

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 2:1 (sykloheksan : n-butanol), og ved fraksjonert destillasjon til 2:1 (sykloheksan : n-butanol). Prøve 2.9 ble identifisert som butanon.

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.

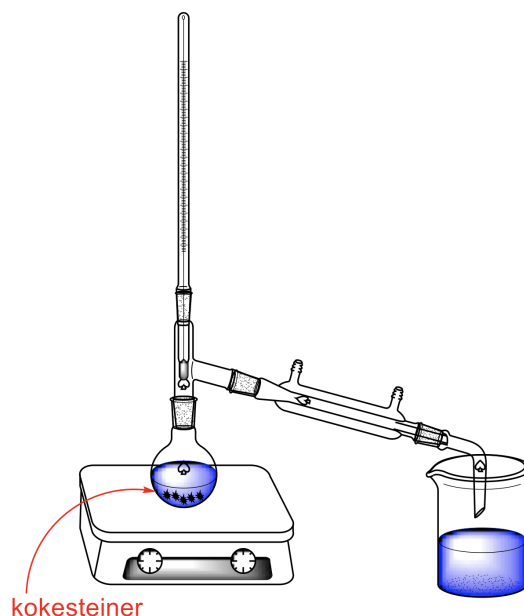
$$P_{total} = P_1^* \times x_1 + P_2^* \times (1 - x_1) = P_2^* - (P_2^* - P_1^*) \times x_1 \quad (1.4)$$

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.

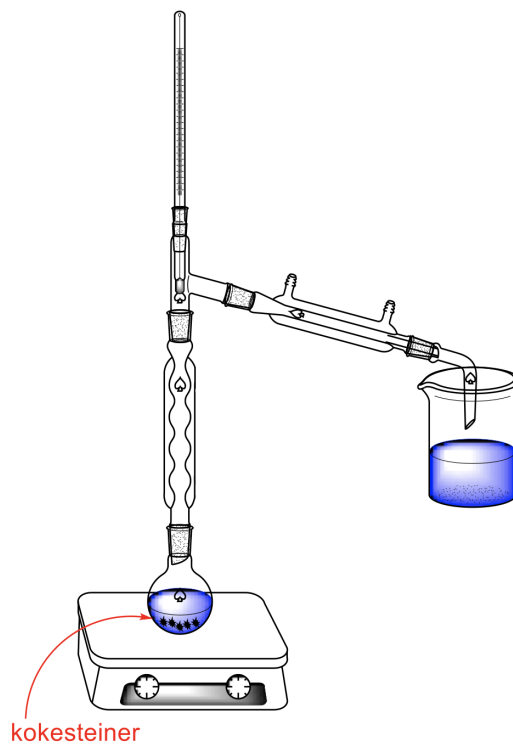


Figur 1.1: Oppsett av utstyr for enkel destillasjon

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 labje. 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 55 mL oppsamlet destillat ble varmen skrudd av og destillasjonen stoppet for å unngå tørrkoking.

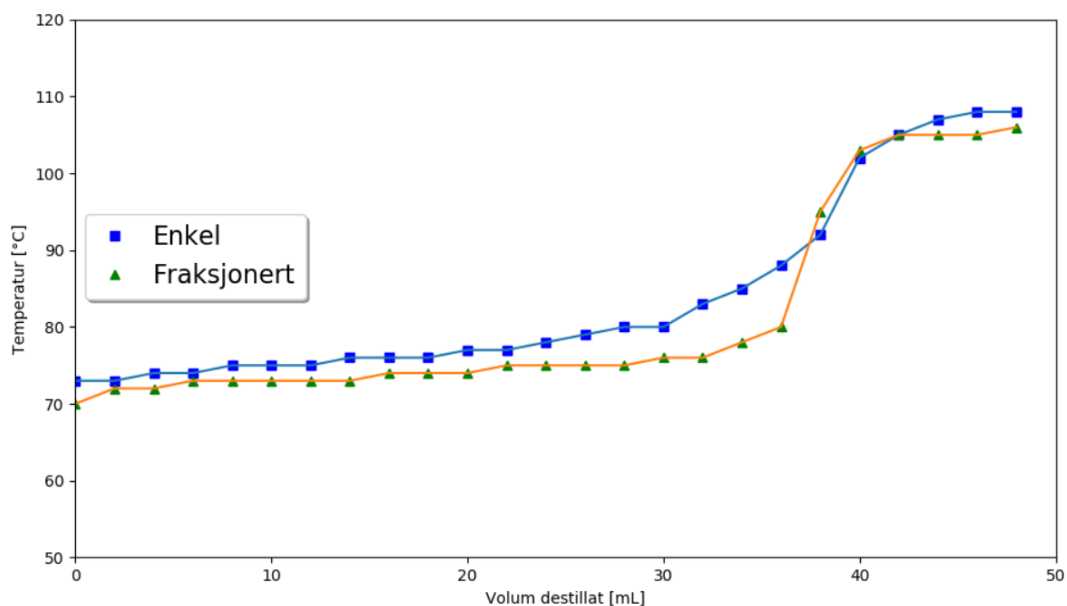
4 Resultater

4.1 Bestemmelse av kokepunkt

Kokepunktet for den ukjente prøven ble, i henhold til prosedyren i avsnitt 3.1, bestemt til 77°C. Konkluderer at den ukjente prøven inneholder butanon som har et kokepunkt på 80°C.

