

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. Blandingsforholdet ble bestemt, ved enkel destillasjon til 13:17, og ved fraksjonert destillasjon til 5:7.

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 Raoult's 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.

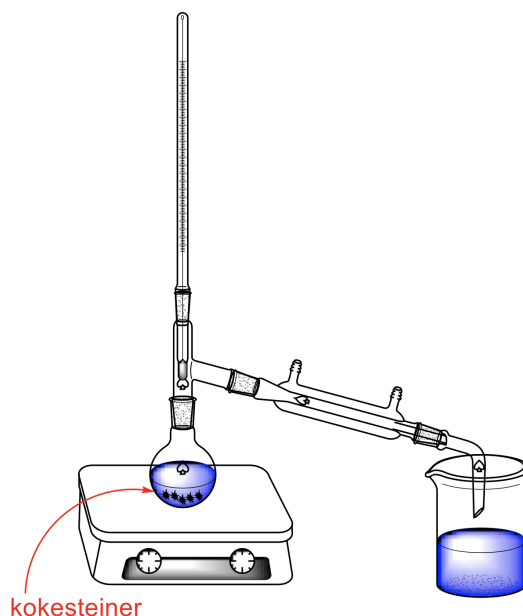
$$P_{total} = P_1^* \times x_1 + P_2^* \times (1 - x_1) = P_2^* - (P_2^* - P_1^*) \times x_1 \quad (1.4)$$

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

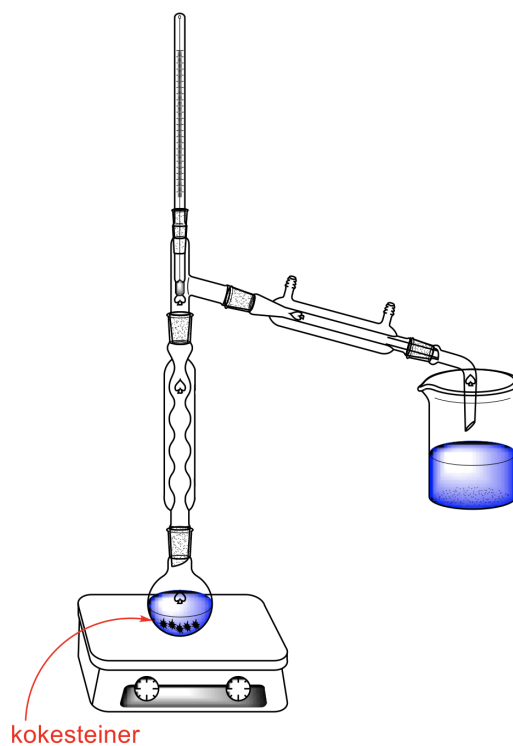
I en enkel destillasjon varmes en væskeblanding opp til sitt kokepunkt, dampen ledes via et destillasjonshode over i en kjøler der den kondenserer, destillatet renner ut og samles i en annen beholder. Oppsettet for en slik destillasjon er vist i Figur 1.1.



