

ΠΕΙΡΑΜΑ 2 ΑΠΟΣΤΑΞΗ

Θεωρητικό μέρος

Η απόσταξη είναι μια μέθοδος διαχωρισμού υγρών που διαφέρουν αρκετά τα σημεία βρασμού τους. Με αυτή επιτυγχάνεται ατμοποίηση μέρους του μίγματος και στη συνέχεια υγροποίηση των ατμών. Επειδή η αέρια φάση είναι πλουσιότερη της υγρής στο πτητικότερο των συστατικών, μπορεί να γίνει ο διαχωρισμός του μίγματος, ενώ στο υγρό θα απομείνει σε μεγάλη συγκέντρωση το μη πτητικό συστατικό. Μερικές θεωρητικές βάσεις της απόσταξης, όπως η τάση ατμών, το σημείο βρασμού, το κανονικό σημείο βρασμού, η εξίσωση Clausius – Clapeyron, αναπτύχθηκαν στο κεφάλαιο του σημείου βρασμού.

Ο νόμος του Raoult

Αν και ισχύει για λίγες μόνο περιπτώσεις στο διαχωρισμό μίγματος υγρών ουσιών με απόσταξη, είναι αρκετά χρήσιμος και μας επιτρέπει να υπολογίσουμε τη σύσταση του μίγματος στην αέρια φάση, την ολική πίεση του κ.α. Ο νόμος αναφέρει ότι σε οποιαδήποτε σταθερή θερμοκρασία, η μερική πίεση P_A ενός συστατικού Α σε ένα υγρό μίγμα ισούται με το γραμμομοριακό κλάσμα x_A επί την τάση των ατμών P_A^o του συστατικού Α στην ίδια θερμοκρασία αυτή.

$$P_A = P_A^o x_A$$

Εάν το μίγμα αποτελείται από δύο συστατικά Α και Β, και n_A και n_B είναι αντίστοιχα τα moles στην υγρή φάση, τότε :

$$P_A = P_A^o x_A$$

$$P_B = P_B^o x_B$$

$$x_A + x_B = \frac{n_A}{n_A + n_B} + \frac{n_B}{n_A + n_B} = 1$$

Η συνολική πίεση $P_{ολ}$ θα είναι ίση με το άθροισμα των μερικών τάσεων: $P_{ολ} = P_A + P_B$

Παράδειγμα 1

Η τάση ατμών του διαλύτη Β στους 60 °C είναι 600 mmHg και του διαλύτη Γ στην ίδια θερμοκρασία είναι 300 mmHg. Ένα μίγμα αποτελείται από 2 mole και 3 διαλύτη Β και 3 mole διαλύτη Γ, να βρεθεί η συνολική τάση ατμών του μίγματος.

Λύση

$$P_{ολ} = P_B + P_T \quad (1)$$

$$P_B = P_B^o x_B \Leftrightarrow P_B = 600 \text{ mmHg} \cdot \frac{2}{5} = 240 \text{ mmHg} \quad (2)$$

$$P_T = P_T^o x_T \Leftrightarrow P_T = 300 \text{ mmHg} \cdot \frac{3}{5} = 180 \text{ mmHg} \quad (3)$$

Άρα $P_{ολ} = 240 \text{ mmHg} + 180 \text{ mmHg} = 420 \text{ mmHg}$ στους 60°C.

Παράδειγμα 2

Η τάση ατμών του νερού στους 40°C είναι 55 mmHg και της αιθανόλης στην ίδια θερμοκρασία είναι 200 mmHg. Εάν η $P_{ολ}$ μίγματος αιθανόλης –νερού στην ίδια θερμοκρασία είναι 160 mmHg. Να βρεθούν τα γραμμομοριακά κλάσματα του νερού και της αιθανόλης στο μίγμα.

Λύση

$$P_{ολ} = P_n + P_{etb} = P_n^o x_n + P_{etb}^o x_{etb} \quad (1) \quad \text{όμως} \quad x_n + x_{etb} = 1 \Rightarrow x_n = (1 - x_{etb}) \quad (2)$$

Άρα από την 1 & 2 έχουμε $P_{ολ} = P_n^o (1 - x_{etb}) + P_{etb}^o x_{etb} \Rightarrow 160 = 55(1 - x_{etb}) + 200 x_{etb} \Rightarrow$

$$105 = 145 x_{etb} \Rightarrow x_{etb} = \frac{105}{145} = 0,724$$

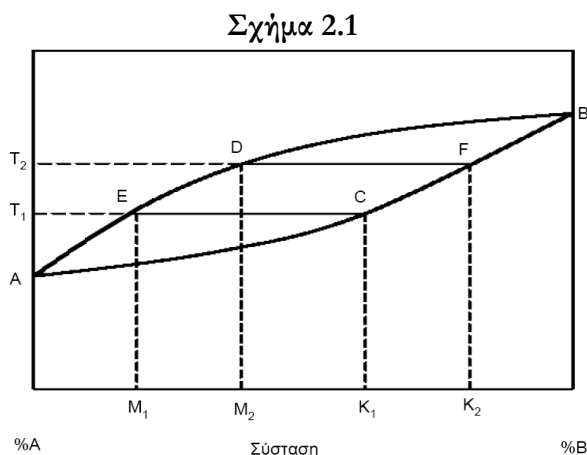
Άρα

$$x_{nb} = 0,724 \text{ και } x_n = 0,275$$

Για την αέρια φάση, εάν γίνει η παραδοχή, ότι ο ατμός συμπεριφέρεται σαν ιδανικό αέριο είναι δυνατόν να εφαρμοστεί η καταστατική εξίσωση. Έτσι εάν x'_A και x'_B είναι, τα γραμμομοριακά κλάσματα των συστατικών A και B στην αέρια φάση, τότε προκύπτει:

$$x'_A = \frac{P_A}{P_{ΟΛ}} = \frac{V_A}{V_{ΟΛ}} \quad x'_B = \frac{P_B}{P_{ΟΛ}} = \frac{V_B}{V_{ΟΛ}}$$

