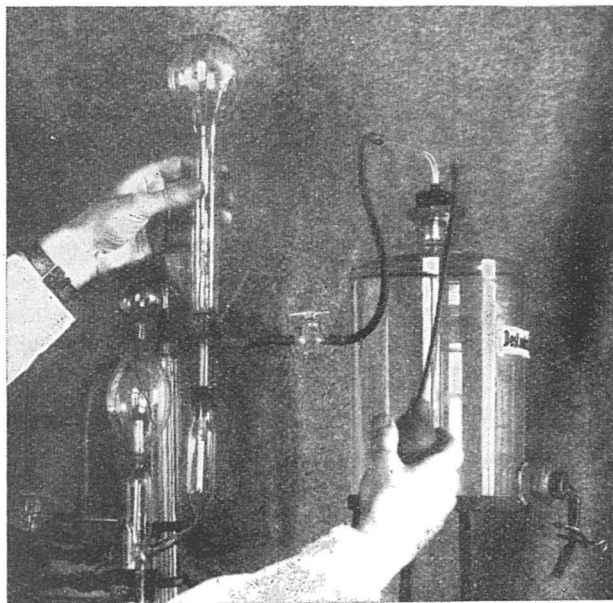
Uzatvorenosť banky T je výhodná aj z inej stránky, chráni totiž destilát proti prípadným vonkajším vplyvom a náhodným zásahom. Naproti tomu vzniknutý pretlak má možnosť sa vyrovnat cez uzáver b_1 .

Upchanie parnej trubice. Tento prípad je pomerne zriedkavý a môže sa ľahko odstrániť sacím tlakom vývevy obidvoma smermi, t. j. smerom na trojcestný kohút k_1 v polohe (3)

alebo smerom cez nasadenú prázdnu banku T (kohút k_1 e otvorený) za súčasného tlaku vody cez kohút k_1 v polohe (3) a prerušenej hadici (tlačkou) medzi r_1 a r_2 .

Regulovanie množstva vody v banke B. Dodatočná potreba zmeny množstva vody sa urobí tak, keď trojcestným kohútom v polohe (2) spojíme banky B a D, čím súčasne prerušíme sanie smerom na kohút k_1 (banka T nie je nasadená na zátku) a cez kohút k_2 odsajeme vývevou prebytočnú vodu z banky B vnútornou trubičkou regulátora. Len čo klesne hladina vody na potrebnú výšku, ihneď uzavrieme kohút k_2 a kohút k_1 nariadime do pôvodnej polohy (1), v ktorej ostáva stále až do začatia destilácie.

Opáčny prípad, t. j. dopĺňanie varnej banky vodou v priebehu destilácie, môže sa urobiť troma spôsobmi: 1. cez kohút k_2 za nezmenenej polohy ostatných kohútov, 2. cez trojcestný kohút v polohe (1), pričom je potrebné odzátkovať lievnik, aby sa zrušilo vznikajúce vákuum v banke D, a 3. varnú banku môžeme doplniť vodou cez otvorený regulátor R pri nezmenených polohách kohútov. Pre zvýšenie bezpečnosti práce sa odzátkuje lievnik N aj v tomto prípade.



Obr. 5.

Zmechanizované prípravné práce

Splakovanie skúšaného roztoku do banky D. Obvyklé plnenie prístroja roztokmi je dost zdĺhavé a často veľmi nepraktické. Spláknutie skúšaného roztoku, napr. z kjeldahlky, môžeme na prístroji urobiť upraveným lievnikom pomocou stlačeného vzduchu (obr. 4, 5). Kohút pred lievnikom sa môže otvoriť hneď alebo až po napumpovaní vzduchu (gumovým balónikom) do zásobnej fľašky s destilovanou vodou. Nevyhnutný objem vody na spláknutie roztoku sa vyznačí na destilačnej banke, aby podmienky každej destilácie boli prakticky čo možno rovnaké. Z tohto dôvodu sa kontroluje kvantitatívne vypláknutie kjeldahlky na vhodný indikátor. Lievnik po použití ostáva visieť na fľaške. Odber destilo-

vanej vody na iné práce nie je tým nijako hatený, pretože vzduch sa nasáva vonkajším ventilkom na gumovom balóniku. Fľaša s destilovanou vodou môže byť umiestená aj v nižšej polohe.

Upravený lievik sa môže zhotoviť aj v laboratóriu. Do obyčajného lievika sa urobí otvor, do ktorého sa utesní pomocou hadičky kolienkovite zahnutá trubička. Ostatné detaily sú zrejmé z vyobrazení.

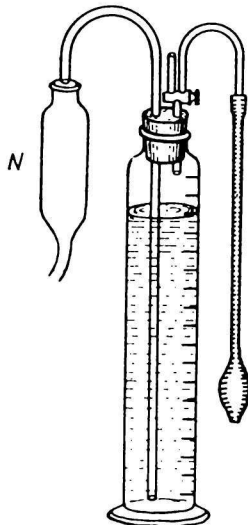
Plnenie banky D ďalšími roztokmi, pri ktorých nezáleží na kvantite, je výhodné robiť upraveným odmerným valcom opatreným dvojcestným kohútom (obr. 6, 7). Vykalibrované množstvá roztoku sa prečerpajú stlačovaním gumového balónika priamo do lievika. Dvojcestný kohút slúži pre prípad potreby okamžitého zrušenia pretlaku v odmernom valci a tiež pri jeho plnení zásobným roztokom pomocou vývevy. O tom sa podrobnejšie hovorí v stati Použitie prístroja na iné práce.

