

3.4 Destillation

1. Ziel / Einleitung

Mit dem Trennverfahren der Destillation lassen sich Lösungen, die aus mehreren Flüssigkeiten bestehen, auftrennen. Zur Trennung werden die unterschiedlichen Siedetemperaturen der Stoffe ausgenutzt. Ziel des heutigen Praktikums ist es, die Bestandteile einer Destillationsapparatur kennenzulernen, eine Weindestillation durchzuführen und auszuwerten.

2. Material

Destillationsapparatur: Vierbein mit Ceranplatte, Gasbrenner, Stativ mit Klammern und Muffe, RG-Gestell mit 10 RGs, Schlißklammern, Liebig-Kühler mit Gummischläuchen, kurze Destillationskolonne, 100ml Rundkolben, Thermometer mit Schliß, Rotwein, Siedesteinchen, Schlißfett, Messzylinder 50ml.

3. Vorgehen

Setzen Sie die Destillationsapparatur gemäss Vorlag fertig zusammen. Füllen Sie 30ml Rotwein (aus dem Messzylinder) in einen 100ml Rundkolben und geben Sie einige Siedesteinchen dazu. Bereiten Sie als Auffanggefässe (Vorlage) 10 Reagenzgläser (RG) vor, welche Sie mit einer 2cm-Markierung versehen, nummerieren und in ein RG-Gestell setzen. Stellen Sie das Kühlwasser vorsichtig an und lassen Sie es mittelstark fließen. Mit dem Bunsenbrenner wird nun erwärmt. Sobald das Gemisch zu sieden beginnt, ist durch Regulieren der Flamme oder Verschieben des Brenners die Destillationsgeschwindigkeit auf 1-2 Tropfen pro Sekunde zu halten. Lassen Sie das Destillat ins erste RG tropfen, bis der Flüssigkeitspegel die 2cm-Marke erreicht hat. Dann wird das Destillat im 2.RG aufgefangen. So sammeln Sie nacheinander 10 sogenannte Fraktionen zu je 2cm Destillat. Zu Beginn jeder Fraktion ist die Siedetemperatur am Thermometer abzulesen und im Protokoll zu notieren (siehe Vorlage bei den Zusatzinformationen). Können Sie durch Geruchsprobe feststellen, in welchen RGs sich Alkohol befindet? Besser geht es mit der Brennbarkeitsprobe: Giessen sie die Hälfte des RG-Inhalts in eine Porzellanschale und versuchen Sie die Flüssigkeit sofort zu entzünden (Nur Gemische mit über 50% Alkohol lassen sich kalt entzünden). Was bleibt jeweils nach dem Verbrennen in der Schale übrig?

4. Aufgaben / Diskussion

- Skizzieren sie unter Material die Destillationsapparatur und ordnen sie folgende Begriffe zu: Rundkolben, (Liebig-)Kühler, Destillat, Vorlage, Destillierkolonne (Verbindungsstück), Kühlwasser, Thermometer.
- Lesen sie den Infotext zur Destillation. Womit wird eine Destillation verbessert/ beschleunigt? (→ Auswertung)
- Warum braucht es bei einer Destillation einen Kühler? (→ Auswertung)
- Schätzen Sie die Siedepunkte von reinem Alkohol (=Ethanol) und reinem Wasser anhand der Brennbarkeitstests ab und vergleichen Sie sie mit tabellierte Werte (Wikipedia, Chemie-Buch, ... → Auswertung)
- Lässt sich mit einer Destillation aus Wein 100% reines Ethanol gewinnen? Begründen sie. (→ Auswertung)

5. Zusatzinformationen (Infotext)

"Einfache" Destillation

Mit der "einfachen" Destillation lassen sich Flüssig-Flüssig-Lösungen trennen, deren Komponenten einen genügend **grossen Siedepunktunterschied** aufweisen.

Rektifikation oder Fraktionierte Destillation

Die Destillation von Flüssigkeitsgemischen mit **kleinen Siedepunktunterschieden** ist durch das Auftreten von Dampfgemischen schwierig und liefert eine schlechte Trennung. Wiederholte Destillation der Destillate kann die Trennung verbessern. Anstelle wiederholter Destillationsschritte kann die Trennung in einem Arbeitsgang durch die Rektifikation, auch fraktionierte Destillation genannt, verbessert werden. Dabei werden die Dampfgemische aus dem Destillierkolben durch eine **Kolonne** geleitet, deren Oberfläche durch Füllkörper (Rektifikationskolonne) oder Einstülpungen (Vigreuxkolonne) vergrössert ist. Dies führt zu einer Vorkühlung, wobei die Dämpfe mit höherem Siedepunkt aus dem Dampfgemisch bereits in der Kolonne kondensieren und zurück in den Kolben tropfen. Die Dämpfe mit dem niedrigsten Siedepunkt gehen hingegen ungehindert durch die Kolonne und kondensieren erst im Kühler.

Vakuum-Destillation

Die Siedetemperaturen der einzelnen Lösungskomponenten lassen sich durch Anlegen eines Vakuums (Druckerniedrigung) herabsenken. Dadurch kann eine Destillation beschleunigt oder für temperaturempfindliche Stoffe sogar erst ermöglichen werden.

Azeotrope

Gewisse Lösungen, z.B. Alkohol-Wasser, lassen sich trotz grosser Siedepunktunterschiede nicht 100% durch (fraktionierte) Destillation trennen. Bei Alkohol bleibt zum Beispiel mindestens 4% Wasser zurück. Solche Lösungen heissen Azeotrope. Um Azeotrope vollständig zu trennen müssen andere Trennmethode angewendet werden (z.B. durch Absorption/Aufsaugen des Wassers mit einem Trockenmittel).

Vorlage Destillationsprotokoll:

Fraktion	Temperatur zu Beginn	brennbar ?	weitere Beobachtungen
1			
2			
usw.			