Το παρακάτω σχήμα (2.1) εμφανίζει, την εξέλιξη της απόσταξης μίγματος Βενζολίου/Τολουολίου σε πίεση 1 Atm.

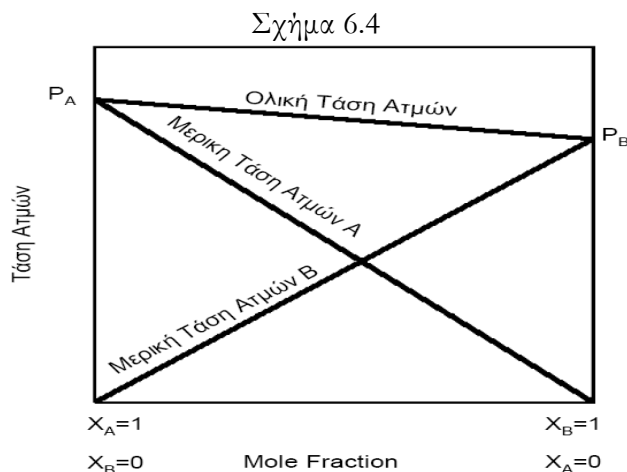


Το A και B είναι αντίστοιχα τα σημεία βρασμού του Βενζολίου και Τολουολίου υπό πίεση 1 Atm. Η καμπύλη AEDB παριστά τη θερμοκρασία που ατμοποιείται το υγρό μίγμα, και η καμπύλη ACFB τη θερμοκρασία υγροποίησης του ατμού σε συνάρτηση με τη σύσταση του μίγματος, κάτω από την καμπύλη ACFB υπάρχει μόνο υγρό, ενώ πάνω, από την καμπύλη AEDB υπάρχει μόνο αέριο. Για μια ορισμένη θερμοκρασία T_1 η σύσταση του υγρού είναι K_1 , ενώ του αερίου M_1 . Δηλαδή ο ατμός είναι πιο πλούσιος στο πτητικότερο συστατικό. Όσο προχωρεί η απόσταξη η συγκέντρωση του λιγότερο πτητικού συστατικού B στην υγρή φάση αυξάνεται ενώ ελαττώνεται η σύσταση του συστατικού A.

Στη θερμοκρασία T_2 η σύσταση του υγρού είναι K_2 και της αέριας φάσης M_2 . Λόγω της συνεχιζόμενης αύξησης της συγκέντρωσης του μη πτητικού συστατικού στην υγρή φάση όσο προχωρεί η απόσταξη, έχουμε και συνεχή αύξηση του σημείου βρασμού του μίγματος.

Διάγραμμα τάσης ατμών

Αν έχουμε ένα ιδανικό μίγμα δύο υγρών, δηλαδή μίγματος που υπακούν στον νόμο του Raoult ανεξάρτητα από τη σύστασή τους στα δύο συστατικά π.χ. (μίγμα n-εξάνιο – n-επτάνιο). Η μεταβολή της τάσης ατμών του σε συνάρτηση της σύστασης του σε σταθερή θερμοκρασία δίδεται από το σχήμα (6.4).



λόγω του ότι η τάση ατμών του καθαρού συστατικού σε ορισμένη θερμοκρασία είναι πάντα σταθερή, από την εξίσωση $P_A = P'_A x_A$ βλέπουμε ότι παριστάνει ευθεία γραμμή και η μερική πίεση P_A θα μεταβάλλεται γραμμικά μετά του γραμμομοριακού κλάσματος x_A στο υγρό μίγμα. Όταν $x_A = 1$ τότε έχουμε καθαρό συστατικό και η μερική πίεση P_A γίνεται ίση με P'_A δηλαδή παίρνει τη μέγιστη τιμή.

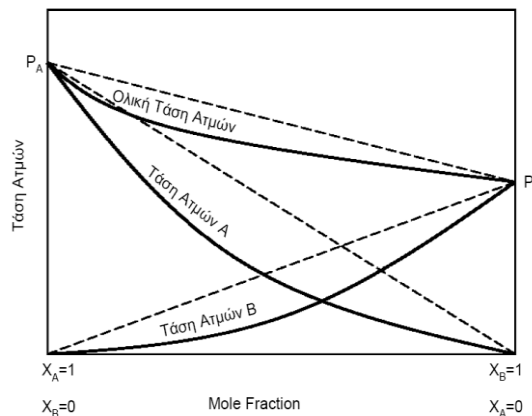
Για $x_A = 0$, τότε $P_A = 0$. Ανάλογα με τα παραπάνω ισχύει για την μερική πίεση P_B . Η ολική πίεση $P_{ολ} = P_A + P_B$ είναι ευθεία γραμμή. Για μη ιδανικά μίγματα υγρών έχουμε αποκλίσεις από το νόμο του Raoult. Κατά την ανάμειξη υγρών που δημιουργούν μη ιδανικά μίγματα έχουμε έκλυση ή απορρόφηση θερμότητας και μεταβολή του όγκου. Οι αποκλίσεις από το νόμο του Raoult χαρακτηρίζονται αρνητικές ή θετικές.

