

Destillatie



door A.J. Oostenbrink

Avans Hogeschool
2005

8	DESTILLATIE	
8.1	Destillatie bij normale druk	3
8.1.1	Inleiding	3
8.1.2	Theoretische achtergrond	3
8.1.3	Azeotropen	8
8.1.4.	Opstelling bij destillatie	10
8.2	Vacuümdestillatie	13
8.2.1	Theoretische achtergrond	13
8.2.2	Opstelling bij vacuümdestillatie	14
8.3	Stoomdestillatie	15
8.3.1	Theoretische achtergrond	15
8.3.2	opstelling bij stoomdestillatie	17
8.4	Opgaven	19

8 Destillatie

In dit hoofdstuk komen 4 destillatie technieken aan de orde:

- 1 enkelvoudige destillatie
- 2 fractionele destillatie
- 3 vacuümdestillatie
- 4 stoomdestillatie

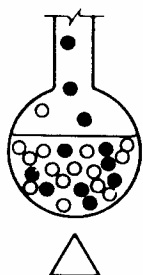
Hoewel de laatste 2 technieken buiten de tentamen stof vallen worden ze toch kort behandeld en is het raadzaam ze een keer goed door te lezen om zo beter een overzicht te krijgen van alle mogelijke destillatie technieken.

8.1 Destillatie bij normale druk

8.1.1 Inleiding

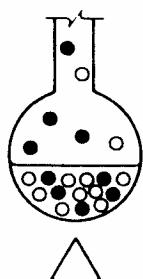
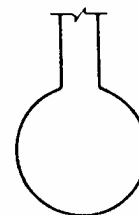
Destillatie is het proces waarbij vloeistofmengsels worden gescheiden op basis van verschil in vluchtigheid. Bij het destillatieproces wordt het vloeistofmengsel verwarmd, waardoor een deel van de vloeistof verdampt. Deze damp heeft meestal een andere samenstelling dan de eronder kokende vloeistof. Door deze damp te laten condenseren in een andere kolf kan een vloeistoffractie worden verkregen die rijker is aan de vluchtigste (makkelijkst verdampende) component. Gebaseerd op dit principe kunnen vloeistoffen met verschillende vluchtigheid worden gescheiden of kan een vluchtige component worden teruggewonnen op niet vluchtige componenten. Dit principe is geïllustreerd in figuur 8.1.

destillatiekolf

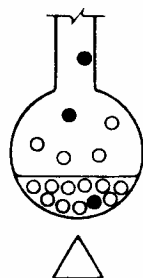
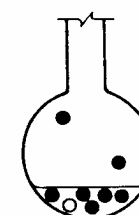


Stap 1. De destillatiekolf wordt verwarmd en het vloeistofmengsel zal gaan koken. De damp boven de vloeistof bevat een samenstelling die rijker is aan de vluchtige component (●) dan de samenstelling van de vloeistof. De minder vluchtige component (○) blijft voornamelijk achter in de vloeibare fase.

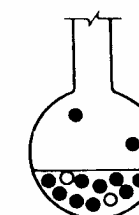
opvangkolf



Stap 2. De verwarming wordt voortgezet. De damp die gecondenseerd is, wordt verzameld in de opvangkolf. De gecondenseerde damp in de opvangkolf heeft een hogere fractie aan vluchtige componenten dan de vloeistof in de destillatiekolf. Het volume aan achtergebleven vloeistof in de destillatiekolf is nu: (beginvolume) – (volume in de opvangkolf)



Stap 3. Het verwarmingsproces gaat nog verder door en de damp wordt gecondenseerd en verzameld. Het destillaat in de opvangkolf bevat nu voornamelijk stof (●): dit wil zeggen dat dit mengsel t.o.v. het oorspronkelijke mengsel een aanzienlijk hogere concentratie van de vluchtigste component bevat. De achtergebleven vloeistof in de destillatiekolf bestaat nu voornamelijk uit de niet vluchtige component (○). Een zekere mate van scheiding is nu bereikt.



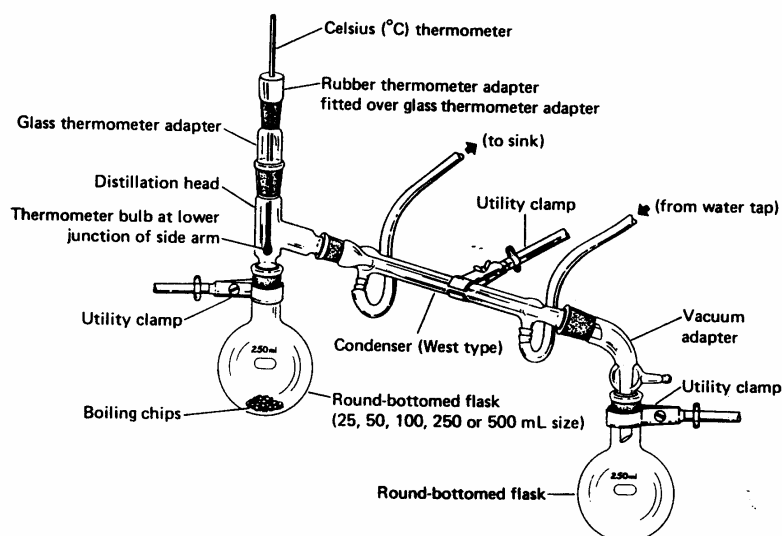
Figuur 8.1 Het enkelvoudige destillatieproces [9].

