

1.3

Destillation 2

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 VIGREUX-Kolonne und eine Drehbandkolonne (Abb. 1). 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

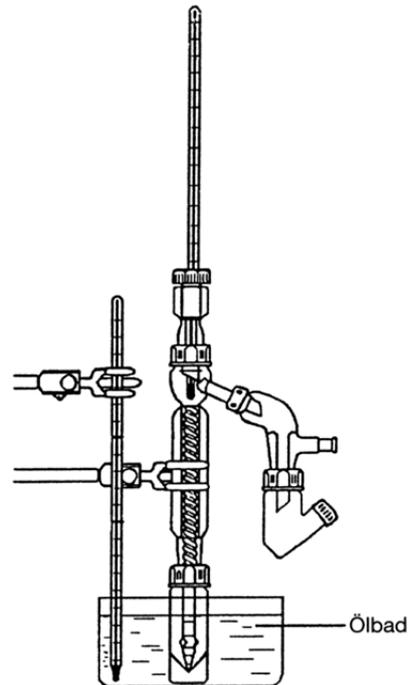


Abb. 1 Destillationsapparatur mit Drehbandkolonne [1].

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

VIGREUX-Kolonne:

Durch die Glaseinstülpungen in der VIGREUX-Kolonne wird die Oberfläche an der sich das Dampf-Flüssigkeit-Gleichgewicht einstellen kann gegenüber einer einfachen Apparatur stark erhöht. Nach gleichmäßigem Temperaturanstieg blieb die Temperatur bei ca. 80 °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, beim Nachlauf konnte 96%iges *n*-Propanol erhalten werden.

Einwaage an Substanzgemisch:	26,78 g
theoretische Ausbeute an Ethanol:	6,42 g
theoretische Ausbeute an <i>n</i> -Propanol:	20,36 g

Fraktion:	1	2	3
Temperaturintervall:	70-80 °C	80-90 °C	90-97 °C
Gewicht des Destillats:	5,45 g	11,71 g	9,01 g
Brechungsindex des Destillats (n^{22}):	1,364	1,378	1,381
Reinheit in Massenprozent Ethanol:	74	17	4
Reinheit in Massenprozent <i>n</i> -Propanol:	26	83	96

Drehbandkolonne:

Bei den Rotationskolonnen wie der Drehbandkolonne wird die Gasphase von einer zerteilten Flüssigkeitsphase durchsetzt, was die Oberfläche zur Gleichgewichtseinstellung und somit die Trennwirkung gegenüber anderen Kolonnen stark erhöht. Nach einem stetigen Temperaturanstieg konnte fast das gesamte Ethanol im Vorlauf bis 80 °C gesammelt werden, demgemäß blieb im Rückstand fast reines *n*-Propanol zurück.

Einwaage an Substanzgemisch:	4,08 g
theoretische Ausbeute an Ethanol:	1,06 g
theoretische Ausbeute an <i>n</i> -Propanol:	3,02 g

Fraktion:	1	Rückstand
Temperaturintervall:	70-80 °C	–
Gewicht des Destillats:	1,13 g	–
Brechungsindex des Destillats (n^{22}):	1,360	1,381
Reinheit in Massenprozent Ethanol:	98	2
Reinheit in Massenprozent <i>n</i> -Propanol:	2	98

Vergleich:

Erwartungsgemäß wurde mit der Kurzwegdestille die schlechteste Trennwirkung erreicht, dies ist auf den kurzen Trennweg zurückzuführen. Mit der Füllkörperkolonne und der VIGREUX-Kolonne, beides Benetzungssäulen, bei denen sich die Phasen gegeneinander ohne Durchdringung bewegen, wurden ähnlich gute Ergebnisse erzielt. Das beste Ergebnis lieferte mit Abstand die Drehbandkolonne. Im industriellen Maßstab ist die Drehbandkolonne jedoch zu aufwendig und schlecht zu realisieren, so dass dort wohl eher die Füllkörper- und Bodenkolonnen Verwendung finden werden.

Literatur

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