α) Αποκλίσεις αρνητικές από το νόμο του Raoult.

Κατά την ανάμειξη υγρών που δημιουργούν τέτοια μίγματα, παρατηρείται έκλυση θερμότητας και μείωση του συνολικού όγκου (δηλαδή $V_{mixture} < V_A + V_B$ και

$\Delta H_{mix} < 0$). Οι αρνητικές αποκλίσεις οφείλονται στο ότι στα δύο υγρά Α και Β τα μόρια τους έλκονται ισχυρά μεταξύ τους και μπορεί να δημιουργηθεί και κάποια ένωση. Η τάση ατμών του κάθε συστατικού βρίσκεται ότι είναι μικρότερη από ο,τι προβλέπει ο νόμος του Raoult (σχήμα 6.5).

Σχήμα 6.5

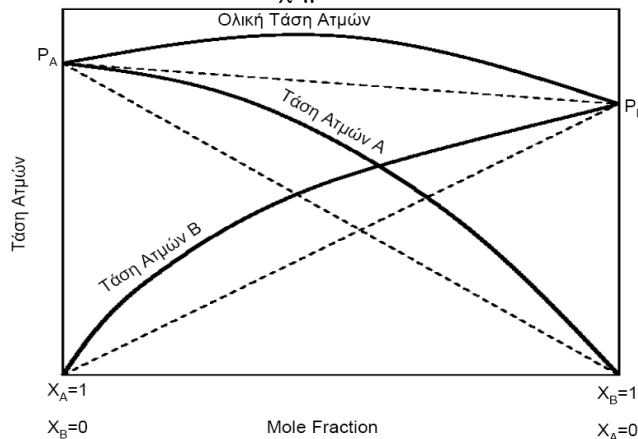


Οι καμπύλες των μερικών τάσεων ατμών P_A και P_B δεν είναι ευθείες αλλά παρουσιάζουν ένα ελάχιστο.

β) Αποκλίσεις θετικές από το νόμο του Raoult.

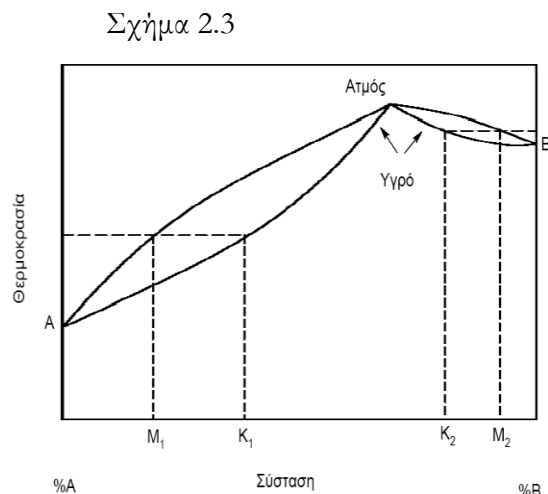
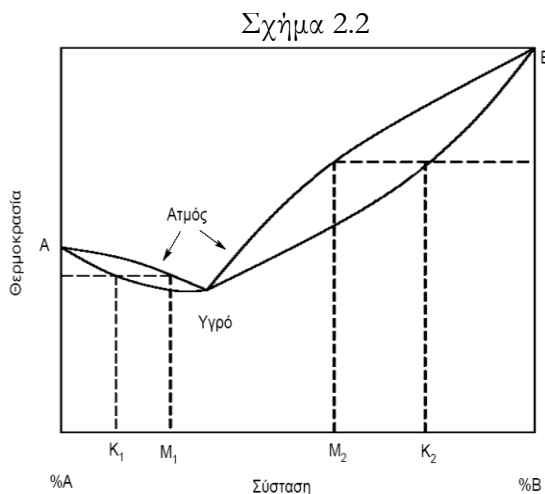
Κατά την ανάμειξη υγρών για τη δημιουργία τέτοιων μιγμάτων παρατηρείται αύξηση του συνολικού όγκου και απορρόφηση θερμότητας δηλαδή ($\Delta V > V_A + V_B$ και $\Delta H_{mix} > 0$). Θετικές αποκλίσεις (σχήμα 6.6) υπάρχουν όταν οι ελκτικές δυνάμεις μεταξύ των μορίων του ενός υγρού είναι πάρα πολύ ισχυρότερες εν σχέσει με αυτές που υπάρχουν στα μόρια του άλλου υγρού. Όταν τα δύο υγρά δεν είναι πολικά ή είναι μέτρια πολικά και τα δύο, τότε έχουμε μικρές θετικές αποκλίσεις. Αν το ένα είναι πολύ πολικό και το άλλο όχι όπως π.χ. νερό και τετραχλωράνθρακας, τότε έχουμε μεγάλες θετικές αποκλίσεις που μπορούν να οδηγήσουν στο να μην αναμιγνύονται μεταξύ τους τα δύο υγρά.