Destillatie is gebaseerd op het feit dat bij een gegeven temperatuur, bepaalde moleculen van een stof in de vloeistof een zodanige kinetische energie (ook wel bewegingsenergie) hebben, dat zij in staat zijn uit het oppervlak van de vloeistof te ontsnappen en overgaan in de gastoestand. Hierdoor hangt er boven een vloeistof van een bepaalde temperatuur altijd een bepaalde *dampdruk*. Deze neiging om te verdampen wordt groter naarmate de kinetische energie van de moleculen toeneemt door het toepassen van hogere temperaturen. Wanneer een vloeistofmengsel wordt verwarmd *tot een temperatuur waarbij de dampdruk gelijk is aan de omgevingsdruk*, zegt men dat het mengsel *kookt*. De temperatuur waarbij dit optreedt, noemt men het *kookpunt*.

De term *afdampen* wordt in plaats van destillatie gebruikt, als het niet om de afgedampte vloeistoffractie (het destillaat) gaat, maar om de in de kolf achterblijvende stoffen (het residu). Bij afdampen worden de dampen soms niet eens opgevangen. Ze verdwijnen dan zonder dat ze gecondenseerd zijn in de afzuiging van de zuurkast of gaan mee met het water van de waterstraalpomp. De term *reflux* wordt gebruikt voor processen waarbij de verdampte vloeistoffractie na condensatie weer wordt teruggeleid in de oorspronkelijke kolf.

Hoewel bij bovengenoemde processen dus ook hetzelfde proces van verdampen en condenseren voorkomt, gebruikt men hiervoor dus niet de term destillatie omdat het bij bovengenoemde processen niet om het scheiden van het vloeistofmengsel in vluchtige en minder vluchtige stoffen gaat.

7.1.2 Theoretische achtergrond



Figuur 8.2 Opstelling voor een enkelvoudige stoomdestillatie [8].

8.1.2.1 Enkelvoudige destillatie

De basis elementen van waaruit een destillatie opstelling kan worden gebouwd zijn (zie figuur 8.2): een *destillatiekolf* waarin het oorspronkelijke vloeistofmengsel wordt verwarmd, een *destillatie-opzet* die de overgang vormt van de destillatie kolf naar de koeler en waarin een *thermometer* kan worden geplaatst, een *koeler* waarin de verdampte vloeistof weer wordt afgekoeld, zodat het condenseert en een *opvangkolf* waarin de gecondenseerde vloeistoffracties kunnen worden opgevangen.

Als een thermisch evenwicht is bereikt laat de thermometer het kookpunt zien van het kokende mengsel. Als het daarbij gaat om een zuivere stof die wordt verwarmd, zal dit *kookpunt constant blijven* zolang er damp van de stof verdampt en de thermometer passeert naar de koeler toe waarin de damp wordt gecondenseerd.

Echter als er sprake is van een mengsel van twee stoffen A en B zal dit niet het geval zijn. De samenstelling van de damp en de temperatuur waarbij een vloeistofmengsel kookt worden dan bepaald door de wet van Dalton en de wet van Raoult.

De wet van Raoult stelt dat een *partiële dampdruk van een component A* (P_A) voor een ideaal vloeistofmengsel gelijk is aan het product van de partiële dampdruk van de zuivere stof A bij die temperatuur (P_A^0) en de molfractie van de component (x_A) in het vloeistofmengsel. Dus:

$$\text{Wet van Raoult } P_A = x_A * P_A^0 \quad \text{met} \quad (8.1)$$

$$x_A = \frac{\text{aantal mol A}}{\text{aantal mol A} + \text{aantal mol B}} = \text{de molfractie van A in de vloeistoffase} \quad (8.2)$$

De wet van Dalton stelt dat de totale dampdruk gelijk is aan de som van de partiële dampdrukken (P_i). Dus voor een mengsel van A en B geldt:

$$P_{\text{totaal}} = P_A + P_B = x_A * P_A^0 + x_B * P_B^0 \quad (8.3)$$

Met behulp van deze twee vergelijkingen kan voor een ideaal vloeistofmengsel van twee stoffen A en B worden berekend bij welke temperatuur het mengsel kookt (indien P_A^0 en P_B^0 bij elke temperatuur bekend zijn). Als het mengsel kookt moet namelijk gelden dat:

$$P_{\text{totaal}} = x_A * P_A^0 + x_B * P_B^0 = P_{\text{omgevingsdruk}} \quad (8.4)$$

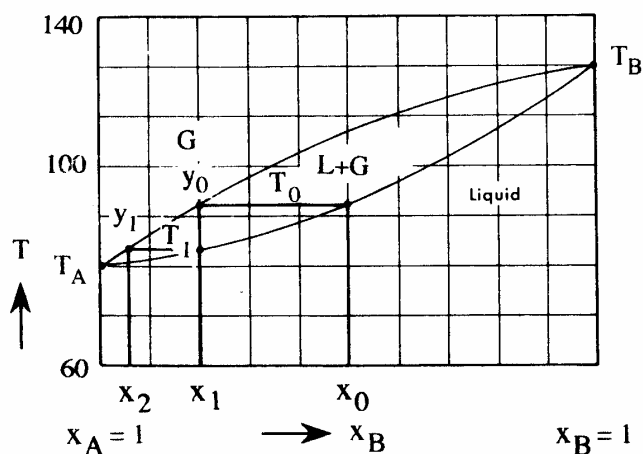
en bij iedere x_A en x_B kunnen de molfracties van de stoffen in de gasfase (y_A en y_B) worden berekend met:

$$y_A = P_A / P_{\text{totaal}} \quad \text{en} \quad y_B = P_B / P_{\text{totaal}} = (1 - y_A) \quad (\text{in de gasfase}) \quad (8.5)$$

Met behulp van deze gegevens kan een T,x -diagram worden geconstrueerd.