Kvantitatívne prečerpávanie vydestilovaného zvyšku z banky D znázorňuje obr. 8. K tomu je potrebná kolienkovite zahnutá trubička opatrená na konci kúskom gumovej hadičky a vo vhodnej výške gumovou zátkou. Gumová hadička prečnieva koniec trubičky asi o 1—2 mm, aby zatesnenie v kónickom zúžení lievika sa samo upevnilo sacím tlakom vývevy. Na prečerpávanie roztoku z destilačnej do odmernej banky použijeme vývevu, na ktorú priamo napojíme druhú hadičku od odmernej banky. Kohút k_1 po skončenej destilácii nariadime do polohy (1) a začneme odsávať. Miernym saním sa prečerpá obsah destilačnej banky cez trubičky a lievik do odmernej banky. Potom sa z podloženej kadičky (pod chladič) nasaje niekoľkokrát po malých množstvách destilovaná voda, ktorou sa dôkladne prepláknú celý destilačný priestor aj napojená trubička s hadicou. Vypláknutie všetkých priestorov je úplné, a nie je preto potrebné dodatočne oplakovať nijakú súčasť. Vydestilovaný zvyšok sa môže prečerpať aj do úzkohrdlej banky, pričom sa vypomôže tulipánovitým lievikom.

Vysušenie destilačnej banky. Povaha práce niekedy vyžaduje použiť suchú banku. Vysušíme ju vývevou pri nasadenej banke T a otvorenom kohúte k_4 . Lievik je otvorený a kohút k_1 nariadený v polohe (2). Banka sa opatrne ohrieva priamym plameňom za silného odsávania. Vysušenie sa urýchli malým množstvom liehu, ktorý nalejeme do banky. Voda z chladiča sa môže podľa potreby vypustiť odpojenou hadicou s v_1 .

Pneumo-hydrmechanické čistenie a preplakovanie celého prístroja

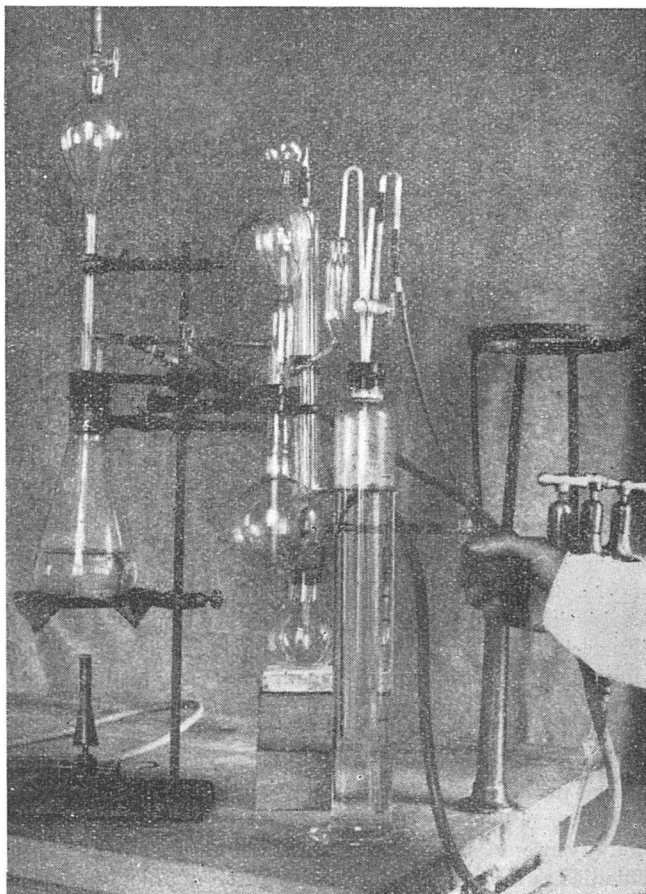
Čistenie destilačnej banky D. Častým používaním prístroja vzniknú po čase usadeniny v destilačnom priestore, ktoré sa už nedajú odstrániť púhym vyplakovaním. Na ich odstránenie je potrebné použiť vhodný čistiaci roztok podľa povahy usadeniny. Postupujeme tak, že čistiaci roztok nalejeme do banky D (cez nálevku) asi do výšky dýzy v priestupníku P a kohút k_1 postavíme do polohy (1). Kohút k_3 uzatvoríme a kohút k_4 otvoríme, na zátku chladiča nasadíme prázdnu banku T a začneme odsávať vývevou. Roztok v banke sa uvedie do pohybu prebublávajúcim vzduchom. Banka sa takto čistí „stude-



Obr. 6.

ným varom“ súčasne chemicky aj mechanicky. Podľa potreby sa môže čistiaci roztok prihrievať.