Σχήμα 6.6



Αζεοτροπικά μίγματα

Στα αζεοτροπικά μίγματα ο διαχωρισμός των συστατικών με απόσταξη δεν είναι δυνατός γιατί σε ορισμένη σύσταση του μίγματος έχουμε σταθερό σημείο βρασμού και δίνει ατμούς που έχουν την ίδια σύσταση με το υγρό. Αν το σημείο βρασμού του αζεοτροπικού μίγματος είναι χαμηλότερο από τα σημεία βρασμού των καθαρών συστατικών του μίγματος, τότε χαρακτηρίζεται ως αζεοτροπικό ελαχίστου (σχήμα 2.2). Αν είναι υψηλότερο ως αζεοτροπικό μέγιστου (σχήμα 2.3).



Διαχωρισμός αζεοτροπικών μιγμάτων

Οι μέθοδοι που χρησιμοποιούνται για το διαχωρισμό των αζεοτροπικών μιγμάτων, εξαρτάται από τη φύση των συστατικών του μίγματος και κυρίως είναι οι παρακάτω:

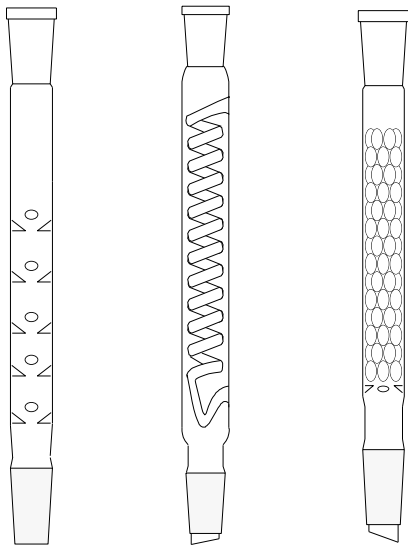
- α) Χημικές μέθοδοι: Δηλαδή προσθήκη χημικών ενώσεων που αντιδρούν με ένα από τα συστατικά του μίγματος π.χ. για την παρασκευή απόλυτης αιθανόλης που κάνει αζεοτροπικό μίγμα με το νερό με σύσταση 4,4% w/w σε νερό και 9,5 w/w σε αιθανόλη, για την παρασκευή απόλυτης αιθανόλης προσθέτουμε CaO που αντιδρά με το νερό και έτσι το δεσμεύει $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca(OH)}_2$
- β) Ειλεκτική προσρόφηση του ενός συστατικού από προσροφητικά μέσα όπως είναι το Silica Gel και ο ενεργός άνθρακας.
- γ) Ειλεκτική εκχύλιση του ενός συστατικού από κάποιο άλλο διαλύτη.
- δ) Κλασματική κρυστάλλωση.
- ε) Απόσταξη με προσθήκη ενός τρίτου συστατικού που αλλάζει τις τάσεις ατμών των συστατικών αλλά και που συνήθως σχηματίζει καινούργιο αζεοτροπικό μίγμα με ένα ή και με δύο συστατικά σε διαφορετική όμως αναλογία.

Η μέθοδος αυτή έχει μεγάλη βιομηχανική εφαρμογή και χρησιμοποιείται στο διαχωρισμό αζεοτροπικού μίγματος αιθανόλης 95,6% w/w και νερού 4,4% w/w, προσθέτοντας βενζόλιο σε κατάλληλη ποσότητα. Στην αρχή της απόσταξης σχηματίζεται νέο αζεοτροπικό μίγμα ελαχίστου (64,85°C) και σύστασης 74,1% βενζόλιο, 7,4% νερό και 18,5% αιθανόλη. Με τον τρόπο αυτό απομακρύνεται το σύνολο σχεδόν του νερού, στη συνέχεια σχηματίζεται δεύτερο αζεοτροπικό μίγμα βενζολίου – αιθανόλης ελαχίστου (68,25°C) και σύστασης 32,4% βενζόλιο και 67,6% αιθανόλη. Έτσι έχει απομακρυνθεί όλο σχεδόν το βενζόλιο και στο τέλος αποστάζει καθαρή αιθανόλη.

Κλασματική απόσταξη - κλασματικές στήλες

Οι κλασματικές στήλες είναι σωλήνες που περιέχουν μικρά κομμάτια γυαλιού ή και άλλου υλικού, διαφόρων μεγεθών και σχημάτων το «γέμισμα» όπως λέγεται. Τα είδη των κλασματικών στηλών που συνήθως χρησιμοποιούνται, φαίνονται στο παρακάτω (σχήμα 6.7.)

Σχήμα 6.7



Στήλη Vigreux Στήλη Dufton Στήλη Hempel

Στήλη Vigreux : Αυτή έχει σε μικρά διαστήματα τέσσερις προεκτάσεις που είναι σαν δόντια, που οι άκρες τους σχεδόν εφάπτονται.

Στήλη Dufton: Αποτελείται από ένα φαρδύ και μεγάλο εξωτερικό σωλήνα που έχει εσωτερικά ένα σωλήνα κλειστό στα δύο άκρα του και που περιβάλλεται από ένα γυάλινο έλικα, ο οποίος εφαρμόζει πολύ καλά στα εσωτερικά τοιχώματα του μεγάλου και στα εξωτερικά τοιχώματα του μικρού σωλήνα.

