

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 (n-butanol:sykloheksan), og ved fraksjonert destillasjon til 2:1 (n-butanol:sykloheksan). Prøve 2.11 ble identifisert som 2-propanol.

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.

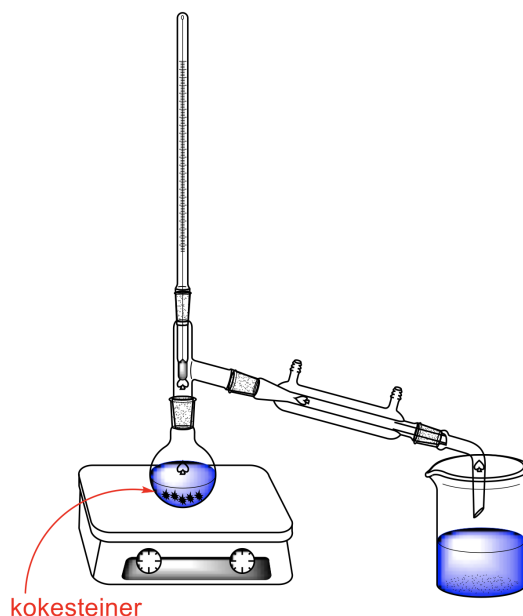
$$P_{total} = P_1^* \times x_1 + P_2^* \times (1 - x_1) = P_2^* - (P_2^* - P_1^*) \times x_1 \quad (1.4)$$

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.

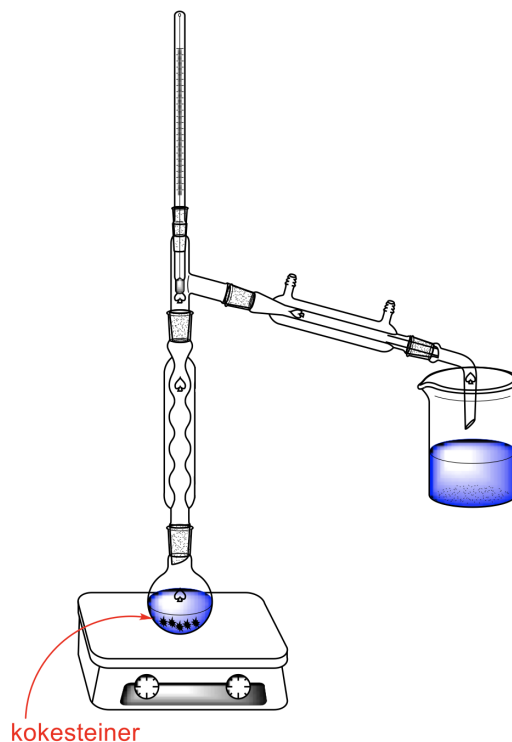


Figur 1.1: Oppsett av utstyr for enkel destillasjon

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 ??.

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 fraksjonert destillasjon, og ved hver andre mL fra 5. mL (5, 7, 9 osv.) ved enkel destillasjon. Ved 50 mL oppsamlet destillat ble varmen skrudd av og destillasjonen stoppet for å unngå tørrkoking.