In zo'n T,x -diagram staat de temperatuur versus de samenstelling van het mengsel uitgezet. Ingetekend zijn de lijnen bij welke temperatuur een bepaalde samenstelling kookt (*de kooklijn*) en de daarbij horende dampsamenstelling (*de damplijn*).

Bij wijze van voorbeeld gaan we uit van een vloeistofmengsel waarin het aantal mol A in het begin gelijk is aan het aantal mol B. Hierbij is A de vluchtigste component, met dus de hoogste dampdruk en het laagste kookpunt (zie figuur 8.3).



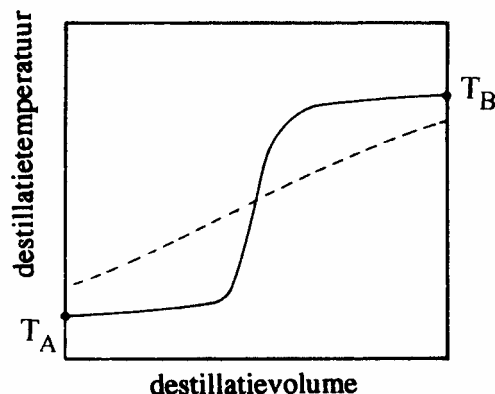
Figuur 8.3 T,x diagram van een A,B-mengsel.

Wanneer het mengsel aan de kook wordt gebracht, zal de dampfase rijker zijn aan de vluchtigste component: A. In figuur 8.3 is dat te zien door te kijken welke dampsamenstelling bij $x_A = 0.5$ ($\Rightarrow x_B = 0.5$) hoort. In de figuur stelt de bovenste lijn de damplijn voor en de onderste lijn de kooklijn. Hieruit valt op te maken dat het vloeistofmengsel bij een temperatuur van T_0 (ongeveer gelijk aan 92°C) kookt. De dampsamenstelling kan worden afgelezen door een horizontale lijn (de temperatuur van de damp = temperatuur van de vloeistof!) te trekken van de kooklijn naar de damplijn. De bijbehorende dampsamenstelling is: $y_B = 0.2 \Rightarrow y_A = 1 - y_B = 0.8$. *De dampfase is dus inderdaad rijker aan de vluchtigste component.*

Als nu echter damp van deze samenstelling boven de vloeistof wordt weggehaald, zoals bij destillatie gebeurt, dan zal de samenstelling in de kolf veranderen. Deze zal steeds rijker worden aan de minst vluchtige component. Omdat x_B dan groter wordt, zal het bijbehorende kookpunt van de vloeistof ook hoger liggen.

Omdat er continu damp tijdens de destillatie wordt weggehaald blijft dit proces: het hoger worden van de molfractie B in de kolf en de daarmee gepaard gaande verhoging van het kookpunt zich herhalen. Hierdoor zal tijdens de destillatie de temperatuur volgens de kooklijn naar rechts omhoog kruipen. Echter de damp verandert hierdoor ook continu van samenstelling: bijvoorbeeld als $x_B = 0.6$ ($x_A = 0.4$) geldt dat de kooktemperatuur van 92°C naar 97°C is toegenomen en $y_B = 0.27 \Rightarrow y_A = 0.73$.

Het netto resultaat van een zogenaamde *enkelvoudige destillatie* is dat wanneer een vloeistofmengsel wordt gedestilleerd waarvan de kookpunten onderling minder dan circa 50°C verschillen er effectief nauwelijks scheiding optreedt. Als de destillatietemperatuur als functie van het volume destillaat wordt uitgezet krijg je in deze situatie de gestippelde lijn uit figuur 8.4: er treedt continu temperatuurstijging op tijdens de destillatie.



Figuur 8.4 Destillatiecurve waarin de destillatietemperatuur is uitgezet als functie van de opgevangen hoeveelheid destillaat.

---- enkelvoudige destillatie
 — fractionele destillatie

8.1.2.2 Fractionele destillatie

Als je opnieuw nog eens goed naar figuur 8.3 kijkt kun je zien hoe de efficiëntie van de destillatie kan worden verhoogd: als je de damp die bij samenstelling $x_B = 0.5$ hoort (y_0) ergens zou laten condenseren ($y_0 \rightarrow x_1$) en opnieuw weer verdampen levert dit een samenstelling op die nog rijker is aan component A namelijk $y_A = 1 - y_1 = 0.94$. Door dit proces van verdampen en condenseren een aantal keren te herhalen kun je uiteindelijk een dampsamenstelling krijgen die bestaat uit vrijwel zuiver A. Het scheidingsproces dat op deze methode gebaseerd is noemen we *fractionele destillatie*.

Elke stap in figuur 8.3 van de vloeistof x_0 naar de bijbehorende dampsamenstelling y_0 (= een horizontale streep in figuur 8.3) stelt in feite één vloeistofdamp evenwicht voor en wordt ook wel aangeduid met *één theoretische schotel*.

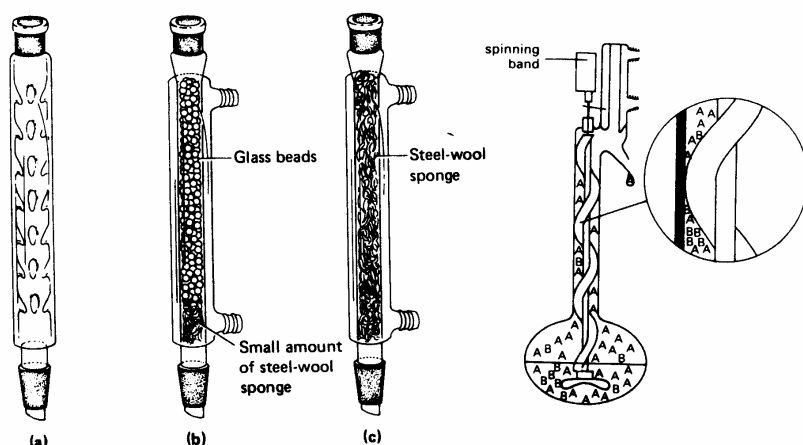
Bij een fractionele destillatie treden verschillende van deze evenwichten na elkaar op, als het gas zich door de kolom omhoog beweegt en de vloeistof omlaag. De efficiëntie van de scheiding die optreedt, zal afhangen van *het aantal evenwichten* of '*het aantal theoretische schotels*' dat het vloeistof mengsel op weg naar boven tegenkomt. Hoe groter het aantal schotels hoe efficiënter de kolom in het scheiden zal zijn.

