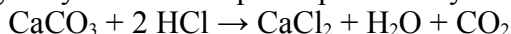


Úloha 10 – Frakční destilace a práce s plyny

Úkol 1: Práce s plyny

Úvod:

V experimente som určoval percentuálny obsah CaCO_3 v predloženej vzorke. K uhličitanu vápenatému v banke s postranným vývodom bola prikvapkávaná kyselina chlorovodíková.



Vznikajúci oxid uhličitý sa zachytával v improvizovanom eudiometri. Kvôli nasýteniu vody použitej na premývanie vznikajúceho plynu bol aparátúra premývaná oxidom uhličitým z tlakovej bomby. Na stanovenie látkového množstva vzniknutého CO_2 boli použité nasledujúce vzorce:

$$V_0 = \frac{(p - p_{\text{aq}}) V T_0}{p_0 T} \quad - \text{ výpočet objemu, ktorý by mal oxid uhličitý za štandardných}$$

podmienok, pričom sa navyše ešte uvažuje, že plyn je nasýtený vodnou parou.

Hmotnostný zlomok CaCO_3 vo vzorke:

$$w = \frac{m_{\text{CaCO}_3}}{m_{\text{vz}}} = \frac{n_{\text{CO}_2} M_{\text{CaCO}_3}}{m_{\text{vz}}} = \frac{V_0 M_{\text{CaCO}_3}}{0,022414 \cdot m_{\text{vz}}}$$

Aparatúra:

Aparatúra pozostávala z deliaceho lievika, banky s postranným vývodom, premývačky a odmerného valca obráteného hore dnom v sklenenej vani naplnenej destilovanou vodou podľa obr. 77 na strane 96 v skriptách.

Postup práce:

Na predvážkach som odvážil 1,00 g vzorku 1112 a násypkou som ho nasypal do banky s postranným vývodom. Potom som spláchol zvyšky vzorky zo stien malým množstvom destilovanej vody. Po zostavení zvyšku aparátúry som ju premýval cez oddeľovací lievik oxidom uhličitým z tlakovej bomby. Následne som naplnil odmerný valec eudiometru vodou, do oddeľovacieho lievika som nalial 10 ml koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej. Prívodnú hadičku so zátkou som nahradil zábrusovou zátkou, čím sa aparátúra nepriedušne uzavrela. Kohútikom som postupne nakvapkal kyselinu na vzorku a vznikajúci oxid uhličitý som zachytával do odmerného valca eudiometra.

Výsledky:

Pri reakcii sa uvoľnilo celkom 213 ml oxidu uhličitého. Laboratórne podmienky boli:

$$T = 18,3^\circ\text{C} = 291,45 \text{ K}$$

$$p_{\text{aq}} = 2067 \text{ Pa}$$

$$p = 99200 \text{ Pa}$$

Objem uvoľneného oxidu uhličitého za štandardných podmienok:

$$V_0 = \frac{(p - p_{\text{aq}}) V T_0}{p_0 T} = \frac{(99200 - 2062) \cdot 2,13 \cdot 10^{-4} \cdot 273,15}{101325 \cdot 291,45} = 1,914 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^3$$

Hmotnostný zlomok CaCO_3 vo vzorke:

$$w = \frac{V_0 M_{\text{CaCO}_3}}{0,022414 \cdot m_{\text{vz}}} = \frac{1,914 \cdot 10^{-4} \cdot 100,09}{0,022414 \cdot 1,00} = 0,855 = 85,5 \%$$

Záver: Použitá metóda merania objemu uvoľneného oxidu uhličitého nie je veľmi presná, najmä kvôli dobrej rozpustnosti oxidu uhličitého vo vode. Ďalej sa nedalo zabrániť nasatiu vody do časti trubičky, ktorá bola ponorená vo vani (jej objem však bol zanedbateľný). Navyše bol tu ešte hydrostatický tlak vodného stĺpca vo valci, ktorý znižoval tlak zachyteného oxidu uhličitého.

