

Eksperiment 1 - Destillasjon og kokepunkt

Sammendrag

Formålet med dette eksperimentet var å separere en blanding av sykloheksan og n-butanol, både ved enkel og fraksjonert destillasjon, for å bestemme blandingsforholdet mellom dem. En ukjent prøve ble også identifisert ved bestemmelse av kokepunkt. Blandingsforholdet ble bestemt, ved enkel destillasjon til 5:7, og ved fraksjonert destillasjon til 13:17. Prøve 2.10 ble identifisert som aceton.

1 Teori

1.1 Kokepunkt for en væske

De fleste væsker er i en likevekt med sin gassform, og andelen i gassform er avhengig av både temperatur og ytre trykk.^[1] De molekylene som er i gassform yter det som kalles damptrykk på omgivelsene. Den temperaturen der damptrykket over væskeflaten er lik det eksterne trykket er definert som væskens kokepunkt.

1.2 Dalton's lov

I en blanding av gasser vil hver gass yte et trykk på omgivelsene; Dette kalles for partialtrykket av gassen. Dalton's lov (se Ligning 1.1) sier at det totale trykket som gassblandingen yter på omgivelsene er lik summen av de partielle trykkene til komponentene i blandingen.^[2]

$$P_{total} = \sum_{i=1}^n P_i = P_1 + P_2 + P_3 + \dots + P_n \quad (1.1)$$

1.3 Raoult's lov

Raoult's lov sier at damptrykket til en forbindelse i væskefase, i en ideell blanding med andre væsker, reduseres proporsjonalt med molbrøken til forbindelsen.^[2] Dette er vist i Ligning 1.2, der P_1^* er damptrykket over den rene væsken ved samme temperatur, og x_1 er molbrøken til væsken.

$$P_1 = P_1^* \times x_1 \quad (1.2)$$

1.4 Kokepunkt for en ideell blanding av væsker

Ved å kombinere definisjonen for kokepunkt med Dalton og Raoults lover kan det utledes at; For en ideell blanding av væsker vil blandingen koke når summen av partialtrykkene er lik det eksterne trykket. I Ligning 1.3 er dette vist for en tenkt, ideell blanding av to væsker.

$$P_{total} = P_1 + P_2 = P_1^* \times x_1 + P_2^* \times x_2 \quad (1.3)$$

Siden summen av molbrøkene pr. definisjon er 1, kan det videre utledes at det totale trykket må ligge mellom de to «rene» trykkene, se Ligning 1.4. Dette betyr at kokepunktet til en ideell blanding må ligge mellom kokepunktene til de to rene komponentene.

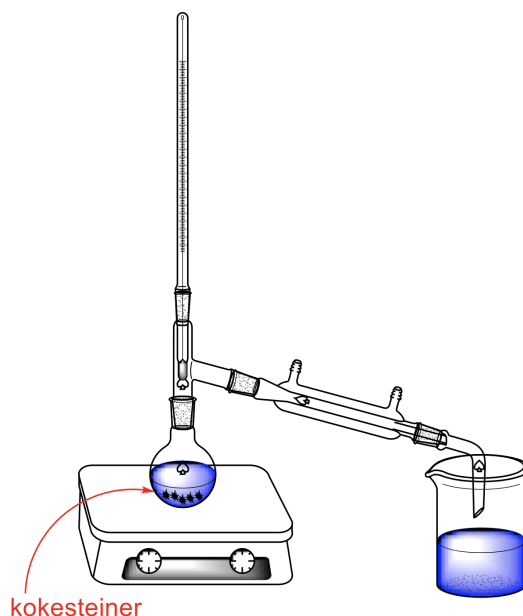
$$P_{total} = P_1^* \times x_1 + P_2^* \times (1 - x_1) = P_2^* - (P_2^* - P_1^*) \times x_1 \quad (1.4)$$