Keď nalejeme čistiaceho roztoku o niečo viac, asi do polovice priestupníka, a silnejšie odsávame, začnú sa strhovať kvapky roztoku cez chladič až do banky T. Takto sa prečistí celý destilačný priestor až po vyústenie chladiča. Z vyčistenej banky odsajeme roztok priamo do zásobnej fľašky spôsobom opísaným v stati o kvantitatívnom prečerpaní vydestilovaného zvyšku. Vodou prepláknutý prístroj je pripravený pre ďalšie použitie.



Obr. 7.

Čistenie varnej banky B. Postup čistenia je obdobný predchádzajúcemu. Banku naplníme skoro úplne čistiacim roztokom cez hruškovitú nádobku regulátora pri postavení kohúta k_1 v polohe (1). Keď sa majú odstrániť len nahromadené vápenaté soli, naplníme banku vodou cez k_1 a do regulátora nalejeme trocha kyseliny soľnej. Vývevou sa privedie obsah banky do pohybu, pričom vzduch vniká cez k_3 . Z vyčistenej banky odtiahneme čistiaci roztok vývevou cez kohút k_2 (kohút k_1 je v polohe [2]) priamo do zásobnej fľaše, ktorú zapojíme medzi r_2 a vývevu. Pri prípadnom prerušení odtahu čistiaceho roztoku sa

uzatvorí kohút k_2 , aby nenastalo samovoľné vytekanie roztoku z banky B. Nepotrebné čistiace roztoky, napr. zriedenú kyselinu soľnú odtiahneme po použití vývevou cez kohút k_2 priamo do odpadu.

Ak sme vyčistili banku B ako prvú, môžeme použiť ten istý roztok ešte aj na vyčistenie banky D. Roztok prečerpáme z jednej banky do druhej pomocou vývevy. Najskôr prerušíme tlačkou spojenie medzi r_1 a r_2 v mieste neďaleko za r_1 . Na zátku chladiča nasadíme prázdnu banku T, potom otvoríme kohúty k_4 a k_2 a trojcestný kohút k_1 dáme do polohy (3); kohút k_3 je otvorený. Pri tomto postavení kohútov sa prečerpá roztok z banky B vnútornou trubičkou regulátora cez k_2 , r_1 a k_1 do banky D, ktorú vyčistíme už opísaným postupom.

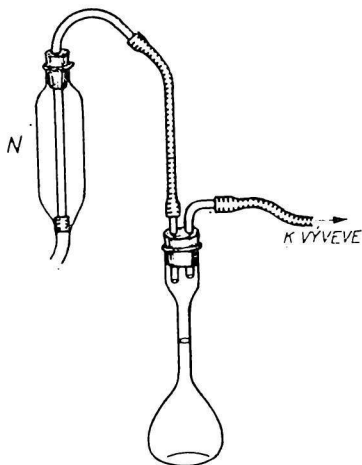
Čistenie všetkých čienov prístroja súčasne. Okrem osobitného čistenia baniek umožňuje uzavreté zapojenie prístroja vyčistiť súčasne všetky vnútorné plochy destilačného priestoru počnúc bankou B a končiac vyústením chladiča. Prístroj sa naplní čistiacim roztokom cez hrdlo hruškovitej nádoby R za súčasného odsávania vývevou. Kohúty sú v týchto polohách: kohút k_1 v polohe (2), kohút k_4 je otvorený a kohút k_2 je uzatvorený. Banku T nasadíme na zátku a hadicu v úseku medzi r_1 a r_2 prerušíme skrutkovou tlačkou. Len čo hladina roztoku pri plnení dosiahne dýzu priestupníka, prerušíme plnenie. Cez otvorené hrdlo hruškovitej nádoby R sa ďalej nasáva vzduch, ktorý prudko pohybuje roztokom v obidvoch bankách. Pritom sa čistia aj spojovacie trubičky a trojcestný kohút spolu s trubicou chladiča, cez ktorú sa strhuje prúdom presávaného vzduchu časť čistiacieho roztoku do banky T. Keď bol prístroj primerane naplnený, strhne sa cez chladič do banky T len malé množstvo roztoku. Ináč by sa z preplnenej banky T strhovali kvapky roztoku ďalej cez uzáver b_1 , kde by mohli nárazmi vzduchu občas vystreknúť. V takom prípade je z bezpečnostných dôvodov nevyhnutné zakryť uzáver b_1 kúskom handričky. Aby tento prípad nenastal, naplní sa prístroj len po dýzu v priestupníku a potom postupne za stáleho odsávania sa dolieva roztok cez regulátor len po čiastkách až do okamihu, keď sa začnú z priestupníka strhovať kvapky roztoku cez chladič do banky T. Keď sa dodrží tento postup, čistenie je úplne bezpečné.

Ak je potrebné vyčistiť aj regulátor, čistíme tento najskôr spôsobom opísaným v nasledujúcej stati a až potom doplníme prístroj roztokom a pokračujeme v čistení celého prístroja práve opísaným postupom.

Roztok po skončení čistení sa odtiahne vývevou cez kohút k_2 priamo do zásobnej fľašky, ktorú sme zapojili medzi vývevu a rozvod r_2 . Skôr, ako začneme vývevou odsávať, odpoj sa banka T aj tlačka a kohút k_3 uzatvoríme. Kohút k_1 ostáva v polohe (2).