Στήλη Hempel : Αποτελείται από ένα σωλήνα μήκους 30–40 cm διαμέτρου και 15–25 mm, ο οποίος είναι γεμάτος με ένα κατάλληλο γέμισμα , όπως είναι κομμάτια γυαλιού, πορσελάνης, μετάλλου. Το γέμισμα φτάνει και μέχρι 5 cm από την κορυφή του σωλήνα.

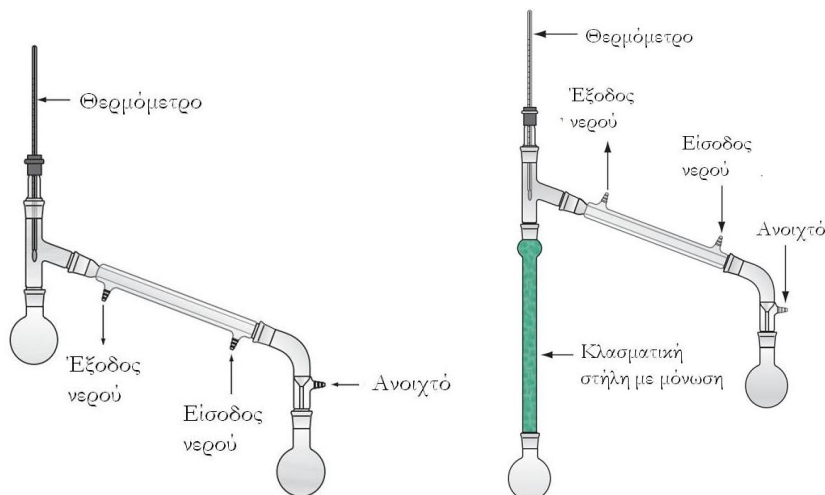
Με τη χρησιμοποίηση αποστακτικών στηλών επιτυγχάνεται εμπλουτισμός του μεν ατμού στο πτητικότερο συστατικό, του δε υγρού στο λιγότερο πτητικό συστατικό. Αυτό γίνεται γιατί κατά την επαφή του ατμού που κινείται προς τα πάνω με το υγρό, που προέρχεται από μερική συμπύκνωση ατμού και κινείται προς τα κάτω, γίνεται παραπέρα συμπύκνωση μέρους του ατμού στο λιγότερο πτητικό συστατικό και μερική εξάτμιση

του υγρού στο πτητικότερο συστατικό. Το τελικό αποτέλεσμα απόσταξης με χρησιμοποίηση κλασματικών στηλών, είναι σαν να κάνουμε έναν αριθμό χωριστών απλών αποστάξεων χωρίς στήλες. Μέτρο της λειτουργικής ικανότητας μιας στήλης, είναι ο αριθμός των μερικών σταδίων που γίνεται σ' αυτή. Τα στάδια αυτά έχουν το όνομα «θεωρητικές πλάκες». Το μήκος της κλασματικής στήλης που αντιστοιχεί σε μια «θεωρητική πλάκα» συμβολίζεται σαν H.E.T.P. και βρίσκεται αν διαιρέσουμε το μήκος της στήλης δια του αριθμού των θεωρητικών στηλών.

Παράδειγμα εύρεσης θεωρητικών πλακών στήλης.

Έστω ότι αποστάζουμε μίγμα υγρών Α και Β με σύσταση 40% Α και 60% Β με τη χρησιμοποίηση κλασματικής στήλης και παίρνουμε απόσταγμα με σύσταση 52% Α. Τα κανονικά σημεία βρασμού των Α και Β είναι 70°C και 72°C αντίστοιχα. Αποστάζουμε ίδιας σύστασης άλλο δείγμα του Α και του Β αλλά χωρίς στήλη παίρνουμε προϊόν 44% σε Α. Αν αποστάζουμε το μίγμα του 44% σε Α χωρίς στήλη παίρνουμε απόσταγμα 48% σε Α.

Αν αποστάζουμε το μίγμα του 48% σε Α χωρίς στήλη παίρνουμε απόσταγμα 52% του Α. Άρα με τρεις αποστάξεις χωρίς στήλη παίρνουμε το ίδιο αποτέλεσμα που πήραμε αρχικά χρησιμοποιώντας κλασματική στήλη, άρα η κλασματική μας στήλη είναι τριών «θεωρητικών πλακών». Στα παρακάτω σχήματα φαίνονται συσκευές απόσταξης απλές, χωρίς και με κλασματικές στήλες (Σχήμα 2.8).



Σχήμα 2.8

Παράγοντες που επιδρούν στη σωστή λειτουργία της κλασματικής στήλης

1. Ποσοστό υγρού που κατακρατάει η στήλη

Όταν αποστάζουμε μεγάλες ποσότητες υγρού, αυτό δεν είναι μειονέκτημα. Για μικρές όμως ποσότητες είναι σοβαρό μειονέκτημα, διότι η φιάλη ζέσης μένει χωρίς υγρό σε πολύ μικρό χρονικό διάστημα.