4.2 Destillasjonsgraf

4.1 viser resultatet av både enkel og fraksjonert destillasjon. Det er et tydelig knekkpunkt på begge grafene, der grafene først øker raskt, deretter avtar fort. Grafen for fraksjonert destillasjon har en tydeligere stabilisering før og etter knekkpunktet, mens grafen fra enkel destillasjon har en mer kontinuerlig vekst.



Figur 4.1: Temperatur ved enkel og fraksjonert destillasjon som funksjon av volum oppsamlet destillat

5 Diskusjon

De viktigste feilkildene under eksperimentet er feil i måleutstyret, urenheter i prøvene, varmen under destilleringen ble ikke isolert godt nok og at dampen under oppvarming slapp ut av destillasjonsoppsettet uten å kondensere. Destillasjonseksperimentet er mulig å kontrollere ved å sjekke hvor mye som ble destillert og hvor mye væske det ble igjen i destillasjonskolba. Før destillasjonen var det 60mL av prøven i kolben, mens destillasjonen stoppet når det ble destillert 50mL i målekolben. Etter destillasjonen var det fortsatt igjen en god del av prøven i kolben. Dette viser at det var minimalt med damp som slapp ut av destillasjonsoppsettet. Det første eksperimentet er mulig å teste ved å måle fysiske data og sjekke opp mot tabellverdier.

Under kokepunktsbestemmelsen så ble en temperatur på 77 °C målt da siste bobla gikk ut av kapillærrøret. Det er verdt å merke at kokepunktet til etylacetat er på 77 °C mens kokepunktet til butanon er på 80 °C. Konkluderer likevel at den ukjente prøven inneholder butanon på grunn av feilkilder som at temperaturen i oljebadet ikke samsvarer ideelt med temperaturen i prøven og urenheter i prøven.

Under enkel destillasjon ble en jevn temperatur målt over hele destilleringen. Det observeres likevel et knekkpunkt som starter fra 34mL og slutter ved 40mL. En mulig estimering av sammensetningen er 2:1 (sykloheksan : n-butanol) der omtrent 36mL av destillatet er sykloheksan og 24mL er n-butanol.

Fraksjonert destillering har et mer skarpt knekkpunkt, og derfor en mer nøyaktig resultat og det kan forklares ved at destillasjonsoppsettet har en vigreux-kolonne som greier å skille på to forskjellige forbindelser ved å la det ene forbindelsen med lavere kokepunkt destillere videre mens den andre gassen med høyere kokepunkt blir kondensert i kolonnen, slik at det kondenserer tilbake til væske og ned til prøven i destillasjonskolben. Observasjoner fra figur 4.1 sier at det finnes 38mL av første forbindelsen og 12mL av den andre. Grunnen til dette er fordi destillasjonen ble stoppet etter det ble destillert 50mL, og på grunn av at vigreux-kolonnen greier å skille på de ulike forbindelsene med ulike kokepunkter er det fortsatt en del n-butanol i destillasjonskolben. Dette tyder at prøven i kolben besto av omtrent 40mL sykloheksan og 20mL av n-butanol, som gir en sammensetning på 2:1 (sykloheksan : n-butanol).

Trondheim, 24. november 2019

Yoonsik Oh

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
- [4] "Azeotrop." <https://www.mn.uio.no/ibv/tjenester/kunnskap/plantefys/leksikon/a/azeotrop.html>. Accessed: 11-09-19.

Vedlegg A - Tabeller

Tabell 5.1: Avleste verdier ved enkel destillasjon

V[mL]	T[°C]	V[mL]	T[°C]	V[mL]	T[°C]	V[mL]	T[°C]	V[mL]	T[°C]
2	73	12	75	22	77	32	80	42	102
4	73	14	75	24	77	34	83	44	105
6	74	16	76	26	78	36	85	46	107
8	74	18	76	28	79	38	88	48	108
10	75	20	76	30	80	40	92	50	108

Tabell 5.2: Avleste verdier ved fraksjonert destillasjon

V[mL]	T[°C]	V[mL]	T[°C]	V[mL]	T[°C]	V[mL]	T[°C]	V[mL]	T[°C]
2	70	12	73	22	74	32	76	42	103
4	72	14	73	24	75	34	76	44	105
6	72	16	73	26	75	36	78	46	105
8	73	18	74	28	75	38	80	48	105
10	73	20	74	30	75	40	95	50	106

Vedlegg B - Kontrollspørsmål

- Hva er azeotroper? Kan azeotroper separeres med enkel og fraksjonert destillasjon?

En azeotrop er en væske med ulike forbindelser, men likevel koker ved konstant kokepunkt uten at sammensetningen endres. Det vil si at uansett hvor mange trinn destillasjonsoppsettet har, så vil ikke væsken separeres. Et eksempel på en azeotrop er en løsning av etanol med 4,4 vektprosent vann^[4].