

don bosco
halle

LABORATORIUM

NAAM 9. De gefractioneerde destillatie Datum _____

Klas Van Belle Werner

30-1-'92

5 TW

1. Principe :

Zie verslag 7 (de destillatie). Hierbij past men echter ook luchtkoeling toe (de fractioneerkolom) omdat het verschil in kookpunten niet groot genoeg is. De component met het hoogste kookpunt koelt het snelst af tot onder zijn kookpunt en valt terug in de kolf. De gassen die daar doorgaan zijn enkel diegene die nog steeds niet voldoende zijn afgekoeld.

2. Proefopstelling :

Zie volgend blad

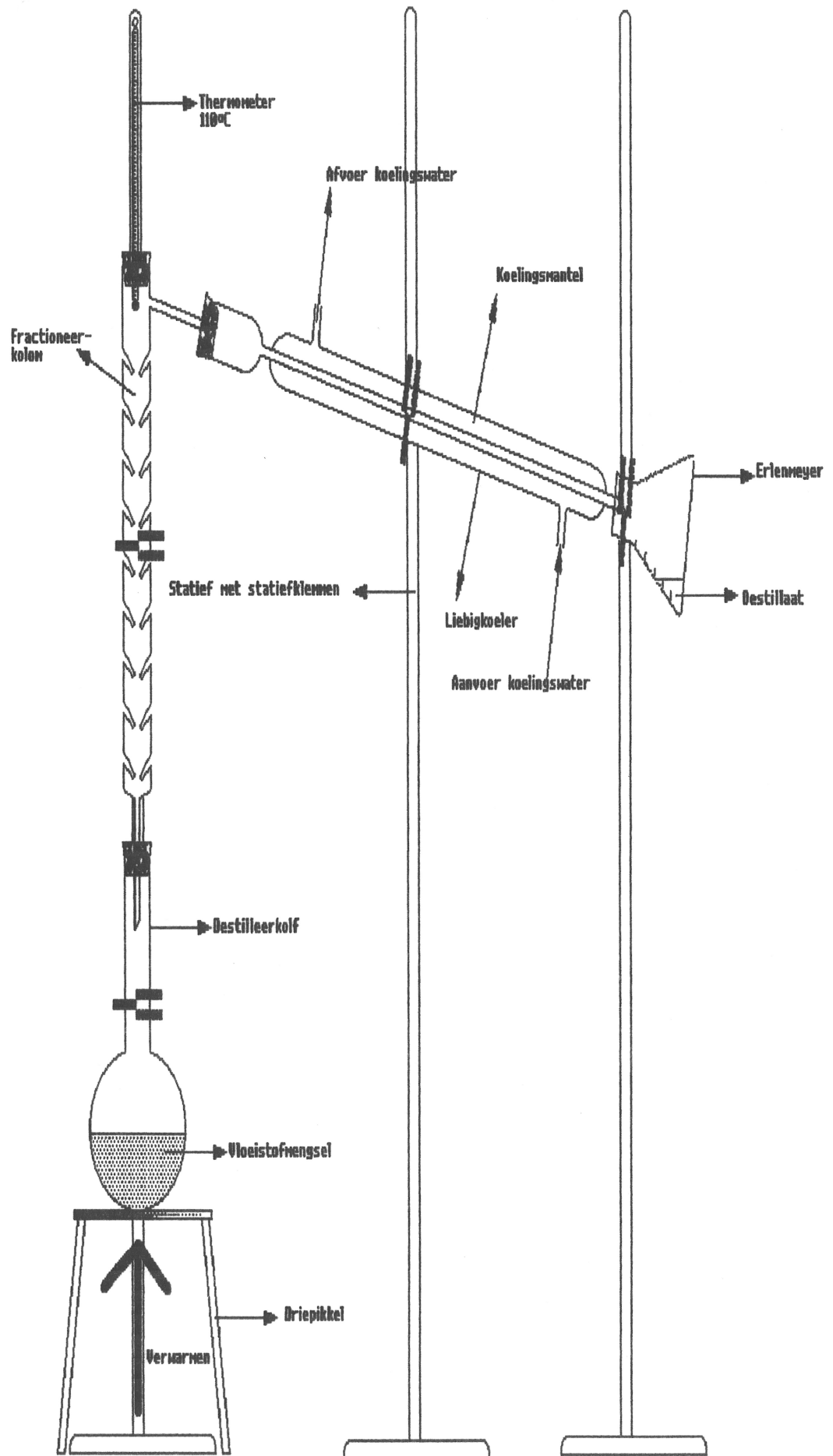
3. Reagentia - verdunningen :