Tabel 8.1 Vergelijking van enige typen fractioneringskolommen.

type	Debiet (ml/min)	Hold-up (ml/schotel)	HETP (cm)
Kolom gevuld met metalen			
- zeefjes	2-7	0.7-1	3-5
- ringen	1-5	0.2-0.5	1-1.5
Vigreux	5-10	0.5-2	7-12
Roterende band	3-5	.01-.03	0.5-3

Om een kolom in scheidingsefficiëntie te kunnen beoordelen is het begrip *HETP (Height Equivalent Theoretical Plate)*, wat staat voor het theoretische aantal schotels per lengte eenheid van de kolom, ingevoerd. Het HETP van een kolom geeft dus een indicatie van de scheidingsefficiëntie als rekening wordt gehouden met de bijbehorende lengte van de kolom. In tabel 8.1 staan enkele verschillende typen kolommen met bijbehorende HETP waarden. Om een mengsel van twee componenten te scheiden die 10°C in kookpunt verschillen, wordt bijvoorbeeld een redelijke scheiding bereikt als de kolom op zijn minst 25 theoretische schotels bevat. De destillatiecurve die bij fractionele destillatie verkregen wordt ziet er meestal uit als de doorgetrokken lijn in figuur 8.4.

Er zijn verschillende typen kolommen ontworpen waarmee een fractionele destillatie kan worden uitgevoerd. In figuur 8.5 staan er enkele getekend. De simpelste kolommen zijn kolommen die zijn gevuld met een metalen spons of zijn gevuld met kleine glazen bolletjes. Het nadeel van deze kolommen is de relatief grote "*hold-up*" die deze kolommen hebben. Met de term *hold-up* wordt de hoeveelheid vloeistof bedoeld die in de kolom zit gedurende de destillatie.



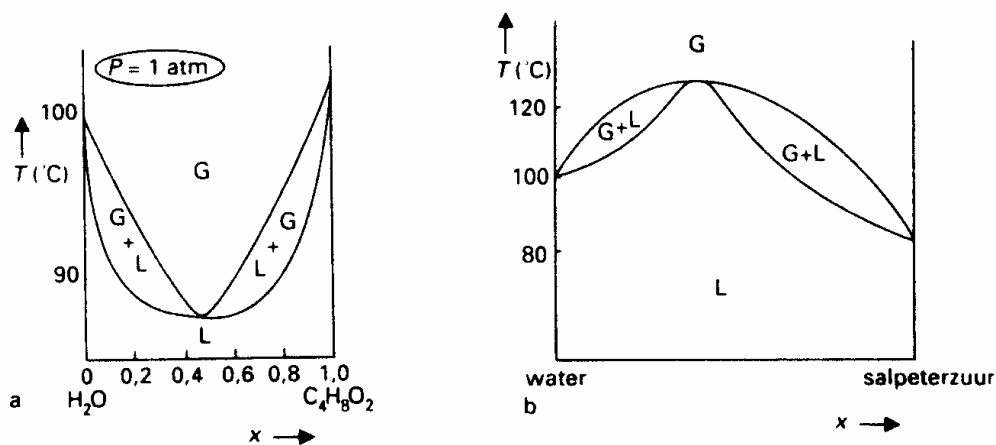
Figuur 8.5 Enkele voorbeelden van kolommen voor een fractioneringsdestillatie

Een ander type kolom: de *vigreux-kolom*, heeft een extra groot oppervlak doordat de binnenwand van de kolom bestaat uit uitstekende glazen punten (figuur 8.5). Eén van de meest efficiënte kolommen is de *spinning-band kolom*: deze bestaat uit een kolom welke in het midden is voorzien van een spiraal van metaal of teflon. Deze spiraal is voorzien van een motortje dat ervoor zorgt dat de spiraal rond draait. Hierdoor wordt een snelle uitwisseling tussen damp en de naar beneden stromende dunne vloeistoffilm op de band bewerkstelligd.

Om een goede efficiënte scheiding in een fractioneringkolom te krijgen moet de kolomtemperatuur een temperatuur hebben die tussen de temperatuur in de destillatiekolf en de temperatuur boven in de kolom zit. Dit wordt meestal bereikt door de kolommen in glaswol en/of aluminiumfolie te wikkelen.

Verder moet de destillatie zeer langzaam worden uitgevoerd: alleen een kleine fractie van het destillaat dat de condensor bereikt mag worden afgevoerd. De rest moet weer terug in de kolom kunnen lopen om te zorgen voor de naar beneden lopende vloeistofstroom. Indien er te snel wordt gedestilleerd kan er zich geen goed evenwicht instellen in de kolom. De HETP is dan veel lager dan de in de tabel 8. 1 opgegeven waarde.

8.1.3 Azeotropen



Figuur 8.6 Voorbeeld van een T,x -diagram van een minimum (a) en maximum (b) azeotroop.

