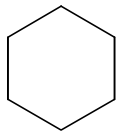
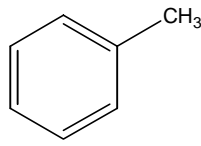


Trennen eines Gemischs von 2 Flüssigkeiten durch fraktionierte Destillation

Microscale



Cyclohexan



Toluol

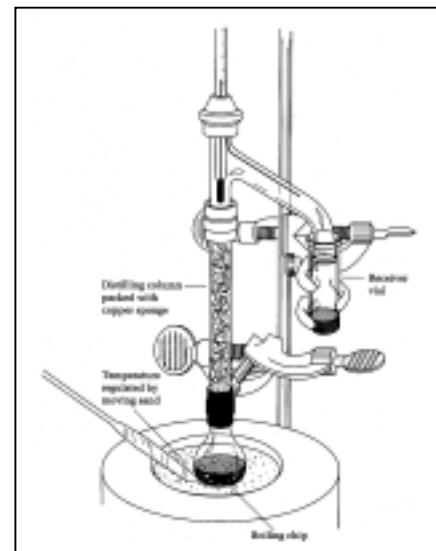
Fraktionierte
Destillation

Chemikalien:

Cyclohexan
Toluol
Di-n-butylether

Durchführung:

In der nebenstehend abgebildeten Apparatur, in der die Kolonne mit Glaswolle gefüllt wird (etwa die Hälfte der Studenten verwendet stattdessen eine leere Kolonne!) und die Vorlage zusätzlich in einem kleinen Becherglas mit Eiswasser gekühlt wird, werden ca. 2 g des Gemischs (genau wiegen!) aus Cyclohexan und Toluol gegeben. Im Sandbad auf der Heizplatte des Magnetrührers wird der Kolben erhitzt, bis Cyclohexan siedet (80-81 °C) und dieses dann so langsam überdestilliert, dass 81 °C nicht überschritten werden (Fraktion 1). Wenn die Siedetemperatur absinkt, wird ein leeres Vorlagegläschen angebracht und das Heizbad weiter erhitzt, bis schließlich die Siedetemperatur von Toluol (110-112 °C) erreicht wird (Fraktion 2). Wieder wird die Vorlage gewechselt und Toluol aufgefangen, bis nichts mehr übergeht (Fraktion 3).



Dann läßt man etwas abkühlen, entfernt kurz das Thermometer und gibt durch diese Öffnung 1 ml Dibutylether (Sdp. 140-142 °C) zu, bringt ein leeres Vorlagegläschen an und erhitzt wieder bis zum Sieden der Flüssigkeit. Die 4. Fraktion wird bei 110-112 °C aufgefangen, eine weitere im Siedetemperaturbereich bis 120 °C; dann bricht man die Destillation ab.

Anschließend wird das Gewicht aller 5 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 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.