Stoffen

- Mengsel van alcohol en water
- kooksteentjes

Materiaal

- Ronde + bodem kolf
- driepikkel en draadgaas
- bunsenbrander
- fractioneerkolom
- liebigkoeler
- Maatcilinder
- 3 statieven
- 4 statiefklemmen & dubbelnoten
- Thermometer (110°C)



4. Werkwijze :

1. Zet de proefopstelling klaar zoals aangeduid op de tekening.
2. Giet in de ronde - bodemkolf het te destilleren mengsel.
3. Voeg een paar kooksteentjes toe.
4. Begin te verwarmen (tijd = 0)
5. twee fracties :
 - tussen 78°C en 88°C
 - tussen 88°C en 95°C
6. Meet om de minuut de temperatuur en het volume overgedestilleerde vloeistof.

5. Meetresultaten :

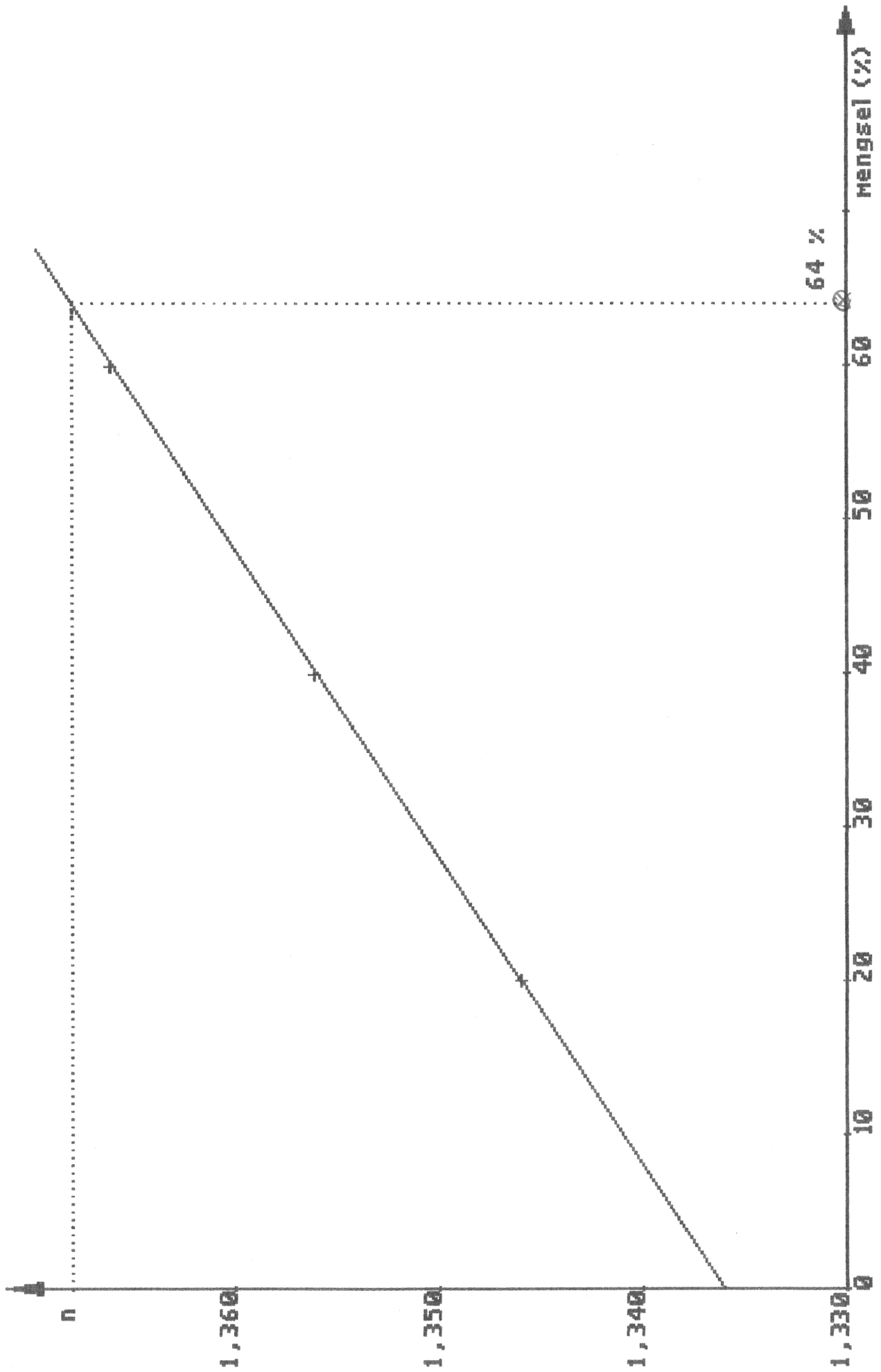
Tijd (')	t (°C)	V (ml)	Bemerkingen (= waarnemingen)
0	22	0	
1	24	0	
2	25	0	Reeds trage terugvloeiing
3	26	0	Mengsel ziet er troebel uit
4	27	0	Hevig koken + snelle terugvloeiing
5	78	<10	Er komt destillaat vrij
6	79	10	
7	/	/	Waterdarm springt los
8	79	15	
9	80	19	
10	80	24	
11	80	29	
12	81	35	
13	82	39	Het mengsel ziet weer helder
14	84	43	
15	88	47	