Úloha 10 – Frakční destilace a práce s plyny

Úkol 2: Frakční destilace směsi ethylesteru kyseliny octové a toluenu

Úvod:

Zmes etylesteru kyseliny octovej a toluénu sa rozdeľovala pomocou frakčnej destilácie, pričom bola použitá vpichovaná kolóna. Rovnomerne klesajúca teplota vnútri kolóny vytvorila podmienky, kde sa stekajúca kvapalina obohacovala menej prchavou zložkou a unikajúca para prchavejšou zložkou. To umožnilo dosiahnuť taký stupeň rozdelenia, na ktorý by inak bol potrebný veľký počet jednoduchých destilácií. Meranie teploty vo vrchnej časti kolóny ďalej poskytlo informáciu o zložení práve kondenzujúceho destilátu, ktoré sa ešte overilo meraním indexu lomu.

Určenie zloženia zmesi podľa indexu lomu:

$$x_1 = \frac{n - n_2}{n_1 - n_2} \quad - x_1, n_1 - \text{podiel a index lomu 1. zložky, } n_2 - \text{index lomu 2. zložky, } n - \text{index lomu zmesi}$$

Aparatúra:

Destilačná aparatúra (obr. 66 v skriptách na strane 77) sa skladala z elektrického topného hniezda, destilačnej banky s guľatým dnom, vpichovanej destilačnej kolóny, teplomera, vodného chladiča a otočného stojana s ôsmimi skúmavkami na zber destilátu. Ďalej bol použitý refraktometer RL3 na meranie indexu lomu kvapalín.

Postup práce:

Do varnej banky som nalial vzorku s objemom 100 ml a pridal varné kamienky. Banku som upevnil na destilačnú kolónu a zároveň som zdvihol topné hniezdo, aby dosadlo na dno banky. Pustil som vodu do chladiča, uzavrel kohút refluxu a pripravil čisté skúmavky do otočného stojana. Potom som zapol topné hniezdo a zaznamenal čas začiatku varu zmesi a čas prvej zmeny teploty v hornej časti kolóny. Po piatich minútach som otvoril kohút refluxu a začal odoberať destilát rýchlosťou asi 1 kvapky za sekundu. Teplotu som zaznamenával každú minútu. Frakcie boli zachytávané po 10 ml do každej skúmavky. Celkom som zachytil 80 ml, potom som vypol ohrev. Zmeral som indexy lomu jednotlivých frakcií a indexy lomu štandardov – glycerolu, toluénu a etylesteru kyseliny octovej.

Výsledky:

Začiatok varu: 13:25

Prvá zmena teploty: 13:28

Začiatok odberu destilátu: 13:33

indexy lomu:

glycerol 1,4664

toluén 1,4962

etylacetát 1,3744

Frakcia	Index lomu	Čas (min)	Obsah etylacetátu
1	1,3820	8	0,938
2	1,3875	15	0,892
3	1,4235	23	0,597
4	1,4930	31	0,022
5	1,4961	39	0,001
6	1,4962	47	0,000
7	1,4962	56	0,000
8	1,4962	64	0,000

Čas (min)	Teplota (°C)	Čas (min)	Teplota (°C)	Čas (min)	Teplota (°C)
0	78,5	12	81,0	24	102,0
1	79,0	13	81,2	25	105,5
2	79,5	14	81,6	26	107,1
3	79,5	15	82,1	27	108,0
4	79,5	16	82,6	28	108,9
5	79,75	17	83,5	29	109,4
6	79,75	18	84,4	30	109,5
7	80,0	19	86,0	31	109,8
8	80,0	20	87,5	32	110,0
9	80,3	21	90,25	33	110,0
10	80,5	22	94,5	34	110,0
11	80,7	23	98,5	35	110,0

Teplota potom zostala konštantná – 110,0°C až do 64. minúty, kedy som zastavil odber destilátu.

Celkový vypočítaný obsah etylesteru kyseliny octovej vo vzorke je 24,5 ml.

Záver: Zmes bola rozdelená pomerne dobre (najmä toluén, ktorý bol v nadbytku), ale na získanie čistých produktov by bolo potrebné destiláciu minimálne jedenkrát zopakovať.