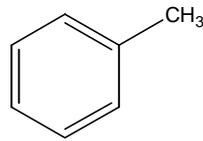


Trennen eines Gemischs von 2 Flüssigkeiten durch fraktionierte Destillation

Macroscale



Cyclohexan



Toluol

Fraktionierte
Destillation

Chemikalien:

Cyclohexan
Toluol
Di-n-butylether

Durchführung:

In einen 50 ml Spitzkolben werden ca. 20 g des Gemischs (genau wiegen!) gegeben und dann die nebenstehend abgebildete Destillationsapparatur mit Vigreuxkolonne aufgebaut. Im Heizbad wird der Kolben erhitzt, bis Cyclohexan siedet (80-81 °C) und dieses dann so langsam überdestilliert, dass 81 °C nicht überschritten werden. Wenn die Siedetemperatur absinkt, wird das Heizbad weiter erhitzt, bis schließlich die Siedetemperatur von Toluol (110-112 °C) erreicht wird. Für den Siedebereich zwischen 81 und 109 °C werden 3 getrennte Fraktionen aufgefangen (im Siedeprotokoll jeweils genau den Siedebereich notieren). Mit der Fraktion ab 110 °C hat man nun 5 Fraktionen aufgefangen.

Wenn kein Toluol mehr übergeht, läßt man etwas abkühlen, gibt durch die Claisenbrücke 5 ml Dibutylether (Sdp. 140-142 °C) zu, bringt leere Vorlagekölbchen an und erhitzt das Heizbad wieder bis zum Sieden der Flüssigkeit. Die 6. Fraktion wird bei 110-112 °C aufgefangen, zwei weitere im Siedetemperaturbereich bis 120 °C; dann bricht man die Destillation ab. Anschließend wird das Gewicht aller Fraktionen und hinterher deren Brechungsindex bestimmt. Mit Hilfe des Brechungsindex berechnet man die Reinheit der einzelnen Fraktionen, wobei man davon ausgeht, dass immer nur 2 Flüssigkeiten gemischt sein können.

Im Protokoll sollen alle 8 Fraktionen mit Siedebereich, Gewicht des Destillats, Brechungsindex und Zusammensetzung angegeben werden.

Wieviel Prozent des im Ausgangsgemisch im Gewichtsverhältnis 50:50 vorhandenen Cyclohexans und Toluols werden mit ausreichender Reinheit (>96 %) hinterher wieder isoliert?

Besorgen Sie sich aus Chemikalienkatalogen und Datenbanken (Beilstein, Beilstein Xfire) die Brechungsindices der drei eingesetzten Verbindungen bei 20 °C (n_D^{20}). Wenn die Datenquellen verschiedene Brechungsindices angeben, so suchen Sie nach der größten Übereinstimmung bzw. den neuesten Werten. Für die oben geforderten Berechnungen sollen von allen Studenten die gleichen Werte der Brechungsindices verwendet werden.