2. Χρόνος απόσταξης

Ο διαχωρισμός των συστατικών γίνεται καλύτερα, όσο πιο αργή είναι η απόσταξη.

3. Η θέση της κλασματικής στήλης

Πρέπει να είναι κατακόρυφη, διότι έτσι επιτυγχάνεται η καλύτερη επαφή μεταξύ ατμού και υγρού.

4. Θερμική μόνωση της κλασματικής στήλης

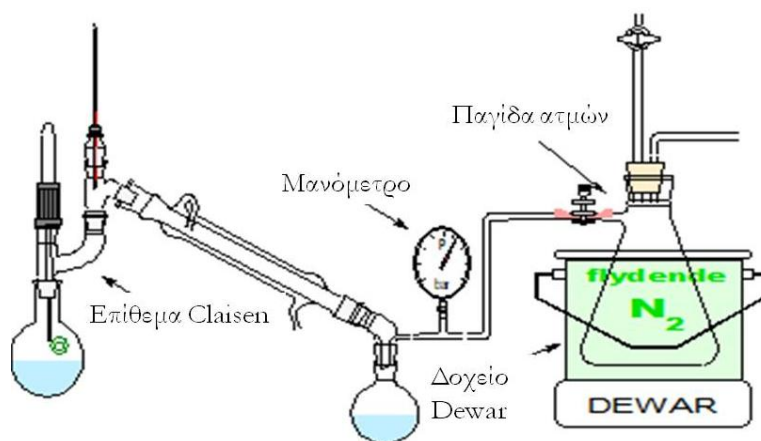
Είναι τελείως απαραίτητο να μην υπάρχουν απώλειες θερμότητας, διότι έτσι διαταράσσεται η ισορροπία της στήλης. Αυτό γίνεται περισσότερο αναγκαίο όταν υπάρχει μικρή διαφορά στα σημεία βρασμού των συστατικών που θέλουμε να χωρίσουμε.

5. Το ποσοστό του υγρού που επαναρρέει στη φιάλη σε σχέση με το απόσταγμα.

Το ποσοστό ποικίλλει και έχει σχέση με το πόσο εύκολα ή δύσκολα γίνεται ο διαχωρισμός. Για δύσκολους διαχωρισμούς, όταν δηλαδή τα σημεία βρασμού έχουν μικρή διαφορά, τότε το ποσοστό του υγρού που επανέρχεται στη φιάλη σε σχέση με το απόσταγμα, στη μονάδα του χρόνου είναι 50:1 και φτάνει και 100:1. Για εύκολους διαχωρισμούς η αναλογία είναι περίπου 10:1

Απόσταξη με ελαττωμένη πίεση

Χρησιμοποιείται για τον διαχωρισμό ουσιών που μπορούν είτε να διασπαστούν σε θερμοκρασία που είναι κοντά στο σημείο βρασμού τους ή να οξειδωθούν από το οξυγόνο σ' αυτή τη θερμοκρασία. Η συσκευή που χρησιμοποιείται παριστάνεται από το σχήμα 2.9.



Σχήμα 2.9

Όλα τα γυάλινα σκεύη που χρησιμοποιούνται, θα πρέπει να έχουν μεγάλη αντοχή στη διαφορά πίεσης και να μην παρουσιάζουν ραγίσματα, χαραγές και ανομοιόμορφο πάχος. Θα πρέπει να εξετάζονται κάθε φορά πριν τη χρησιμοποίησή τους. Η δημιουργία της ελαττωμένης πίεσης γίνεται, με υδραντλίες ή με μηχανικές αντλίες λαδιού. Για τον έλεγχο της πίεσης στη συσκευή απόσταξης χρησιμοποιούνται μανόμετρα συνήθως υδραργύρου.

Πριν την αντλία και μετά το μανόμετρο είναι αναγκαία η ύπαρξη παγίδας, για να συγκρατεί τους διάφορους ατμούς ώστε να μη διαβρώνεται η αντλία. Η παγίδα μπορεί να είναι ένας κλασματήρας ή μια κωνική φιάλη κενού βυθισμένη σε δοχείο Dewar που περιέχει μίγμα πάγος-αλάτι ή ακετόνη-ξηρός πάγος ή ξηρός πάγος-αιθανόλη.

Για τον βρασμό δεν προσθέτουμε κομμάτια πορσελάνης. Χρησιμοποιείται ένας τριχοειδής σωλήνας που με συνεπή τρόπο επιτρέπει την είσοδο ενός μικρού ρεύματος αέρα σε μορφή πολύ μικρών φυσαλίδων που θα εξασφαλίσουν τον ομαλό βρασμό.

Αυτό είναι πολύ αναγκαίο, γιατί με την ελαττωμένη πίεση αυξάνεται η τάση ατμών, και το πρόβλημα της εκτίναξης υγρού είναι αρκετά μεγαλύτερο από το αν η απόσταξη γινόταν σε κανονική πίεση.

Πολλές φορές για να μην έχουμε απώλειες σε απόσταγμα είναι αναγκαία και η ψύξη του υποδοχέα, ειδικά όταν το απόσταγμα είναι αρκετά πτητικό.