Tento aj predchádzajúci prípad čistenia banky B prichádza do úvahy len vtedy, keď sa prístroj, resp. varná banka použila ináč ako na vývoj pary. Bežným požiadavkám úplne vyhovuje samostatné čistenie destilačnej banky.

Čistenie ostatných súčastí prístroja. Pre úplnosť treba ešte spomenúť čistenie vedľajších súčastí prístroja. Podobne ako ostatné členy sa vyčistí aj regulátor, pričom postupujeme tak, že vopred spojíme kúskom hadice hruškovitú nádobku R s lievikom N. Hadicu medzi r_1 a r_2 prerušíme skrutkovou tlačkou, banku T nasadíme na zátku a hadicu v v_1



Obr. 8.

odpojíme. Kohút k_1 je v polohe (1) a kohút k_4 otvoríme. Do banky B nalejeme toľko čistiacieho roztoku, aby kratšia tlaková trubica regulátora bola ponorená asi 1 cm pod hladinou roztoku. Keď uvedieme vývevu do činnosti, vytlačí sa časť roztoku do regulátora, kde prúdom nasávaného vzduchu nastane pohyb čistiacieho roztoku. Nasávaný vzduch prúdi plášťom chladiča, rozvodom r_1 a k_1 do banky B, odkiaľ preniká čistiacim roztokom v regulátore ďalej cez spojovaciu hadicu do lievika N, banky D a cez chladič a banku T kohútom k_4 do vývevy.

V prípade potreby sa vyčistí obdobným spôsobom od usadenín aj plášť chladiča. Cez hadicu odpojenú z v_1 nasajeme vývevou čistiaci roztok do plášťa chladiča, kde sa roztok ďalším nasávaním vzduchu privádza do pohybu. Pritom kohút k_1 je v polohe (2) a ostatné v pôvodných polohách.

Usadeniny vo výveve, ktoré znižujú sací efekt a priehľadnosť, odstránia sa odťahom vhodného čistiacieho roztoku z banky D.

Ako je z opisu čistenia prístroja zrejme, všetky jeho členy sa vyčistia dôkladne, pritom pohodlne a bez akejkoľvek demontáže prístroja alebo jeho príslušenstva.

Preplakovanie a premývanie celého prístroja vodou sa môže urobiť dvoma spôsobmi: pneumomechanicky a hydromechanicky.

Prvý spôsob sme spomenuli v stati o vyprázdňovaní a preplakovaní destilačnej banky D. Obdobne preplákneme celý prístroj takto:

Kohúty k_3 a k_4 uzatvoríme, kohút k_2 otvoríme a trojcestný kohút k_1 otočíme do polohy (2). Pri tomto postavení kohútov silne odsávame vývevou vodu z kadičky podloženej pod chladič, pričom kadičku vždy oddialime, len čo sa naplnil priestupník vodou niečo vyššie dýzy. Voda prepláčne v niekoľkých okamihoch chladič, priestupník, destilačnú banku, parné trubičky, lievik, trojcestný kohút, varnú banku a odtečie vnútornou trubičkou regulátora cez kohút k_2 , r_1 , r_2 a vývevu do odpadu.

Ak je potrebné prepláknúť celý vnútorný povrch aj v banke B, upraví sa vhodne koniec parnej trubičky (vo varnej banke), napr. kolienkovite zahne alebo zúži a opatrí otvormi. Takto prispôsobenou parnou trubičkou sa rozstrekne voda po stenách banky B.

Druhý spôsob, ktorý spočíva v preplakovaní celého prístroja cirkulujúcou vodou, je vhodný pri odstraňovaní zvyškov čistiacieho roztoku. Cirkuláciu vody všetkými členmi prístroja zavedieme pri uzatvorení kohúte k_3 a otvorených kohútoch k_2 a k_4 . Trojcestný kohút dáme do polohy (2) a hadicu v úseku medzi r_1 a r_2 prerušíme skrutkovou tlačkou. Po nasadení prázdnej banky T na zátku vpustíme miernejším prúdom vodu z vodného kohúta v_1 a súčasne začneme odsávať vývevou. Tok vody z vodného kohúta v_1 ide cez plášť chladiča, prechádza rozvodom r_1 smerom na kohút k_2 , ďalej vnútornou trubičkou regulátora do banky B, odkiaľ po dosiahnutí parnej trubičky preteká trojcestným kohútom do banky D. Z naplnenej destilačnej banky prúdi voda trubicou chladiča do banky T a z tejto cez Bunsenove uzávery b_1 a b_2 kohútom k_4 a r_2 do vývevy a odpadu.

Účel súčasného odsávania vývevou spočíva v odstránení jediného netesného miesta v cirkulačnom obvode, a to v uzávere b_1 , ktorý sa vytvoreným podtlakom uzatvorí. Odsávanie okrem toho urýchľuje prietok vody bez najmenšieho namáhania hadíc, pretože samočinná cirkulácia vody prebieha v celom prístroji za zníženého tlaku.