1.5 Destillasjon

Destillasjon er en teknikk for å separere flyktige væsker fra andre væsker eller faste stoffer, basert på forskjeller i kokepunkt.^[2] Prinsippet er at den flyktige væsken fordampes til gassform og overføres til en annen beholder, der den kondenseres tilbake til væskeform (destillat). Forskjellen i damptrykk for de rene væskene fører til at dampen over en blanding vil ha en høyere andel av den mest flyktige komponenten, enn væskeblandingen. Når dampen kjøles ned senere vil destillatet derimot ha samme sammensetning som dampen det kondenserte fra. Destillatet vil derfor ha en høyere konsentrasjon av komponenten med lavest kokepunkt, enn den opprinnelige blandingen. Det finnes flere metoder for å destillere, noen av de vanligste inkluderer: Enkel destillasjon, fraksjonert destillasjon, destillasjon under redusert trykk, kulerørdestillasjon, mikrodestillasjon, og dampdestillasjon.

1.5.1 Enkel destillasjon

I en enkel destillasjon varmes en væskeblanding opp til sitt kokepunkt, dampen ledes via et destillasjonshode over i en kjøler der den kondenserer, destillatet renner ut og samles i en annen beholder. Oppsettet for en slik destillasjon er vist i Figur 1.1.

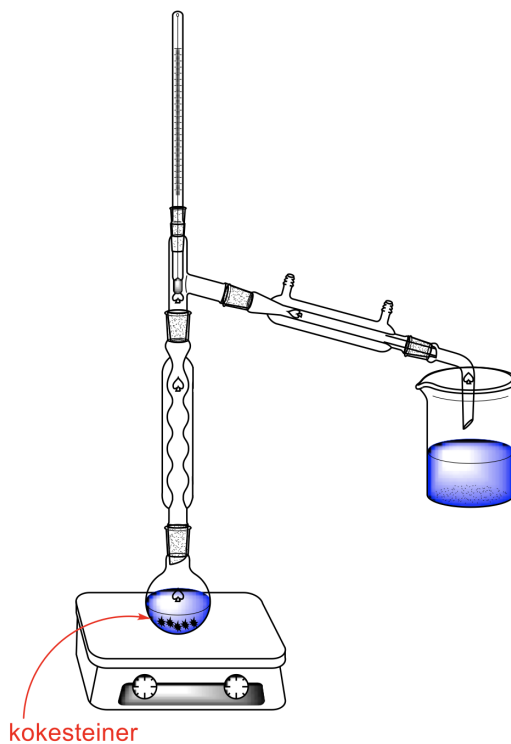


Figur 1.1: Oppsett av utstyr for enkel destillasjon

1.5.2 Fraksjonert destillasjon

Fraksjonert destillasjon ligner på enkel, men det brukes en fraksjoneringskolonne mellom destillasjonshodet og rundkolben med væskeblandingen. I fraksjoneringskolonnen vil dampen kondensere og fordampe gjentatte ganger på grunn av den store overflaten i kolonnen. I praksis

fungerer dette som å gjennomføre mange enkle destillasjoner i serie, med stadig høyere konsentrasjon av den mest flyktige komponenten. Oppsettet for en slik destillasjon er vist i Figur 1.2.



Figur 1.2: Oppsett av utstyr for fraksjonert destillasjon

2 Fysikalske data

Relevante fysikalske data til forbindelser brukt i dette forsøket er vist i Tabell 2.1.