Εάν χρειαστεί κατά την απόσταξη να αλλάξουμε τον υποδοχέα, σταματάμε τη θέρμανση και αφού ψυχθεί η φιάλη, τότε την αποσυνδέουμε από την αντλία κενού, έτσι ώστε το σύστημα να επικοινωνεί με την ατμόσφαιρα. Στη συνέχεια αφού αλλάξουμε τον υποδοχέα και αφού γίνει αποκατάσταση της πίεσης, αρχίζουμε να θερμαίνουμε ξανά.

Η απόσταξη με ελαττωμένη πίεση έχει μεγάλη εφαρμογή στην Αναλυτική Χημεία και στη σύνθεση. Για τον λόγο αυτό έχουν κατασκευαστεί διάφοροι τύποι συσκευών που λειτουργούν κάτω από ελαττωμένη πίεση. Στις συσκευές αυτές η εξάτμιση γίνεται με ελαττωμένη πίεση, με περιστρεφόμενους εξατμιστές (Rotavapors) (σχήμα 2.10).



Η περιστροφή της φιάλης απόσταξης εξασφαλίζει την ομαλή και γρήγορη απομάκρυνση του διαλύτη, λόγω του σχηματισμού ενός λεπτού φιλμ στα τοιχώματα της φιάλης. Τριχοειδής σωλήνας εισόδου αέρος εδώ δεν χρειάζεται. Τους περιστρεφόμενους εξατμιστές τους χρησιμοποιούμε συνήθως για να διώξουμε το διαλύτη από ένα διάλυμα στερεής ουσίας και από διάλυμα υγρών, αρκεί η διαφορά στα σημεία βρασμού να είναι παραπάνω από 100°C και να μη σχηματίζουν αζεοτροπικό μίγμα.

Απόσταξη με υδρατμούς (η αντίστοιχη θεωρία θα αναφερθεί στο πείραμα της απομόνωσης της ευγενόλης από γαρυφαλά)

Πειραματικό μέρος

Απαιτούμενα όργανα και αντιδραστήρια

1. Αραιόμετρο - Αλκοολόμετρο, 2. Θερμόμετρο, 3. Αποστακτική στήλη, 4. Θερμαντική πλάκα, 5. Ογκομετρική φιάλη 250 ml, 6. Σφαιρική φιάλη των 100 ml, 7. Κωνική φιάλη των 250 ml, 8. Κρασί εμπλουτισμένο σε αιθανόλη, 9. Διάλυμα NaOH 10% w/v

Προσδιορισμός αλκοόλης σε μερικά βρασμένο μούστο ή στο κρασί.

Λαμβάνονται 50 cm³ κρασιού εμπλουτισμένου σε αιθανόλη με την χρήση ογκομετρικής φιάλης και μεταφέρονται σε σφαιρική φιάλη των 100 ml. Η ογκομετρική φιάλη εκπλένεται 2 φορές από 10 ml απεσταγμένου νερού και οι εκπλύσεις μεταφέρονται στη φιάλη απόσταξης. Στην συνέχεια προστίθενται στην σφαιρική φιάλη 10 ml NaOH 10 % w/v. Τοποθετείται μαγνητάκι και προσαρμόζεται η κλασματική στήλη. Στην άκρη της τοποθετείται το βιδωτό επίθεμα απόσταξης με το θερμόμετρο προσαρμοσμένο. Συνεχίζεται η

συναρμολόγηση της αποστακτικής συσκευής με την προσθήκη του ψυκτήρα του ράμφους απόσταξης το οποίο οδηγείται στην δίλιμη σφαιρική των 250 ml στην οποία έχουν προστεθεί 50 ml απεσταγμένο νερό. Η δίλιμη βυθίζεται σε παγόλουτρο.

Διατηρείται κατά την διάρκεια της απόσταξης πολύ καλή ψύξη στον ψυκτήρα και αποστάζεται περίπου το 80% του όγκου που είχε προστεθεί αρχικά.

Με το πέρας της απόσταξης το απόσταγμα μεταφέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml και προστίθεται απεσταγμένο νερό μέχρι την χαραγή.

Στην συνέχεια μετρώνται οι αλκοολικοί βαθμοί με αλκοολόμετρο βαθμολογημένο στους 20°C, καθώς και τη θερμοκρασία του δείγματος.

Τέλος υπολογίζονται οι πραγματικοί αλκοολικοί βαθμοί με βάση τον Πίνακα που ακολουθεί.

