

Fraktionierte Destillation eines Gemisches

Die Destillation ist eine physikalische Trennmethode, bei welcher die unterschiedlichen Siedepunkte der Bestandteile (Komponenten) eines Gemisches zur Trennung ausgenutzt werden.

Fraktionierung [lat.fractio = Bruch] Zerlegung eines chemischen Arbeitsprozesses in mehrere Teilprozesse, z.B. Destillation bei verschiedenen Temperaturen

Die einfachste Variante der fraktionierten Destillation wird folgendermassen durchgeführt: Die aus dem Kühler herabtropfende Flüssigkeit wird in kleinen Anteilen **nacheinander und getrennt** aufgefangen. Dieser Vorgang wird solange fortgesetzt, bis der grösste Teil des ursprünglichen Volumens destilliert ist.

Danach untersucht man mit einer geeigneten Methode die Zusammensetzung der einzelnen Anteile (Fraktionen). Idealerweise sollten nun die ersten Anteile nur die tiefsiedende Komponente und die späteren Anteile nur die höhersiedende Komponente enthalten (bei einem Zweikomponentengemisch).

Durchführung

1. Apparatur aufstellen. **Achtung: Kühlwasser Eintritt unten!**
2. 50 ml eines Gemisches aus gleichen Volumenteilen von n-Hexan oder n-Heptan und reiner Essigsäure in den Destillierkolben einfüllen. Zur Vermeidung von Siedeverzug 2 Siedesteinchen beifügen.
3. Kühlwasser **langsam** anstellen und mit Aufheizen anfangen.
4. Mit Protokollführung anfangen: Zeit (in Minuten) und Temperatur **jede Minute** notieren (Stoppuhr).

5. Sobald Kondensat erscheint, die Destillationsgeschwindigkeit durch Regulierung der Flamme derartig regeln, dass etwa 1 Tropfen pro Sekunde in die Vorlage fällt.