Tabell 2.1: Fysikalske data for aktuelle forbindelser^[3]

Forbindelse	Kokepunkt[°C]
<i>n</i> -Propylamin	47
Aceton	56
Metanol	65
Etylacetat	77
2-Propanol	82
Butanon	80
1-Propanol	97
Sykloheksan	81
Vann	100
<i>n</i> -Butanol	117

3 Eksperimentelt

3.1 Bestemmelse av kokepunkt

Et gradert reagensrør ble festet til et termometer med strikk og et kapillærrør ble lagt ned i reagensrøret med den åpne enden ned. Reagensrør og termometer ble montert i et oljebad som på en varmeplate. En ukjent væske (ca. 1 mL) ble overført til reagensrøret og oppvarmet til gassbobler begynte å strømme raskt ut av kapillærrøret. På dette tidspunktet ble oppvarmingen slått av og varmeplaten ble byttet med en labjekk. Temperaturen sank gradvis og færre gassbobler kom ut av kapillærrøret. Temperaturen da siste gassboble gikk ut og væske gikk inn i kapillærrøret ble registrert. Denne temperaturen ble rapportert som kokepunktet til den ukjente væsken.

3.2 Destillasjon

Det ble gjennomført to forskjellige destillasjoner, enkel og fraksjonert. Noen kokesteiner og en blanding av sykloheksan og n-butanol (60 mL) ble overført til en rundkolbe, og resten av oppsettet ble montert som vist i Figur 1.1 og Figur 1.2 (for hhv. enkel og fraksjonert destillasjon). Det ble gradvis varmet opp i en varmekappe til dråpehastigheten av destillat var 20-30 dråper/min. Temperaturen i destillasjonshodet ble avlest ved første dråpe destillat, og deretter for hver andre mL (2, 4, 6 osv.). Ved 50 mL oppsamlet destillat ble varmen skrudd av og destillasjonen stoppet for å unngå tørrkoking.

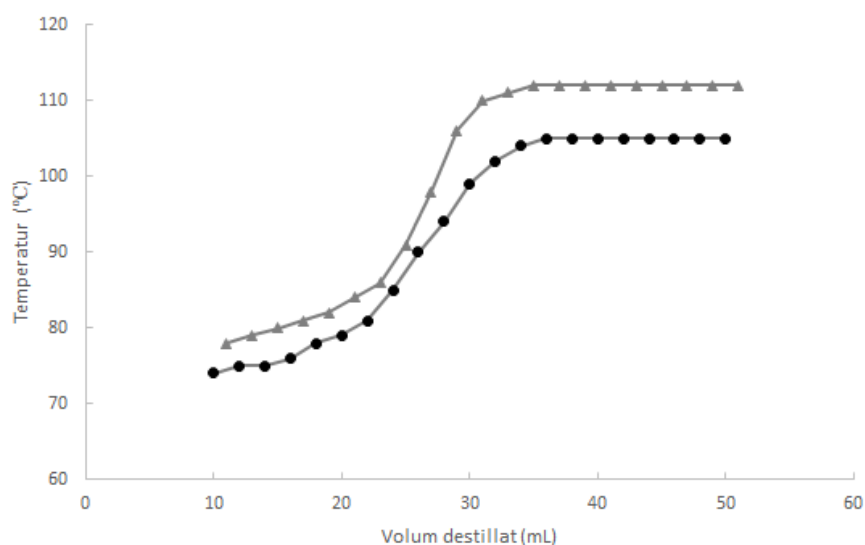
4 Resultater

4.1 Bestemmelse av kokepunkt

Kokepunktet for den ukjente prøven ble bestemt i henhold til prosedyren i avsnitt 3.1 til 57°C og stoffet ble bestemt ut fra tabell 2.1 til å være aceton.

4.2 Destillasjonsgraf

Noterte temperaturer ble plottet mot volum destillat i figur 4.1 (rådata ligger i vedlegg A). Mengde sykloheksanol i blandingen ble bestemt til nærmeste mL på det punktet på destillasjonsgrafen med høyest stigningstall. Dette ble bestemt til 25 mL for enkel og 26 mL for fraksjonert destillasjon, som gir forhold av sykloheksan til *n*-butanol blir henholdsvis 5:7 og 13:17



Figur 4.1: Temperatur plottet mot volum destillat. Enkel destillasjon i mørk og fraksjonert destillasjon i lys

5 Diskusjon

Ettersom kun en paralell ble gjort for kokepunktbestemmelsen er det vanskelig å si noe om usikkerheten til målingen. Temperaturen ble lest av til nærmeste hele grad, og de stoffene med nærmest kokepunkt er over 9 grader ifra så aceton er nærmest med ca. 8 grader margin.