In de voorgaande beschouwingen werd steeds uitgegaan van een ideaal mengsel. *Ideale mengsels* van twee stoffen A en B ontstaan als de adhesiekrachten tussen de moleculen van A en B niet (veel) verschillen met de krachten tussen de moleculen A-A en B-B. Veel mengsels gedragen zich als bijna ideale mengsels.

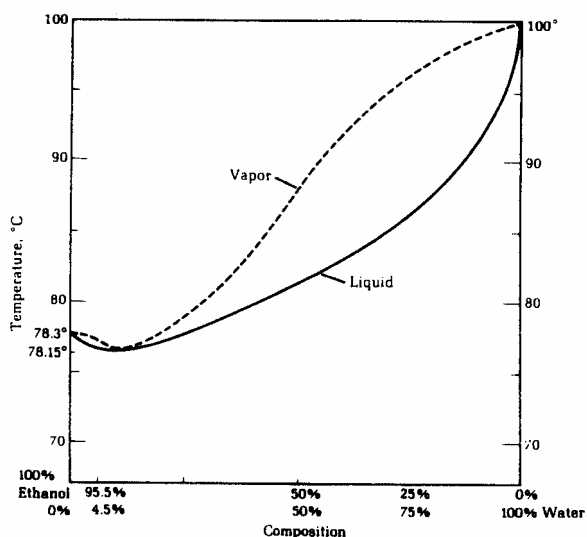
Er zijn echter ook vele mengsels die zich niet aan het ideale gedrag houden. Als de cohesiekrachten tussen de A-A en de B-B moleculen onderling veel groter zijn dan de A-B interacties dan zullen de moleculen relatief makkelijker vanuit de vloeistoffase naar de gasfase gaan (waar de moleculen door de grote onderlinge afstand minder 'last' hebben van elkaar). Hierdoor zal een dergelijk mengsel bij een lagere temperatuur koken dan in het ideale geval. Een zodanig mengsel zal een *minimum azeotroop* (zie figuur 8.6a) vertonen. In figuur 8.6a is te zien dat het mengsel bij alle temperaturen eerder kookt dan in het ideale geval.

Minder voorkomend is de *maximum azeotroop* (figuur 8.6b). Dit komt voor als bij een mengsel van de stoffen A en B een grotere interactie tussen A-B moleculen plaatsvindt dan tussen A-A en B-B moleculen onderling. Bij de maximum azeotroop ligt bij alle temperaturen de kooktemperatuur hoger dan in het ideale geval.

Een ethanol-water mengsel is een voorbeeld van een mengsel dat niet voldoet aan ideaal gedrag (zie figuur 8.7). Door de moleculaire interactie kookt een mengsel van 95.5 m% ethanol en 4.5 m% water beneden het kookpunt van zuiver ethanol (78.3 °C). Hierdoor is het onmogelijk om uit bijvoorbeeld een mengsel van 75 m% water en 25 m% ethanol

door middel van destillatie zuiver ethanol in handen te krijgen. Ook al is de kolom nog zo goed, het destillaat zal nooit zuiverder worden dan 95.5 m%.

Dit is gemakkelijk na te gaan door in figuur 8.7 in te tekenen wat er gebeurt bij elke theoretische schotel: Na een paar theoretische schotels heb je al 95 m% ethanol bereikt. Echter, hoeveel schotels je er ook bij doet, je zult nooit voorbij het minimum in de curve komen: het maximum haalbare is 95.5 m% ethanol. Het laatste water zul je op een andere manier moeten verwijderen.



Figuur 8.7 Voorbeeld van een T,x -diagram met een minimum azeotroop: het ethanol/water mengsel (2).

Als de temperatuur van een oorspronkelijk 50 m% ethanol/50 m% water mengsel in een enkelvoudige destillatie opstelling wordt gemeten terwijl langzaam wat vloeistof wordt gedestilleerd, dan zal de temperatuur vanzelf naar dit minimum lopen en niet meer veranderen. Men noemt vloeistofmengsels waarvan de damp steeds dezelfde samenstelling heeft als de vloeistof *azeotrope mengsels* (*azeotroop = gelijkblijvend koken*). Laat men dergelijke mengsel koken, dan verandert de samenstelling van de vloeistof niet omdat de beide componenten in dezelfde verhouding verdampen zoals ze in de vloeistof aanwezig zijn.

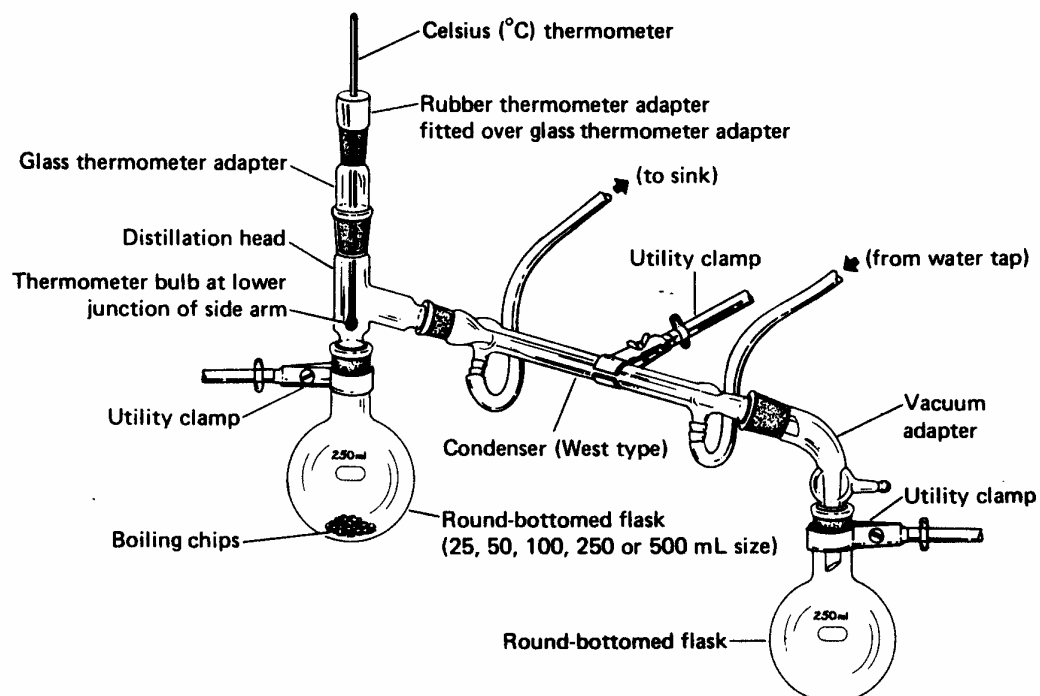
Tabel 8.2 Voorbeelden van enkele azeotropische samenstelling.