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

4 Resultater

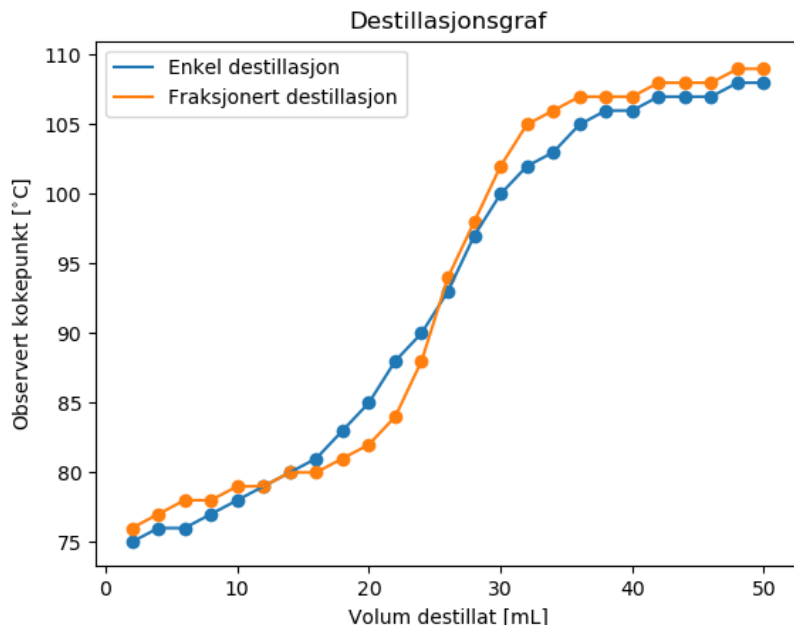
4.1 Bestemmelse av kokepunkt

Det ble ikke oppgitt data til denne delen av forsøket, det er derfor ingen resultater å presentere.

4.2 Destillasjonsgraf

Resultatene fra destillasjonen av blandingen av n-butanol og sykloheksan er illustrert i figur 4.1, både enkel og fraksjonert destillasjon.

Midten på grafen for enkel destillasjon ble avlest til 26 mL, for fraksjonert destillasjon ble avlesningen 25 mL. Blandingsforholdet ble beregnet til å være henholdsvis 13:17 og 5:7, sykloheksan:n-butanol.



Figur 4.1: Temperatur som funksjon av volum oppsamlet destillat ved destillasjon av blanding av n-butanol og sykloheksan. Avlesning gjort hver andre mL oppsamlet destillat.

5 Diskusjon

Kokepunktene for begge væskene var lavere enn litteraturverdiene fra tabell 2.1. Dette kan skyldes urenheter i løsningen eller varmetap fra dampen mellom destillasjonskolben og termometeret.

For begge destillasjonene ble det observert en tydelig temperaturøkning. Økningen kan skyldes en overgang fra destillasjon av sykloheksan til n-butanol. Avlesning og beregning av forholdet mellom komponentene i blandingen, resulterte i estimatene 13:17 og 5:7, sykloheksan:n-butanol, for henholdsvis enkel og fraksjonert destillasjon. Temperaturendringen under destillasjonene var forventet, ettersom Dalton- og Raoult's lov beskriver sammenhengen mellom blandingsforhold og partielltrykket av en gassblanding, og dermed også kokepunktet til tilsvarende væskeblanding. I kombinasjon med litteraturverdiene i tabell 2.1, var temperaturøkningen forventet.

En potensiell feilkilde med begge destillasjonene er at noe av væsken kan ha fordampet ut av systemet. Det mest troverdige svaret er at forholdet i blandingen er 5:7. Fraksjonert destillasjon gir flere destillasjonstrinn, og en renere destillasjon, samt en mer markant temperaturøkning for destillasjonsoverganger, og dermed også en lettere avlesning.

Trondheim, 26. august 2020

Erlend Sørli

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] L. M. Harwood, C. Moody, and J. M. Percy, *Experimental organic chemistry: standard and microscale*. Oxford: Blackwell Science, 2nd ed., **1999**. s. 214-215

Vedlegg A - Tabeller

Avlest temperatur under enkel og fraksjonert destillasjon av blanding av sykloheksan og n-butanol er vist i tabell 5.1

Tabell 5.1: Avlest temperatur per 2. mL destillat ved enkel og fraksjonert destillasjon av blanding av sykloheksan og n-butanol

Volum destillat [mL]	Temperatur [°C]	
	Enkel	Fraksjonert
2	75	76
4	76	77
6	76	78
8	77	78
10	78	79
12	79	79
14	80	80
16	81	80
18	83	81
20	85	82
22	88	84
24	90	88
26	93	94
28	97	98
30	100	102
32	102	105
34	103	106
36	105	107
38	106	107
40	106	107
42	107	108
44	107	108
46	107	108
48	108	109
50	108	109

Vedlegg B - Kontrollspørsmål

Azeotroper er væskeblandinger som koker med både konstant temperatur, og konstant sammensetning. Det er ikke mulig å skille komponentene i en en azeotrop væskeblanding ved destillasjon, ettersom sammensetningen av komponentene i væskeform er lik sammensetningen av komponentene i gassform. Derimot, dersom det er overskudd av en av komponentene, vil man kunne skille azeotropen fra overskuddskomponenten ved destillasjon.^[4]