Účinnosť premývania značne zvýšime, keď cez otvorený kohút k_3 necháme nasávať vzduch, pričom premývanie prebieha za miernejšieho podtlaku súčasne prúdom vody aj vzduchu. Zvyšovaním prítoku vody z kohúta v_1 regulujeme súčasne prúd nasávaného vzduchu. Keď prítok vody zosilníme natoľko, že sa vzduch prestáva nasávať kohútom k_3 , je to znak, že prúd vody je taký veľký ako sací efekt vývevy. Zoslabením prítoku vody nastane opäť nasávanie vzduchu, ktorý uvádza prúdiacu vodu do pohybu v celom prístroji až po vývevu.

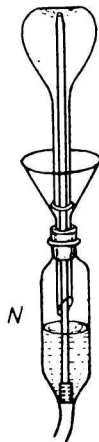
Premývanie prístroja ukončíme uzatvorením kohútov v_1 a k_4 , pričom vývevu ponecháme v činnosti. Potom odstránime tlačku a banku T. Vodu z celého prístroja odsaje výveva cez kohút k_2 pri uzavretom kohúte k_3 a nezmenenej polohe kohúta k_1 . Za tohto stavu kohútov preplákneme nakoniec celý prístroj vodou nasávanou cez chladič z podloženej kadičky.

Použitie prístroja na iné práce

Znovuzískavanie liehu z použitých roztokov sa robí na prístroji s viacerými výhodami, ako napr. dvojitou destiláciou, rýchlym odťahom vydestilovaných zvyškov a nasávaním ďalších podielov liehového roztoku priamo zo zásobnej fľaše do prístroja. Liehový roztok sa buď naleje do varnej banky cez regulátor, alebo nasaje dvojcestným kohútom, ktorý sme umiestili v hrdle hruškovitej nádoby R miesto kohúta k_3 . Skondenzované liehové pary v banke D (príp. prehrievané) sa znova destilujú a kondenzát chytá do banky T nasadenej na zátke. Dvojcestný kohút sa v priebehu destilácie uzatvorí, aby liehové pary neunikali cez regulátor, keď hladina liehového roztoku v banke B klesne pod okraj kratšej tlakovej trubice. Pre tento účel najlepšie vyhovuje lieviovitý uzáver. Zhotoví sa z obyčajného lievika zvnútra uzátkovaného a voľne vloženého do vývrtu gumovej zátky, ktorú umiestime v hrdle hruškovitej nádoby R. Tento uzáver, ktorý zastáva funkciu záklopky, dostatočne utesňuje, naproti čomu pri prípadnom pretlaku spôsobenom utajeným varom slúži ako poistný ventil.

Vydestilované zvyšky sa rýchlo odsajú z obidvoch baniek naraz pri polohách kohútov, ako sú uvedené pri pneumomechanickom preplakovaní celého prístroja. Potom sa za nezmeneného stavu kohútov prepláknú podľa potreby obidve banky nasávanou vodou cez chladič. Po nasaní ďalšieho podielu liehového roztoku sa pokračuje v destilácii.

Preparovanie laboratórneho riadu na prístroji znázorňuje obr. 9. Do lievika N sa vloží trubička, ktorá má na konci gumovú hadičku. Lievik s gumovou zátkou na stopke sa nasunie cez trubičku a utesní sa v hrdle lievika N. Do lievika sa vloží kusok sklenej tyčinky, aby hrdlo banky pri vyparovaní nedoliehalo tesne na steny lievika. Vpustená para cez trojcestný kohút v polohe (2) sa nechá chvíľku vniknúť do banky D, potom sa koniec chladiča



Obr. 9.

uzátkuje, aby všetka para vnikala len do nádoby, ktorú máme prepariť. Kondenzovaná para sa hromadí v lieviku N a vzduch uniká cez zárez na gumovej zátke lievika. Ak je potrebné preparovanie predĺžiť, odpustí sa nahromadený kondenzát do banky D uvoľnením trubičky v zúženom mieste lievika. V priebehu odpúšťania kondenzátu je prívod pary prerušený trojcestným kohútom v polohe (1) a chladič odzátkovaný.

Plnenie zásobného valca. Upravený valec (obr. 6) sa plní zásobným roztokom pomocou vývevy cez prístroj. Voľnú trubičku dvojcestného kohúta na valci spojíme hadičkou s lievikom N a výpustnú trubičku valca, nadstavenú gumovou hadicou, ponoríme do roztoku, ktorým sa má valec naplniť. Dvojcestným kohútom spojíme priestor valca s evakuovaným priestorom prístroja. Roztok sa nasáva pri postavení trojcestného kohúta v polohe (3) a nasadenej banke T. Kohút k_4 je uzatvorený. Keď sa valec naplnil po

poslednú kalibračnú značku, zrušíme vo valci podtlak otočením trojcestného kohúta do polohy (2).

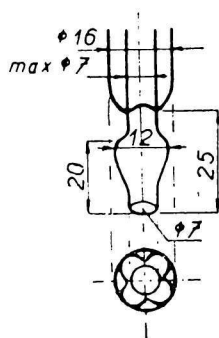
Roztok sa môže nasávať do valca aj priamym zapojením na vývevu, ale len v prípade bezchybnej funkcie ventilov v gumovom balóniku. Ináč pri konci plnenia sa zvíří vniknutým vzduchom vo valci roztok, ktorý sa takto dostane do zábrusu dvojcestného kohúta.