ΠΙΝΑΚΑΣ - Αναγωγή των Αλκοολικών βαθμών στους 20°C

ΕΝΔΕΙΞΕΙΣ ΑΛΚΟΟΛΟΜΕΤΡΟΥ											
	°C	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
ΠΡΟΣΘΕΣΗ	10	1,44	1,58	1,73	1,89	2,06	2,24	2,43	2,63	2,84	3,01
	11	1,34	1,46	1,59	1,73	1,88	2,04	2,21	2,38	2,56	2,71
	12	1,23	1,32	1,43	1,55	1,68	1,82	1,97	2,13	2,27	2,40
	13	1,10	1,18	1,28	1,38	1,48	1,60	1,72	1,85	1,99	2,11
	14	0,96	1,03	1,11	1,19	1,28	1,39	1,49	1,59	1,71	1,81
	15	0,82	0,87	0,94	1,01	1,09	1,17	1,26	1,34	1,44	1,51
	16	0,66	0,71	0,76	0,82	0,88	0,94	1,01	1,08	1,15	1,20
	17	0,51	0,55	0,58	0,63	0,67	0,71	0,76	0,81	0,85	0,90
	18	0,34	0,36	0,39	0,42	0,45	0,47	0,50	0,53	0,56	0,60
	19	0,17	0,18	0,20	0,21	0,23	0,24	0,26	0,28	0,29	0,30
ΑΦΑΙΡΕΣΗ	20										
	21	0,18	0,19	0,20	0,21	0,23	0,24	0,26	0,28	0,30	0,31
	22	0,37	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,51	0,54	0,57	0,60
	23	0,56	0,60	0,63	0,67	0,71	0,74	0,78	0,82	0,86	0,90
	24	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94	0,99	1,04	1,09	1,14	1,21
	25	0,98	1,02	1,07	1,12	1,18	1,24	1,32	1,38	1,44	1,51
	26	1,19	1,24	1,30	1,36	1,43	1,51	1,57	1,65	1,73	1,82
	27	1,40	1,46	1,53	1,60	1,68	1,76	1,85	1,93	2,02	2,12
	28	1,62	1,68	1,75	1,83	1,92	2,02	2,11	2,21	2,31	2,43
	29	1,85	1,92	2,00	2,08	2,17	2,28	2,39	2,50	2,62	2,73
	30	2,07	2,15	2,23	2,33	2,45	2,55	2,67	2,79	2,91	3,04

Ασκήσεις - Ερωτήσεις

1. Δώστε τον ορισμό του νόμου Raoult;
2. Η τάση ατμών του νερού στους 40°C είναι 55 mmHg και της αιθανόλης 200 mmHg. Ένα μίγμα αποτελείται από 4 mole αιθανόλης και 2 mole νερού. Να βρεθεί η συνολική τάση των ατμών του μίγματος και τα γραμμομοριακά κλάσματα του νερού και της αιθανόλης στην αέρια φάση.
3. Η τάση ατμών της ακετόνης στους 40°C είναι 420 mmHg και της αιθανόλης 200 mmHg. Εάν $P_{ολ}$ μίγματος αιθανόλης-ακετόνης στην ίδια θερμοκρασία είναι 320 mmHg. Να βρεθούν τα γραμμομοριακά κλάσματα της αιθανόλης και της ακετόνης στην υγρή και στην αέρια φάση.
4. Σχεδιάστε και περιγράψτε την εξέλιξη της απόσταξης σε πίεση 1 Atm ενός ιδανικού μίγματος υγρών.
5. Τι είναι αζεοτροπικά μίγματα, πότε έχουμε αζεοτροπικό ελαχίστου και πότε μεγίστου, να σχεδιάσετε τα διαγράμματα και στις δυο περιπτώσεις.
6. Πώς γίνεται συνήθως ο διαχωρισμός αζεοτροπικών μιγμάτων .
7. Σχεδιάστε και περιγράψτε το διάγραμμα τάσης ατμών συναρτήσει της σύστασης ενός ιδανικού συστήματος δύο υγρών κατά την απόσταξη.
8. Τι είναι οι κλασματικές στήλες και ποιο είναι το μέτρο της λειτουργικής ικανότητάς τους.
9. Αποστάζουμε μίγμα υγρών Α και Β με σύσταση 30% και 70% αντίστοιχα. Με τη χρησιμοποίηση κλασματικής στήλης ίδιας σύστασης άλλο δείγμα του Α και του Β χωρίς στήλη και παίρνουμε προϊόν

35% Α. Αν αποστάξουμε το μίγμα του 35% σε Α χωρίς στήλη παίρνουμε απόσταγμα 40% σε Α. Αν αποστάξουμε το μίγμα του 40% σε Α χωρίς στήλη παίρνουμε απόσταγμα 45% σε Α. Πόσο (θεωρητικών πλακών) είναι η κλασματική στήλη.

10. Ποιοι παράγοντες επιδρούν στη σωστή λειτουργία της κλασματικής στήλης.

11. Μίγμα νερού και n-οκτανίου αποστάζει στους 99°C, σ' αυτή τη θερμοκρασία η τάση ατμών P_A

του νερού είναι 733 mmHg και n-οκτανίου $P_B = 344$ mmHg. Να βρεθεί η αναλογία βάρους $\frac{B_A}{B_B}$

κατά την απόσταξη με υδρατμούς.

12. Γιατί ο λόγος επαναρροής αυξάνεται, όταν αυξάνεται, ο αριθμός των πλακών της στήλης.

13. Με ποιο τρόπο μπορεί να διαχωρισθεί διάλυμα που αποτελείται από 5% w/w αιθανόλης και 95% w/w αιθανικού αιθυλεστέρα (και οι δύο ενώσεις έχουν σημείο Βρασμού 78 °C).

14. Διαθέτουμε υδατικό διάλυμα μυρμηγκικού οξέος 50 % w/w. Δίδεται ότι:

α) το σημείο Βρασμού του μυρμηγκικού είναι 101°C και

β) το μυρμηγκικό και το νερό παρουσιάζει αζεοτροπικό μίγμα μεγίστου με σύσταση 77% w/w σε μυρμηγκικό και 23% w/w σε νερό. Με ποιό τρόπο θα διαχωρισθεί το διάλυμα στα συστατικά του;