Destillasjonsgrafene for enkel og fraksjonert destillasjon er noe lik, men kurven for fraksjonert er litt brattere i overgangsområdet som gir et litt klarere punkt å sette volumet av sykloheksan enn for den enkle. Dette skyldes at en fraksjonert destillasjon gir et renere destillat som gjør at det blir mye mer plutselig tomt for sykloheksan og en bråere endring i kokepunkt. Dette gjør at en fraksjonert destillasjon er et bedre verktøy for å bestemme sammensettningsforhold i en væskeblanding. På begge destillasjonsgrafene strekker intervallet med brattere endring i kokepunkt (ca. fra 22-23 mL til 35 mL) og det er vanskelig å si mye om hvor i dette intervallet det faktiske volumet av sykloheksan ligger uten en usikkerhet på ca ± 5 mL. Det er og tydelig at det målte kokepunktet av *n*-butanol på destillasjonsgrafene er noe lavere enn den teoretisk maksimale verdien på 117°C (tabell 2.1). Dette skyldes at termometeret måler temperaturen på dampen fra destillasjonskolben som kan være litt nedkjølt på grunn av dårlig isolasjon og at termometeret står et stykke over kolben.

Trondheim, 5. februar 2018

Marcus Takvam Lexander

Referanser

- [1] D. Raymond Chang and P. Kenneth Goldsby, *General chemistry: The essential concepts*. New York: McGraw-Hill Education, 2nd ed., **2014**. s. 423-424
- [2] L. M. Harwood, C. Moody, and J. M. Percy, *Experimental organic chemistry: standard and microscale*. Oxford: Wiley, 7th ed., **1999**. s. 131-136
- [3] W. Haynes, *CRC handbook of chemistry and physics*. Boca Raton: CRC Press, 95th ed., **2014**. Physical constants of organic compounds

Vedlegg A: Rådata for destillasjon

Tabell 5.1: Temperatur som funksjon av volum destillat for fraksjonert destillasjon

Volum Destillat[mL]	Temperatur[°C]
11	78
13	79
15	80
17	81
19	82
21	84
23	86
25	91
27	98
29	106
31	110
33	111
35	112
37	112
39	112
41	112
43	112
45	112
47	112
49	112
51	112

Tabell 5.2: Temperatur som funksjon av volum destillat for simpel destillasjon

Volum Destillat[mL]	Temperatur[°C]
10	74
12	75
14	75
16	76
18	78
20	79
22	81
24	85
26	90
28	94
30	99
32	102
34	104
36	105
38	105
40	105
42	105
44	105
46	105
48	105
50	105

Vedlegg B: Svar på kontrollspørsmål

En azeotrop er et spesifikt blandingsforhold av to væsker ved et gitt trykk hvor kokepunktet til væskeblandingen er lavere enn noen av væskene ren. Dette resulterer i at dampen fra væskeblandingen vil aldri være renere enn dette blandingsforholdet og blandingen kan ikke separeres videre ved hjelp av enkel eller fraksjonert destillasjon. Et klassisk eksempel på dette er 95.6% vol etanol hvor det ikke er mulig å få en renere etanol løsning enn 95.6% ved simpel destillasjon. Måter å gå rundt dette problemet kan inkludere endring i trykk (vakumdestillasjon), tilsats av et annet stoff som eliminerer (eller hvertfall reduserer) azeotropen eller bruk av "molecular sieves" som fanger det ene stoffet på et molekylært nivå. For produksjon av anhydrous etanol er tilsats av benzen en vanlig måte å fjerne en del av vannet. Dette lager en ny azeotrop med benzen som har en større andel etanol, men inneholder en liten mengde benzen som gjør at det er uegnet for en del bruksområder (spesielt drikke)