Použitie prístroja na špeciálne práce, pri ktorých sa nemôžu použiť gumové spoje, bolo by možné len v prípade vybavenia prístroja zábrusmi. Rozsah jeho použitia by sa tým značne rozšíril.

Technické podrobnosti prístroja

Všetky členy prístroja, rozvody a trojcestný kohút vyžadujú na zhotovenie odolné sklo o nižšom koeficiente rozťažnosti. Správne zhotovený a upevnený prístroj veľmi dobre odoláva náhlym tepelným zmenám a znáša aj hrubšiu prevádzku.

Na umiestnenie prístroja je potrebný len jeden stojan, tri väčšie a jeden menší držiak (obr. 2). Zostavený prístroj zaberá malú pracovnú plochu, nie väčšiu ako 1,5 plochy stojanového podstavca. Stabilita prístroja je dobrá a premiestňuje sa ľahko a rýchle. Po napojení hadíc na vývevu a vodovod je ihneď pripravený na prácu.



Obr. 10.

Trojcestný kohút patrí medzi dôležité súčasti prístroja. Jeho odolnosť proti tepelným zmenám závisí nielen od druhu skla, ale najmä od spôsobu zhotovenia. Proti prípadnému vypadnutiu následkom väčšieho pretlaku sa zaistí gumičkou. Na mazanie zábrusu je vhodný Ramsayov tuk. Lúhové a iné roztoky odsávané z destilačnej banky nepoškodzujú trojcestný kohút ani v najmenšej miere, pretože je hneď bez zmeny polohy dôkladne preplakovaný vodou. Orientácia pri otáčaní je rýchla, keď sa kohút opatrí značkou. Svetlosť prietokových otvorov má byť 3 mm, minimálne 2,5 mm.

Výveva najlepšie vyhovuje veľkosťou a zhotovením vyobrazeným na obr. 1. Sací efekt vývevy je zvýšený špirálovite stočenou dýzou. Odpadová trubica vývevy sa nadstaví gumovou hadicou, aby sa zamedzilo prudkému striekaniu roztokov odsávaných z prístroja.

Na zamedzenie utajeného varu sa vŕhodí do varnej banky B pred zostavením prístroja asi desať kusov sklenených trubičiek o dĺžke ca 1 cm.

Úprava trubic signalizačného tlakového regulátora pri ich zakončení je detailne znázornená na obr. 10. Hrúbšia tlaková trubica je v štyroch miestach tesne zahnutá k vnútornej trubičke, nie je však s ňou spojená. Touto úpravou je zabezpečená vnútorná trubička proti zlomeniu v mieste vyústenia smerom na kohút k_2 . Vyčnievajúca spodná časť tejto trubičky je na konci rozšírená kvôli zamedzeniu vnikania bubliniek tepla do tlakovej trubice regulátora, čo by rušivo pôsobilo na tlakový stĺpec vody. Časť trubičky, ktorá vyúsťuje smerom na kohút k_2 , je kolienkovite zahnutá do praveho uhla, aby napojené vedenie bolo rovnobežné s vedením od parnej trubičky smerom na trojcestný kohút k_1 .

Parná pištalka, ktorá robí dobré služby pri signalizovaní pretlaku a ukončení destilácie, zhotoví sa z medenej rúrky na spôsob obyčajnej pištalky s potrebným prispôbením. Na rozdiel od obvyklého zhotovenia je spodná časť zárezu v pištálke tiež prumerane zošíkmená, aby sa kondenzovaná para nehromadila pri otvore. Z toho istého dôvodu má pištalka ešte jeden malý otvor na druhej strane oproti zárezu.

Hadice na spojenie jednotlivých členov prístroja dostačujú o svetlosti obvykle použivanej pre chladiče. Na pripojenie trojcestného kohúta vo všetkých smeroch lepšie vy-

hovujú krátke, tenkostenné hadičky, ktoré dobre odolávajú pretlaku, keď vzdialenosť medzi spojenými trubicami nie je príliš veľká. Prípadná netesnosť vodného kohúta v_1 nespôsobí nijaký pretlak v hadiciach, pretože voda má možnosť voľného odtoku plášťom chladiča cez rozvod r_1 a r_2 do vývevy a odpadu.

Bunsenov uzáver b_1 má primeranú dĺžku zárezu, asi 12 mm. Keď je zárez príliš tesný, preteká naliaty roztok (pri nasadenej banke T) z lievika N do destilačnej banky veľmi pomaly alebo vôbec nestečie.

Do vývrtu gumovej zátky, na ktorú sa nasadzuje banka T, vloží sa kúsok gumovej hadičky a len potom sa zátka nasunie na trubicu chladiča, aby sa v prípade potreby mohla bez ťažkostí vymeniť alebo premiestniť.

Odolnosť chladiča proti prasknutiu sa najlepšie zabezpečí tak, keď sa trubica zatesní do osobitne zhotoveného plášťa dvoma gumovými zátkami alebo hadičkami.

Prístroj je účelné zaistiť proti príp. nadmernému vodnému pretlaku trubičkou, ktorou sa nie príliš tesne spojí hadica od vodného kohúta v_1 s prítokovou hadicou chladiča.