mengsel	Samenstelling (m%/m%)	Kookpunten zuivere stoffen (°C/°C)	Kookpunt van azeotroop in °C
Aceton/water	88/12	56/100	56
Benzeen/water	91/9	80/100	69
Benzeen/ethanol	68/32	80/78.5	68
Chloroform/ethanol	93/7	61/78.5	59
Chloroform/water	97/3	61/100	56
Ethanol/tolueen	68/32	78.5/111	77
Ethanol/water	96/4	78.5/100	78

8.1.4. Opstelling bij destillatie

8.1.4.1 Enkelvoudige destillatie

Hoe een destillatie opstelling er normaal gesproken uitziet is te zien in figuur 8.8.



Figuur 8.8 Opstelling voor het gebruik van enkelvoudige destillaties. Elk deel dat mogelijk zou kunnen vallen moet voorzien worden van een klem. Slijpstukken moeten worden voorzien van een zeer dun laagje vet.

De geplaatste statieven (niet te zien in bovenstaande figuur) moeten altijd met de onderkant onder de opstelling staan; het zwaartepunt ligt dan goed. Plaats onder de destillatiekolf altijd een verwarmingsmantel of oliebad op een *beweegbaar plateau: de labolift*. De labolift moet altijd worden gebruikt zodanig dat als de oplossing te heftig kookt, de verwarmingsmantel snel kan worden weggehaald zonder dat de hele opstelling hoeft te worden afgebroken.

Let erop dat de *koelsslangen voor het opbouwen van de opstelling al aan de koeler worden aangebracht*. Als je dit pas doet als de opstelling klaar is, geeft dit zeer grote kans op breuk. Bevestig de slangen zodanig op de koeler dat de koeler van onderaf naar boven met water volloopt. Koelsslangen kunnen het gemakkelijkst worden bevestigd door eerst een druppel glycerol of water op de tuit te brengen.

Zorg ervoor dat de kraan van de watertoevoer *niet te ver wordt open gedraaid*. De kans op het losschieten van slangen wordt dan groot. Klem de slangen eventueel met slangenklemmen of ijzerdraad vast. Langzame watertoevoer is voor koeling vaak al efficiënt genoeg: alleen als de damp te laat in de koeler condenseert is het nodig om de waterkoeling harder te zetten.

Vul een kolf niet als de verwarmingsmantel eronder staat. De kans op knoeien van vloeistof in de mantel, resulterend in brand wanneer de verwarmingsmantel wordt aangezet, wordt op deze manier vermeden.

Indien niet onder vacuüm wordt gedestilleerd moet de uitgang van de vacuümallonge (zie figuur 8.8) open blijven, of de opening tussen allonge en opvangkolf niet afgesloten zijn. *Een opstelling mag nooit luchtdicht afgesloten zijn*, aangezien er dan of onderdruk of overdruk in de opstelling kan ontstaan, wat een implosie of explosie tot gevolg heeft.

Kies een zodanige destillatie kolf *dat de gebruikte kolf in het begin nooit meer dan de helft tot 2/3 gevuld is*. Wanneer er méér inzit, is de warmteoverdracht van de verwarmingsmantel naar de kolf ongunstig en bestaat de kans op overkoken. Als de gekozen destillatiekolf echter te groot is, zijn de verliezen in opbrengst weer erg groot.

Bij het in elkaar zetten van de opstelling moet er goed op worden gelet dat de afzonderlijke onderdelen niet zodanig geklemd worden dat de slijpstukken in elkaar wringen: de diverse aaneensluitingen van slijpstukken mogen natuurlijk ook geen lekken vertonen. *Schuif verontreinigde en/of natte slijpstukken nooit in elkaar. maak ze eerst schoon en droog.*

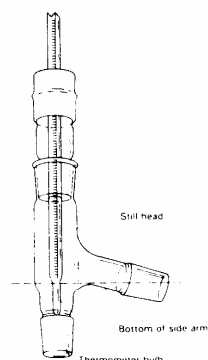
Tijdens het destilleren onder atmosferische druk moeten in de destilleerkolf *kooksteentjes* aanwezig zijn. Kooksteentjes voorkomen kookvertraging en bevorderen het regelmatig koken van de vloeistof. Bij het verwarmen komen uit het poreuze materiaal kleine luchtbelletjes die de kernen van de dampbellen kunnen vormen, terwijl bovendien aan het ruwe oppervlak van de kooksteentjes de grensvlak spanning plaatselijk wordt verlaagd, waardoor dampbellen gemakkelijker worden gevormd.