16	90	49	
17	93	<10	Omwisselen v/d maatglazen (dit is een nieuwe fractie)
18	96	<10	
19	98	<10	
20	100	<10	
21	101	10	
22	101	11	

De meting van de zuiverheid v/d alcohol :

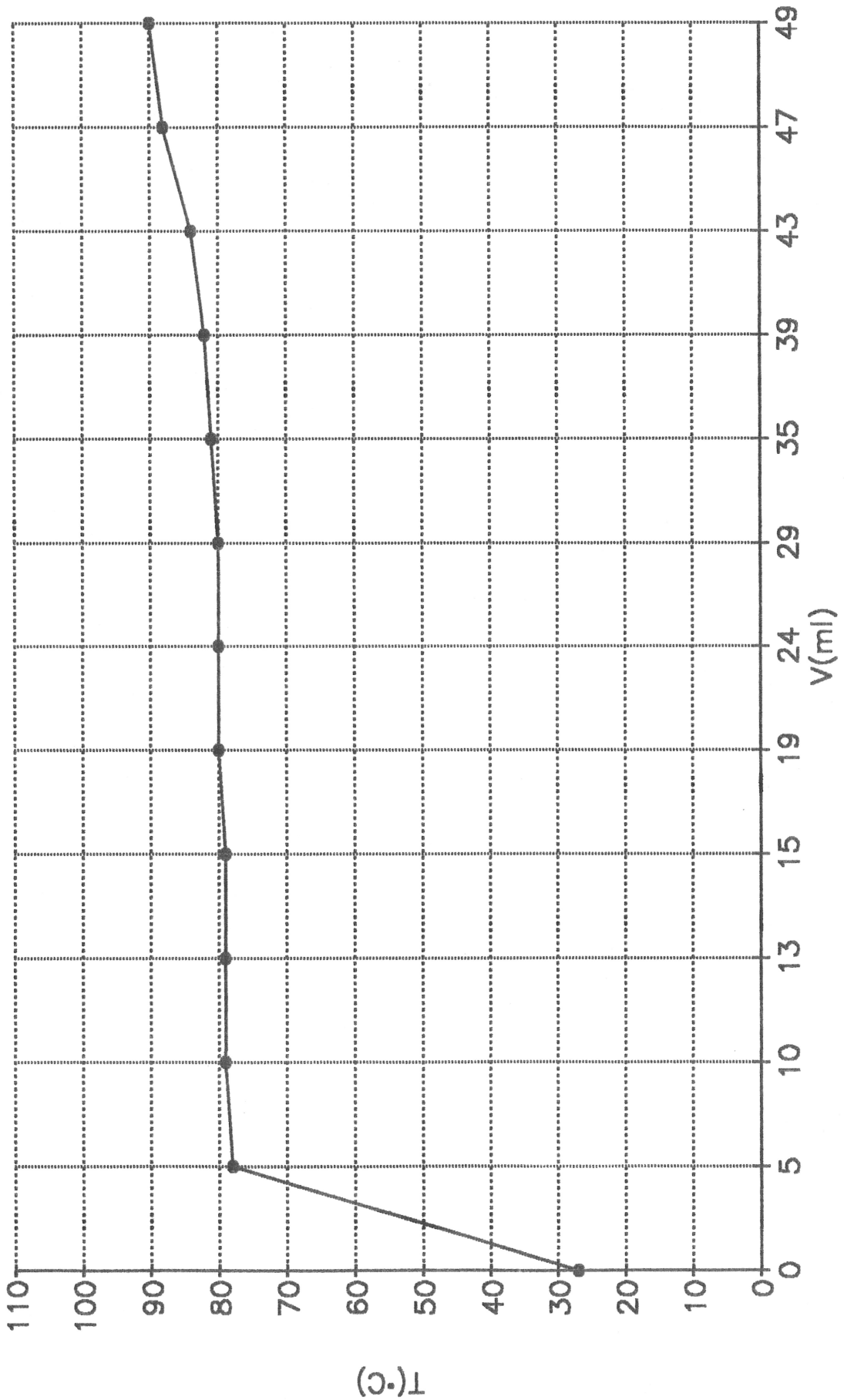
n_{mengsel}	1,368 ✓
$n_{20\%}$	1,346 ✓
$n_{40\%}$	1,356 ✓
$n_{60\%}$	1,366 ✓