Súčiastky prístroja zhotovil podľa nákresov J. Krman na Katedre organickej chémie SVŠT v Bratislave.

Súhrn

Hydromechanický destilačný prístroj, zostavený ako typ príručného laboratórneho destilačného prístroja, nahradí celý rad bežných destilačných aparátúr.

Na prístroji sa môžu robiť štyri druhy destilácií: 1. destilácia vodnou parou, 2. obyčajná destilácia s priamym záhrevom, 3. destilácia za zníženého tlaku a 4. „prúdová“ destilácia presávaným vzduchom, príp. inertným plynom.

Vedľajšie úkony na prístroji, ako napr. plnenie, vyprázdňovanie, vyplakovanie, premývanie, čistenie, kvantitatívne prečerpávanie vydestilovaného zvyšku, dopĺňanie vodou a pod. sú úplne zmechanizované na princípe pneumohydrmechanickom a konajú sa prostredníctvom „uzavretého“ zapojenia bez akejkoľvek demontáže prístroja.

Prístroj sa môže výhodne použiť aj na iné pomocné laboratórne práce, napr. pri znovuzískavaní použitého liehu, vyparovaní laboratórneho riadu a iných pomocných úkonoch. Vybavením prístroja zábrusmi by sa ešte rozšíril rozsah jeho použitia.

V porovnaní s obvyklými typmi destilačných prístrojov má prístroj ešte ďalšie praktické výhody, medzi ktoré patrí najmä:

1. upotrebenie pre makrourčenia aj mikrourčenia,
2. rýchla a jednoduchá obsluha pri základných úkonoch destilácie, plnení, vyprázdňovaní, vyplakovaní a čistení,
3. minimálna potreba času na destiláciu a pomocné úkony,
4. jednoliata uzavretosť destilačného priestoru, ktorá vylučuje straty a styk skúšanej látky s gumovými spojmi,
5. dôkladné a úplné prepláknutie všetkých vnútorných plôch celého destilačného priestoru,

6. vysoká bezpečnosť a presnosť práce, stabilizovaný priebeh destilácie a účinné eliminovanie nepravidelností v priebehu práce,

7. zriedovanie vydestilovaných koncentrovaných zvyškov (s odpadovou vodou z vývevy) súčasne pri odtahu z prístroja, čo je výhodné najmä pri roztokoch s korozívnymi a škodlivými účinkami,

8. nepretržitý priebeh jednotlivých pracovných úkonov pred destiláciou aj po jej ukončení,

9. minimálna potreba dozoru na prístroj v priebehu destilácie,

10. samočinná signalizácia pri ukončení destilácie (vodnou parou) a pri väčšom pretlačku vo varnej banke,

11. samočinná regulácia potrebného času na destiláciu (vodnou parou) podľa intenzity tepelného zdroja,

12. rýchle a pohodlné premiestňovanie prístroja bez zmenšenia výhody okamžitej pohotovosti k práci a

13. skladnosť prístroja s minimálnou potrebou pracovného priestoru, ktorý nepresahuje 1,5 plochy podstavca laboratórneho stojana.

Napriek mnohým výhodám a možnostiam nie je prístroj v podstate komplikovanejší ako obyčajný destilačný prístroj zostavovaný pre destiláciu vodnou parou.

Použitím hydromechanického destilačného prístroja sa usporí na mnohých laboratórnych pomôckach ináč potrebných pri osobitnom zostavovaní prístrojov pre bežnejšie druhy destilácií. Podstatné úspory sa získajú aj na pracovnom mieste a najmä na čase a práci pri súčasnom zvýšení presnosti a bezpečnosti prác konaných veľmi často takmer vo všetkých chemických laboratóriách, výskumných, skúšobných, kontrolných a prevádzkových.

Došlo do redakcie 2. X. 1954

ГИДРОМЕХАНИЧЕСКИЙ ДЕСТИЛЯЦИОННЫЙ АППАРАТ

ИОСИФ ЯНОТИК

Центральный контрольный испытательный институт полевого хозяйства
Отделение молока и продуктов животноводства в Братиславе

Выводы

Гидромеханический дестилляционный аппарат, составленный как тип подручного лабораторного дестилляционного аппарата, может заменить целый ряд обычных дестилляционных аппаратов.

На аппарате можно провести 4 вида дестилляций:

1. Водным паром,
2. Прямым нагреванием,
3. При пониженном давлении, и
4. „Струйной“ дестилляции просасыванием воздуха или же инертного газа.

Подобные операции на аппарате, как напр.: наполнение, опоражнивание, промывание, чистка, количественный перевод отдстиллированного остатка, дополнение водой и т. д. являются совершенно механизированными на принципе пневгидромеханическом и могут проводиться без какого бы то не было демонтажа.

Аппарат может быть употреблен и к другим вспомогательным работам, как напр. для регенерации употребленного спирта, пропаривания лабораторной посуды и при иных вспомогательных работах. Снабжение аппарата шлифами расширило бы его употребление.