Bij een destillatie zijn meerdere opvangkolven nodig, omdat het destillaat uit ten minste drie fracties bestaat, namelijk de *voorloop* (vluchtige bijproducten en eventuele verontreinigingen in bijvoorbeeld de koeler en allonge), de hoofdfractie en de naloop (minder vluchtige bijproducten). Voordat met de destillatie wordt begonnen, moet het gewicht bekend zijn van de lege opvangkolf waarin de hoofdfractie wordt opgevangen. Na de destillatie wordt deze kolf met inhoud nogmaals gewogen en kan vervolgens de opbrengst worden berekend.

Bij een geheel opgebouwde opstelling wordt de kolf gevuld m.b.v. een trechter via de destillatie-opzet: let er op dat er geen vloeistof in de koeler loopt.

Het reservoir van de thermometer die in de destillatie-opzet geplaatst wordt, moet voor of vlak onder de ingang naar de koeler zitten. Zie figuur 8.8b. Wanneer het reservoir te hoog zit, komt er onvoldoende damp langs en wordt er een onjuiste temperatuur afgelezen.

Wanneer alle vrijgekomen damp in de destillatieopzet condenseert (de thermometer blijft dan kamertemperatuur aanwijzen) betekent dit, dat er te veel warmte aan de omgeving wordt afgegeven. Dit ongewenste warmteverlies kan worden tegengegaan door het aanbrengen van geschikt isolatiemateriaal zoals glaswol of aluminiumfolie.



Figuur 8.8b. Juiste plaatsing van de thermometer bij destillatie.

Veiligheid

Destillatie moet *altijd* worden gestopt **voordat** de kolf compleet droog is. Als er geen vloeistof in de kolf meer aanwezig is, die de warmte nodig voor het verdampen opneemt, gaat de temperatuur in de kolf zeer snel omhoog. Veel vloeistoffen, vooral ethers en alkenen bevatten peroxides. Dit zijn zeer explosieve stoffen als ze in geconcentreerde concentraties voorkomen. En deze kunnen door de destillatie in de destillatiekolf ontstaan! Conclusie: stop op tijd met destilleren!

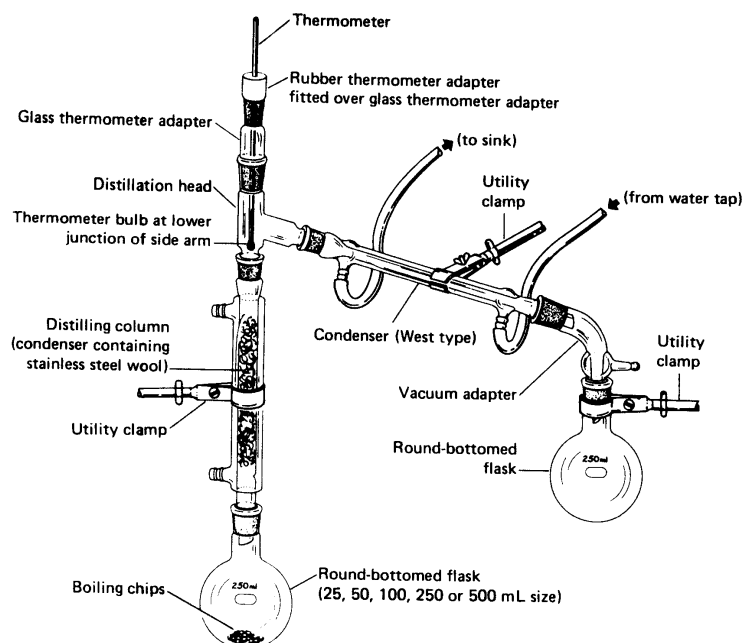
Een in bedrijf zijnde opstelling mag *nooit* onbeheerd worden achtergelaten.

Merk je pas nadat je de vloeistof bijna aan de kook hebt gebracht dat je de *kooksteentjes* bent *vergeten*, dan kun je deze niet zomaar ineens bij de verwarmde vloeistof gooien. Het toevoegen van de kooksteentjes zou namelijk net voldoende kunnen zijn om de vloeistof ineens te laten koken. Hierdoor zou de vloeistof kunnen gaan spatten doordat kookvertraging is opgetreden. Remedie: *eerst de vloeistof wat laten afkoelen*, dan pas de vergeten kooksteentjes toevoegen.

8.1.4.2 Fractionele destillatie

Maak bij fractionele destillaties gebruik van een daarvoor geschikte fractioneerkolom voorzien van een destillatie-opzet of maak gebruik van een vigreux. Een vigreux is een vigreux-kolom en destillatie opzetstuk ineen. Hoe een destillatie opstelling er uitziet voor fractionele destillaties is te zien in figuur 8.9. Verder wordt de fractionele destillatie opstelling op dezelfde manier opgebouwd als beschreven is bij de enkelvoudige destillatie.

Destilleer langzaam! Bij deze techniek is het vaak nodig dat de kolom wordt geïsoleerd met behulp van aluminiumfolie en/of glaswol. Vervang de opvangkolf iedere keer nadat er een significante temperatuursverandering is opgetreden. Maak eventueel gebruik van een spin voorzien van meerdere kleine kolfjes waarmee door het slijpstuk te draaien steeds een andere opvangkolf kan worden gekozen. In figuur 8.12a is aan het eind van de koeler een spin bevestigd.



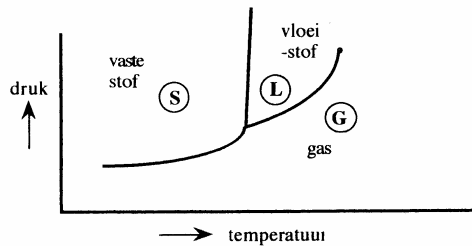
Figuur 8.9.

Opstelling voor het gebruik van fractionele destillaties. Elk deel dat mogelijk zou kunnen vallen moet worden voorzien van een klem. Slijpstukken moeten worden voorzien van een zeer dun laagje vet.