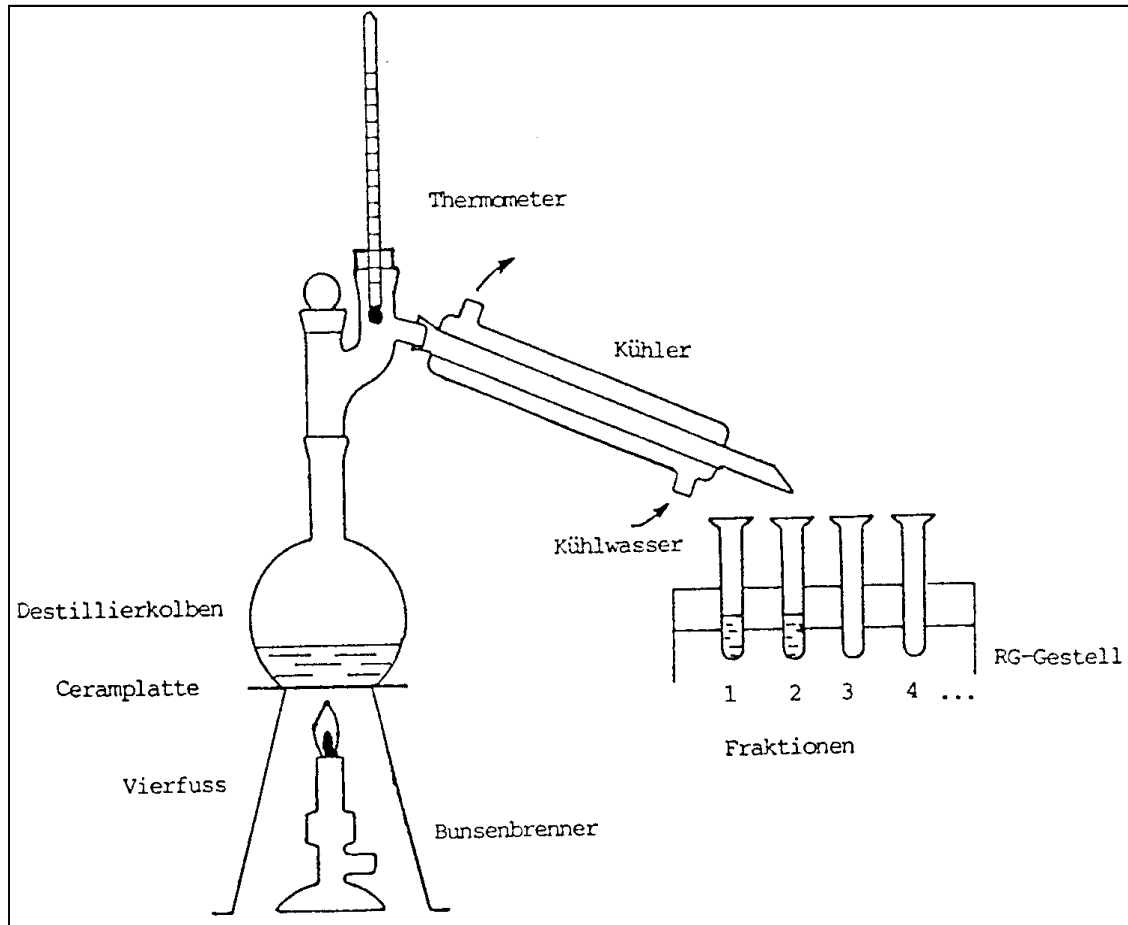


Abb. 1: Apparatur für fraktionierte Destillation

6. Die Vorlagen (= kleine RG) wechseln, wenn sie etwa 2 cm Flüssigkeit enthalten. Jedes Wechseln der Vorlage im Protokoll markieren.
7. **Identifikation:** In jedes RG ca. 2 cm hoch Wasser zufügen.

Beobachtung:

Nun in jedes RG einige Tropfen Jodlösung beifügen.

Beobachtung:

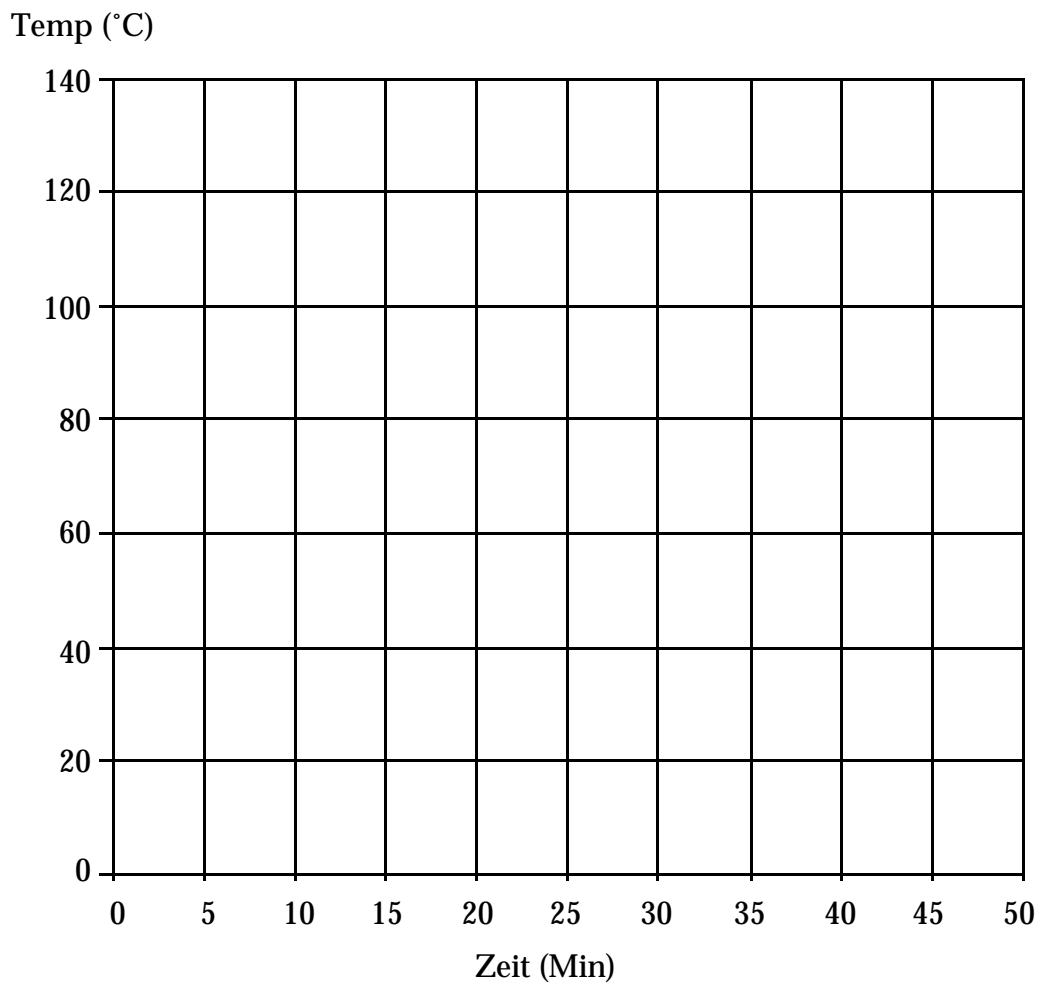
Protokoll

Zeit [min]	Temperatur [°C]	Zeit [min]	Temperatur [°C]	Zeit [min]	Temperatur [°C]	Zeit [min]	Temperatur [°C]
1		16		31		46	
2		17		32		47	
3		18		33		48	
4		19		34		49	
5		20		35		50	
6		21		36		51	
7		22		37		52	
8		23		38		53	
9		24		39		54	
10		25		40		55	
11		26		41		56	
12		27		42		57	
13		28		43		58	
14		29		44		59	
15		30		45		60	

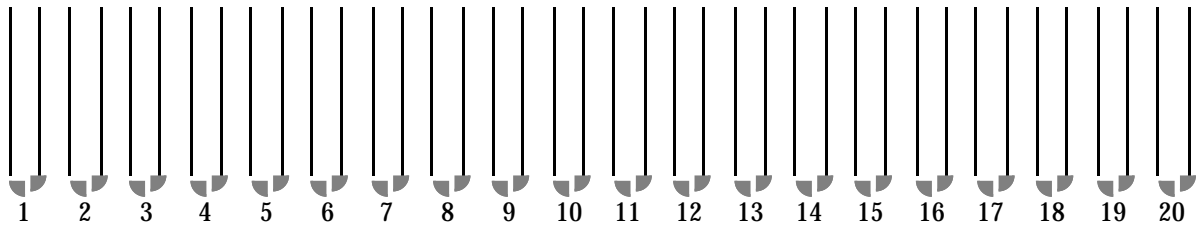
Auswertung

1. Graphische Auftragung der Siedetemperatur in Abhängigkeit der Zeit:

Temperatur = f (Zeit)



2. Zeichnen Sie die Flüssigkeitsspiegel und Farben Ihrer Reagenzgläser in das folgende Schema ein:



2. Bestimmen Sie die Siedepunkte der beiden Bestandteile des Gemisches und vergleichen Sie Ihre Werte mit den Werten aus der Literatur:

n-Heptan Sdp. = 98,3 °C

Essigsäure Sdp. = 118,5 °C

Fragen

1. Warum ist der Siedepunkt von Essigsäure höher als derjenige von n-Heptan?
2. Warum mischt sich Wasser mit Essigsäure, mit n-Heptan hingegen nicht?
3. Durch welche Trennmethode könnte man dieses Gemisch auch noch trennen? Welche Vorteile, bzw. Nachteile haben die beiden Trennmethoden?

Materialliste

Allgemein

- n-Heptan
- Essigsäure 100%
- Jodlösung
- 1 Messzylinder 50 ml (breit)

Pro Arbeitsplatz

- 1 Destillationsbrücke
- 1 Destillationskolben 500 ml NS 29
- 1 Vorlagenaufsatz NS 29
- 1 Schliffstopfen NS 14.5
- 2 Schliffklammern für NS 29
- 1 Schliffthermometer
- 1 Vierfuss mit Ceramplatte
- 2 Gummischläuche ca. 1 m
- 1 Stativ
- 1 Klammer mit Muffe (für Kühler)
- 1 Korkring gross
- 1 RG-Gestell für kleine RG
- 1 Stoppuhr
- 1 Trichter (Durchmesser 5 cm)
- 1 Destillier-Vorstoss