Из дальших практических выгод аппарата главным образом являются:

1. употребление для макро и микроопределений,
2. быстрая и простая манипуляция при всех приемах дестилляции,
3. минимальная затрата времени на дестилляцию и на вспомогательные работы.
4. общая замкнутость дестилляционного простора, которая исключает потери и соприкосновение исследуемого вещества с резиновыми соединениями,
5. основательное и полное ополоскивание всех внутренних поверхностей целого дестилляционного простора,
6. безопасность работы, стабилизированный ход дестилляции и возможность быстрого устранения неправильного хода работы,
7. разрежение отдстиллированных концентрированных остатков (отходной водой из наноса) с одновременным оттягиванием из аппарата, что является выгодным особенно при растворах с коррозийным и вредным действием,
8. непрерывный ход отдельных операций перед и после дестилляции,
9. минимальная трата времени для наблюдения во время дестилляции,
10. автоматическая сигнализация при окончании дестилляции (водным паром) и при увеличенном давлении в колбе,
11. автоматическая регуляция необходимого времени на дестилляцию (водным паром) на основании интенсивности теплового источника,
12. быстрое и удобное перемещение аппарата без уменьшения выгод моментальной готовности к работе, и
13. складывание аппарата с минимальной затратой рабочего простора, который не превышает 1,5 площади подставки лабораторного штатива.

Несмотря на многие выгоды и возможности аппарат в принципе не является сложнее, чем обыкновенный дестилляционный аппарат, предназначенный для дестилляции водным паром.

HYDROMECHANISCHER DESTILLATIONSAPPARAT

JOZEF JANOTÍK

Zentrales landwirtschaftliches Kontroll- und Prüfungsinstitut, Abteilung Milch und tierische Erzeugnisse, Bratislava

Zusammenfassung

Der vorgeschlagene hydromechanische Destillationsapparat, in der Form eines handlichen Laboratoriumsdestillationsapparates zusammengestellt, ist dazu berufen, eine ganze Reihe üblicher Destillationsgeräte zu ersetzen.

Mittels dieses Apparates können vier verschiedene Arten von Destillationen durchgeführt werden: 1. mit Wasserdampf, 2. durch direkte Erhitzung, 3. unter vermindertem Druck und 4. die sogen. „Strömungs“-Destillation unter Durchsaugen von Luft oder inerten Gases.

Die erforderlichen Nebenfunktionen am Apparate, wie z. B. das Füllen, Entleeren, Ausspülen, Durchwaschen, Reinigen, die quantitative Umfüllung des abdestillierten Destillationsrückstandes, das Ergänzen mit Wasser usw. sind völlig mechanisiert nach dem pneumo-hydromechanischen Prinzip und werden so durchgeführt, dass der Apparat nicht auseinandergenommen werden braucht.

Der Apparat kann mit Vorteil auch für andere Laboratoriumshilfsarbeiten verwendet werden, z. B. für die Rückgewinnung verwendeten Alkohols, für das Ausdämpfen von Laboratoriumsgerät und für andere Hilfsarbeiten.

Durch die Ausstattung der Apparatur mit Glasschliffen würde sich der Anwendungsbereich noch mehr erweitern. Unter den weiteren praktischen Vorteilen der neuen Apparatur können hauptsächlich folgende angeführt werden:

1. die Anwendung für Makro- und Mikrobestimmungen,
2. die einfache und rasche Manipulation bei allen Destillationsarbeiten,
3. eine minimale Zeiterfordernis für die Destillation und für Hilfsfunktionen,
4. die aus einem Teil gebildete Abgeschlossenheit des Destillationsraumes, welche Substanzverluste ausschliesst und ausserdem die Berührung des betreffenden Stoffes mit Verbindungsstücken aus Gummi,
5. eine gründliche und vollkommene Durchspülung aller innerer Flächen des gesamten Destillationsraumes,
6. Gefahrlosigkeit der Arbeit, ein stabilisierter Verlauf der Destillation und die Möglichkeit der Ausschaltung von Unregelmässigkeiten im Verlaufe der Arbeit,
7. die Verdünnung abdestillierter konzentrierter Rückstände (mit Abfallwasser aus der Saugpumpe), gleichzeitig mit dem Abzug aus der Apparatur, was besonders vorteilhaft ist bei Lösungen mit korrodierenden oder schädlichen Wirkungen,
8. der kontinuierliche Verlauf der einzelnen Arbeitsfunktionen vor der Destillation und nach ihrer Beendigung,
9. ein minimaler Bedarf an Beaufsichtigung während der Destillation,
10. die selbsttätige Signalisation bei Beendigung der Destillation (mittels Wasserdampf) und bei grösserem Überdruck im Kochkolben,
11. eine selbsttätige Regulierung der benötigten Zeit für die Destillation (mittels Wasserdampf) gemäss der Intensität der Wärmequelle,
12. eine rasche und bequeme Ortsveränderung der Apparatur ohne Verringerung der Vorteile einer augenblicklichen Arbeitsbereitschaft,
13. die Zusammensetzbarkeit der Apparatur mit einem minimalen Bedarf an Arbeitsraum, welcher die anderthalbfache Fläche eines Laboratoriumsständers nicht überschreitet.

Trotz der vielen Vorteile und Möglichkeiten ist diese Apparatur im wesentlichen nicht komplizierter als ein übliches Destillationsgerät für die Wasserdampfdestillation.

In die Redaktion eingelangt den 2. X. 1954