De grafiek hiervan is getekend op de volgende bladzijde :



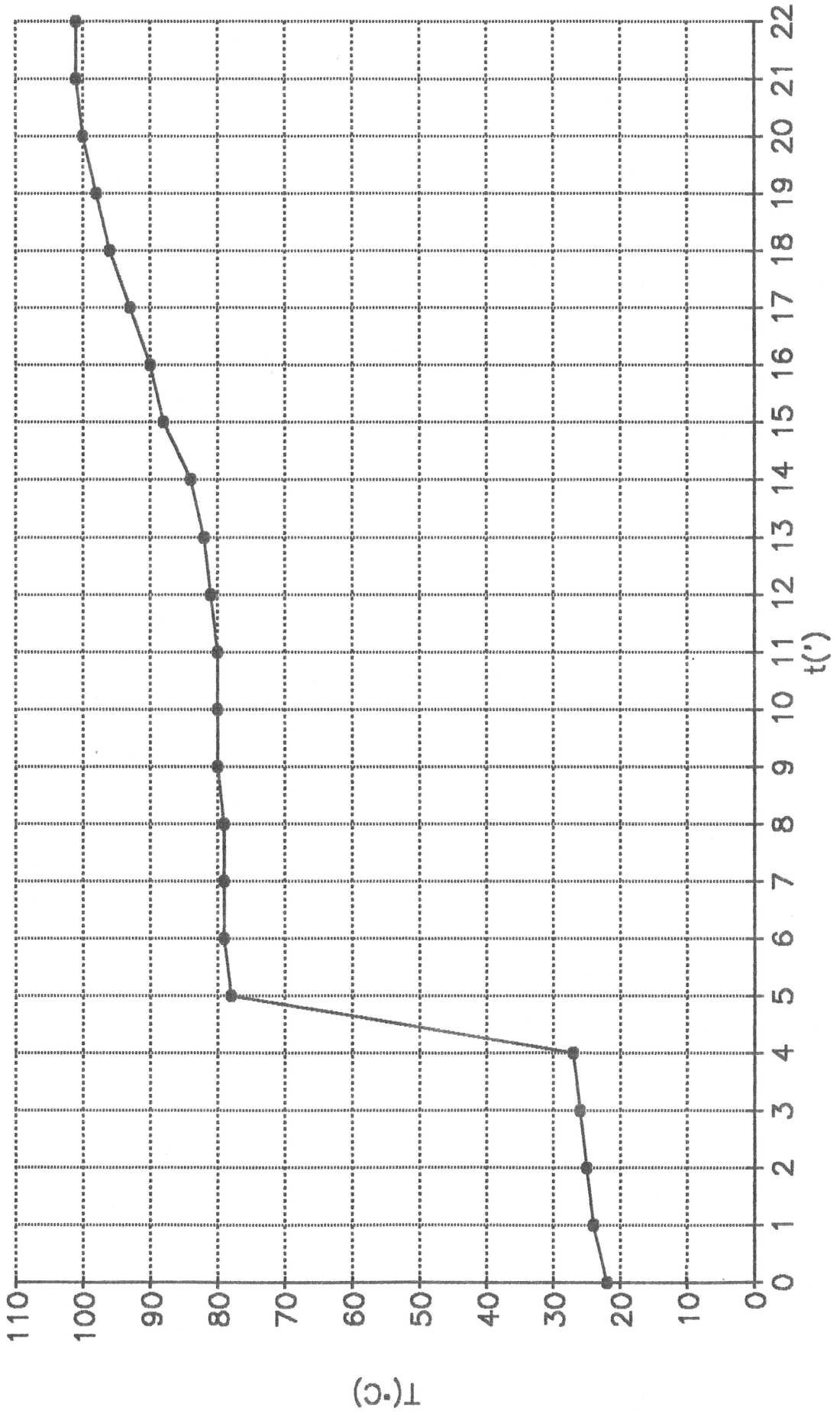
De gefractioneerde destillatie

$T = f(V)$



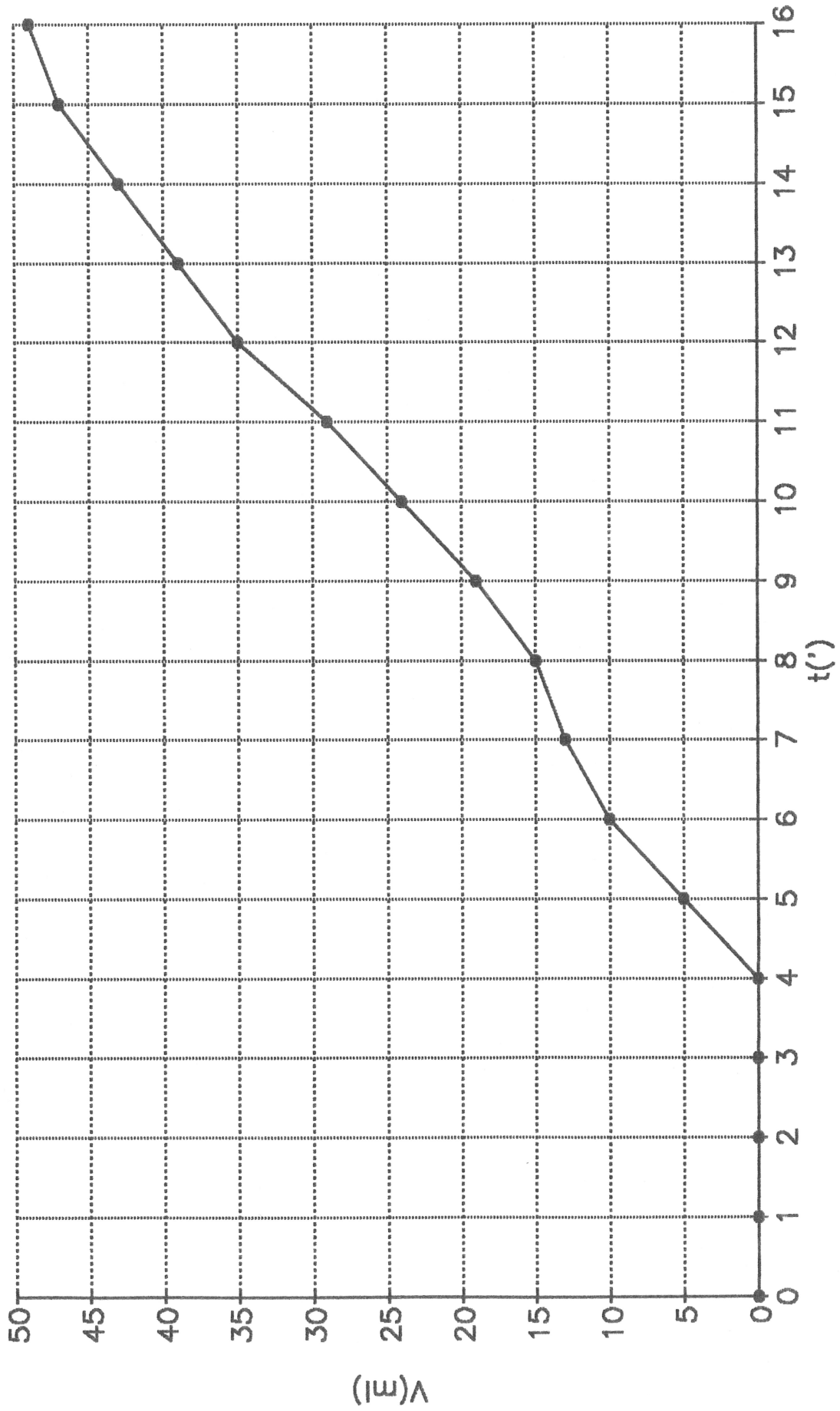
De gefractioneerde destillatie

$T = f(t)$



De gefractioneerde destillatie

$$V = f(t)$$



6. Persoonlijke bemerkingen bij de proef :

De proefopstelling zelf is op een half uurtje opgesteld. Het mengsel van ethanol en water heb ik op voorhand reeds in de kolf gegoten zodat ik de proefopstelling nadien niet meer terug uit elkaar zou moeten halen. De thermometer is vrij moeilijk af te lezen. Hij bevindt zich te hoog boven je eigen hoogte. Hierdoor heeft men een schuine aflezing, dus een parallaxfout. De gemeten temperaturen zullen dus telkens iets te hoog gemeten zijn.

Op het ogenblik dat ik het water bij de alcohol goot kwam er warmte vrij.