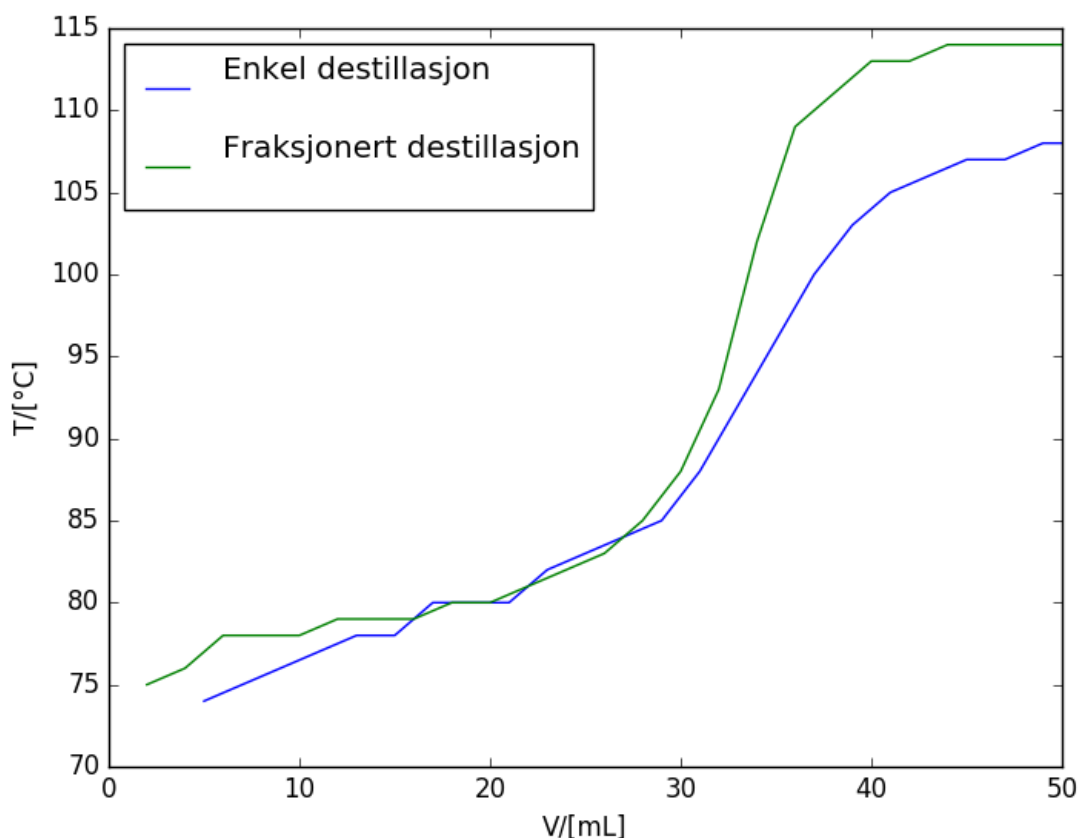
4 Resultater

4.1 Bestemmelse av kokepunkt

Kokepunktet for den ukjente prøven ble, i henhold til prosedyren i avsnitt 3.1, bestemt til 83 °C.

4.2 Destillasjonsgraf

Figur 4.1 viser at temperaturen ved fraksjonert destillasjon har to tydelige knekkpunkter, hvor den først øker bratt og deretter avtar fort, de samme knekkpunktene finnes igjen ved enkel destillasjon, men disse er mindre tydelige. Temperaturen stabiliserer seg på et høyere nivå ved fraksjonert destillasjon enn ved enkel destillasjon.



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

5 Diskusjon

De viktigste feilkildene i dette forsøket er termometeret og mulighet for at damp fra destillasjonen slapp ut av destillasjonsoppsettet uten å kondensere. Det siste er mulig å kontrollere ved å se på total mengde væske før og etter destillasjonen: Før destillasjon var det 60 mL væske i rundkolben, etter destillasjonen var det samlet opp 50 mL destillat, og det var 5-10 mL væske igjen i rundkolben. Dette viser at det var minimalt med damp som slapp ut av systemet. Det første er mulig å teste ved å måle fysikalske data og sjekke opp mot tabellverdier.

Under kokepunktsbestemmelsen ble kokepunktet til den ukjente væsken lest av til 83 °C, tabellverdi for kokepunktet til 2-propanol er 82 °C. Dersom den ukjente væsken var 2-propanol tyder det på at termometeret ikke viser betydelig feil, da en forskjell på en grad kan skyldes avlesningsfeil, urenheter i prøven eller liknende.

Observasjonene beskrevet i seksjon 4.2 kan forklares med at dampen i destillasjonshodet er renere ved fraksjonert destillasjon enn ved enkel destillasjon. Ettersom dampen som destillerer av ikke varmes opp ytterligere før den når destillasjonshodet vil temperaturen til dampen ligge veldig nær kokepunktet til væsken med sammensetning tilsvarende sammensetningen i dampen.

Ved fraksjonert destillasjon vil dampen bestå nesten utelukkende av det mest flyktige stoffet, frem til det er destillert av og temperaturen stiger fort til kokepunktet til det mindre flyktige stoffet. Når stoffet som destillerer av er renere, også det resterende stoffet renere. Altså vil temperaturen stabilisere seg nærmere kokepunktet til det stoffet med høyest temperatur.

Figur 4.1 og tabell 6.2 viser at temperaturen i destillasjonshodet begynte å stige skarpt da 20 mL hadde destillert av. Dette tyder på at innholdet i rundkolben besto av ca. 20 mL sykloheksan og ca. 40 mL n-butanol, som gir et blandingsforhold på ca 2:1 (n-butanol:sykloheksan).

Trondheim, 19. juni 2019

Vegard G. Jervell

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

6 Vedlegg A

Tabell 6.2: 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	75	12	79	22	81	32	93	42	113
4	76	14	79	24	82	34	102	44	114
6	78	16	79	26	83	36	109	46	114
8	78	18	80	28	85	38	111	48	114
10	78	20	80	30	88	40	113	50	114

Tabell 6.4: 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]
5	74	15	78	25	83	35	96	45	107
7	75	17	80	27	84	37	100	47	107
9	76	19	80	29	85	39	103	49	108
11	77	21	80	31	88	41	105	50	108
13	78	23	82	33	92	43	106		

7 Vedlegg B

En azeotrop er en væskeblanding med sammensetning lik sammensetningen til stoffene i gassfase. Det vil si at blandingen ikke kan separeres ved destillasjon, uansett antall destillasjonstrinn. Et eksempel på en azeotrop er en blanding av 96% etanol og 4% vann.