

1.2

Destillation 1

Chemikalien

Ethanol	R: 11 S: 7, 16	$K_p=78\text{ °C}$
<i>n</i> -Propanol	R: 11 S: 7, 16	$K_p=97\text{ °C}$

R 11:	Leichtentzündlich
S 7:	Behälter dicht geschlossen halten
S 16:	Von Zündquellen fernhalten – Nicht rauchen

Theorie

Unter Destillation versteht man die Verdampfung einer aus einer beliebigen Komponentenzahl bestehenden Flüssigkeit und die anschließende Kondensation des dabei gebildeten Dampfes zum Destillat, das bei der einfachen Destillation zusammen und bei der fraktionierten Destillation nacheinander, nach steigendem Siedepunkt der Komponenten, aufgefangen wird. Die Destillation ist eine wichtige Trenn- und Reinigungsmethode von verschiedenen Substanzen; das Prinzip hierbei beruht auf deren Differenz der Siedepunkte. Man unterscheidet die Gleichstromdestillation, bei der sich nur die Dampfphase bewegt, von der Gegenstromdestillation (Rektifikation), die in sogenannten Kolonnen durchgeführt wird und bei der ein Teil des im Kondensator gebildeten Kondensats sich flüssig als Rücklauf im Gegenstrom zu den aus der Verdampfungseinrichtung aufsteigenden Dämpfen abwärts bewegt. Dabei findet in der Kolonne ein Stoffaustausch zwischen beiden Phasen statt, die leichter flüchtigen Anteile reichern sich in Richtung des Kondensators im Dampf und die schwerer flüchtigen Komponenten zum Kolonnensumpf hin im Rücklauf an. Bei der Rektifikation ist die Trennwirkung gegenüber der einfachen Destillation enorm erhöht, da eine größere Oberfläche existiert, an der sich das Dampf-Flüssigkeit-Gleichgewicht immer wieder erneut einstellen kann; der Nachteil von Kolonnen ist der erhöhte Betriebsinhalt.

Durchführung

Bei diesem Versuch wurden zwei verschiedenen Apparaturen zur Destillation benutzt, eine Kurzwegdestille und eine mit Glaskugeln gefüllte Füllkörperkolonne. In jede der beiden Apparaturen wurde das gleiche Ethanol/Propanol-Gemisch gegeben und fraktioniert destilliert. Der Ethanol- bzw. Propanol-Gehalt vom Destillat wurde hernach mit Hilfe des Brechungsindex bestimmt; dazu wurde zuvor eine Kalibriergerade mittels Refraktometer erstellt.

Skizze

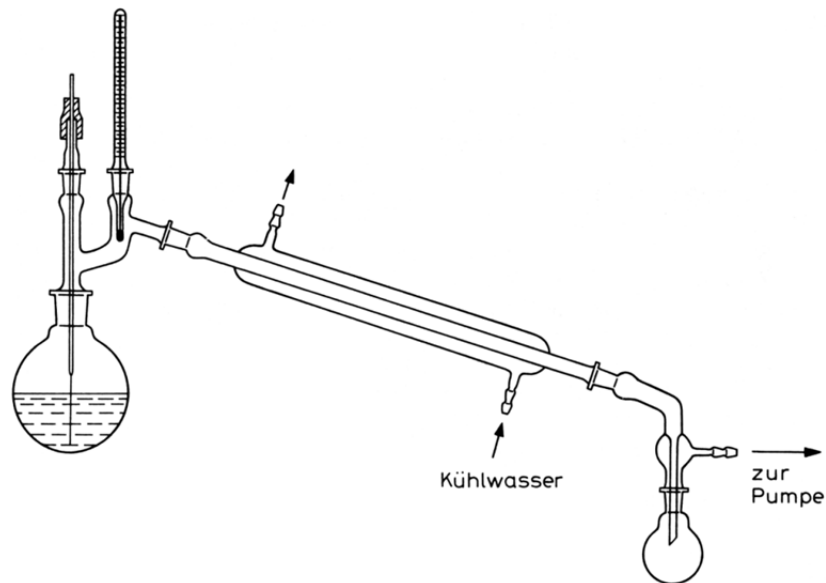


Abb. 1 Vakuumdestillationsapparatur [1].

Auswertung

Werte der Kalibriergeraden:

Massenprozent Ethanol:	100	90	80	70	60	50	40	30	20	10	0
Brechungsindex (n^{22}):	1,359	1,362	1,364	1,366	1,368	1,370	1,372	1,375	1,377	1,380	1,382

Zusammensetzung des Substanzgemisches:

Brechungsindex (n^{22}):	1,376
Massenprozent Ethanol:	26

Kurzwegdestille:

Bei der Kurzwegdestille findet nur eine Einfachdestillation statt. Nach gleichmäßigem Temperaturanstieg blieb die Temperatur bei etwa 82 °C lange konstant und stieg anschließend stark an. Insgesamt wurden drei Fraktionen genommen, die sich in ihrer Reinheit wesentlich unterschieden: Je höher die Temperatur, desto mehr *n*-Propanol wurde überführt. Jedoch konnte beim Nachlauf nur eine Steigerung des Gehaltes an *n*-Propanol auf 78%, gegenüber 74% im Ausgangsgemisch, erreicht werden, während im Vorlauf der Gehalt an Ethanol auf 65%, gegenüber 26% im Ausgangsgemisch, erhöht werden konnte.

Einwaage an Substanzgemisch:	29,94 g
theoretische Ausbeute an Ethanol:	7,78 g
theoretische Ausbeute an <i>n</i> -Propanol:	22,16 g

Fraktion:	1	2	3
Temperaturintervall:	70-82 °C	82-87 °C	87-97 °C
Gewicht des Destillats:	3,75 g	6,07 g	11,50 g
Brechungsindex des Destillats (n^{22}):	1,367	1,372	1,377
Reinheit in Massenprozent Ethanol:	65	44	22
Reinheit in Massenprozent <i>n</i> -Propanol:	35	56	78

Füllkörperkolonne:

Bei einer Füllkörperkolonne ist die Oberfläche an der sich das Dampf-Flüssigkeit-Gleichgewicht einstellen kann gegenüber der Kurzwegdestille stark vergrößert. Nach gleichmäßigem Temperaturanstieg wurde die Temperatur bei etwa 82 °C gehalten, wobei die Kolonne volllief, so dass sie aufgrund der somit geringeren Wirkung fast überflüssig wurde und die Destillation nach einiger Zeit abgebrochen wurde. Der Grund für das Volllaufen der Kolonne lag in der zu dichten Packung mit den Glaskugeln bzw. in dem zu hohen Durchsatz an Substanz. Das Problem kann somit umgangen werden, indem entweder die Menge an Kugeln oder deren Packungsdichte vermindert bzw. der Durchfluss reduziert wird; letzteres erreicht man z. B. durch einen kleineren Destillationskolben mit weniger Substanzgemisch. Trotz der genannten Probleme konnte gegenüber der Kurzwegdestille eine erhöhte Reinheit des Destillats erreicht werden.

Einwaage an Substanzgemisch:	48,60 g
theoretische Ausbeute an Ethanol:	12,64 g
theoretische Ausbeute an <i>n</i> -Propanol:	35,96 g
Fraktion:	1
Temperaturintervall:	70-82 °C
Gewicht des Destillats:	3,80 g
Brechungsindex des Destillats (n^{22}):	1,366
Reinheit in Massenprozent Ethanol:	70
Reinheit in Massenprozent <i>n</i> -Propanol:	30

Literatur

- [1] *Organikum*, Johann Ambrosius Barth Verlag, Leipzig, 1996.