Bij het opwarmen van het mengsel werd dit ineens troebel (na 3') en op 13' was dit weer helder.

De zuiverheid van de alcohol (de eerste fractie) heb ik nadien getest met refraktometrie. Ik kom op een zuiverheid van 64 %

Hetgeen me ook opgevallen is is dat de waterfractie trager overdestilleert dan de alcoholfractie.

Bespreking v/d grafiek $T=f(t)$:

Der eerste 4 minuten stijgt de temperatuur in de fraktioneerkolom lichtjes doordat hij in zijn geheel boven de bunsenbrander hangt. Tussen de 4^e en 5^e minuut stijgt de temperatuur plots van 27° naar 78°. Dit komt doordat er nu dampen vrijkomen die de temperatuur met zich meedragen. Vanaf nu kookt het mengsel eigenlijk.

Tussen de 5^e en de 12^e minuut hangt de temperatuur rond de 80°C. Normaal zou men verwachten een plotse overgang waarnemen tussen het overdestilleren van alcohol en het overdestilleren van water maar dit is niet het geval. De temperatuur stijgt langzaam naar ± 100°C. Dit komt doordat de verhouding van het mengsel langzaam maar zeker te klein wordt om bij een constante temperatuur van 78°C te blijven.

Bespreking van de grafiek $V = f(t)$:

De eerste 4 minuten wordt er geen stijging in het volume waargenomen omdat er ook niets overgedestilleerd wordt. Vanaf de vierde

minuut zou ik durven zeggen dat er zich een rechte vormt. Dus er komt heel de tijd ongeveer hetzelfde volume vrij. In de 8^e minuut valt er een 'deuk' op in de curve deze komt omdat de darm van de liebigkoeler gesprongen was. Een kleiner koeling wil zeggen een kleiner overgedestilleerd volume.

A red handwritten signature, possibly reading 'E. de J.', is written in the lower right quadrant of the page. The signature is stylized and includes a long horizontal stroke at the end.