8.2 Vacuümdestillatie (Let op: H8.2 komt pas in 2^e jaar aan de orde)

8.2.1 Theoretische achtergrond

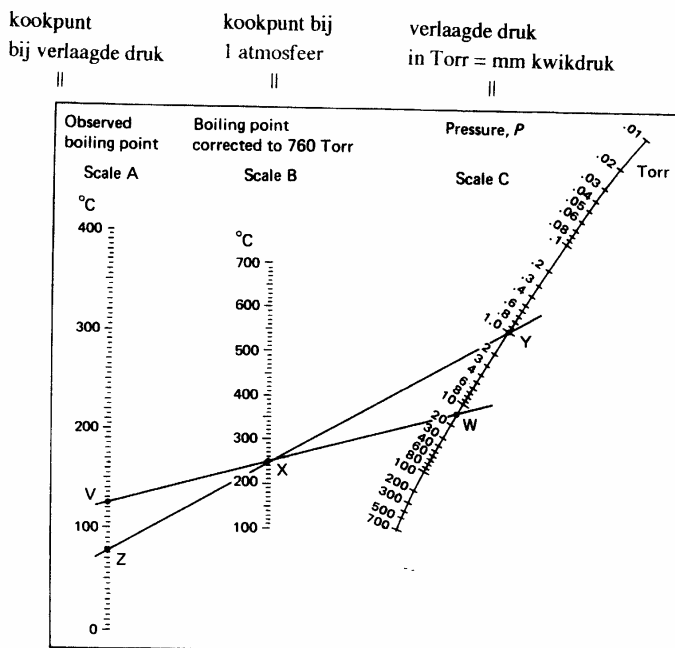
Veel organische vloeistoffen kunnen niet worden gedestilleerd bij atmosferische druk omdat de temperatuur die dan nodig is voor destillatie leidt tot het uiteenvallen van de stof. Dit is vaak het geval bij stoffen die koken boven de 200 °C en soms het geval bij stoffen die koken bij lagere temperaturen. Dit probleem kan worden omzeild door te destilleren bij een lagere druk. Dit volgt direct uit het druk versus temperatuur diagram voor een willekeurige stof (zie onderstaande figuur).



Figuur 8.10 Schets van een p,T-diagram voor een stof X.

De dampdruk van elke stof is een functie van de temperatuur. Hoe lager de druk tijdens het destilleren zal zijn hoe lager het kookpunt van de stof zal zijn. Voor de meeste organische verbindingen geldt dat een reductie van atmosferische druk (760 mm kwikdruk) naar 20 mm kwikdruk leidt tot een verlaging van het kookpunt met circa 90 tot 120 graden. Voor het afschatten van de temperatuur waarbij een stof kookt bij verlaagde druk waarvan de kooktemperatuur bij 1 atmosfeer bekend is, kan een nomogram worden gebruikt (zie figuur 8.11).

Door er rekening meer te houden dat je met een waterstraalpompe doorgaans op zijn best ongeveer 20-40 mm kwikdruk kunt krijgen, kun je hiermee van tevoren afschatten bij welke temperatuur je vloeistof overkomt.



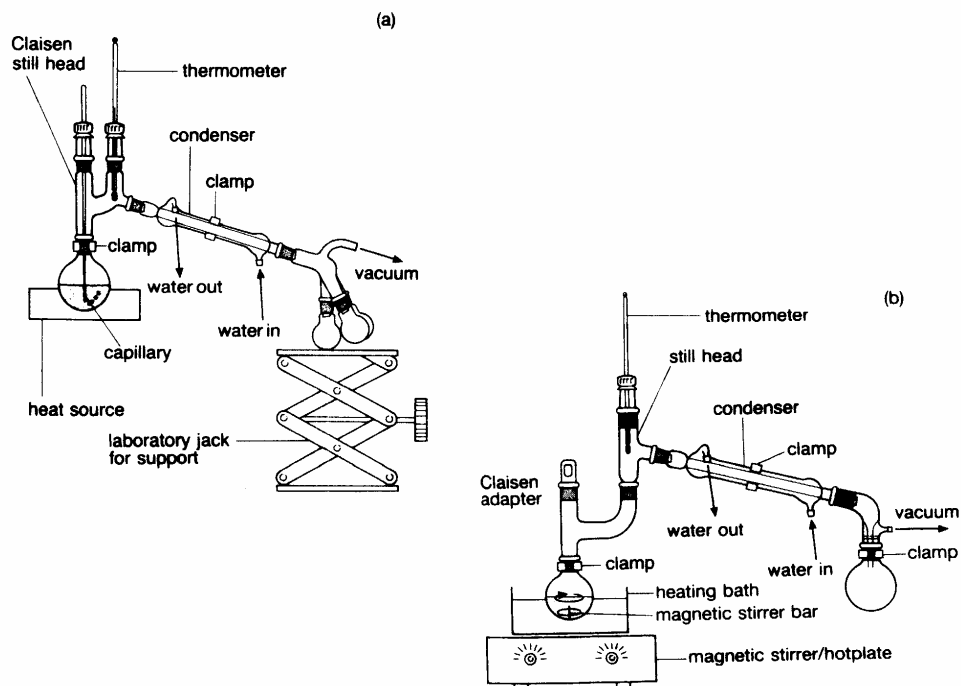
Figuur 8.11.

Een nomogram [8].

Toelichting bij gebruik van een nomogram: Stel dat een vloeistof bij 1atmosfeer kookt bij 250° (punt X). De kwikmanometer wijst een druk van 15 mm kwik aan (punt W). Trek dan een rechte lijn door deze twee punten in bovenstaand nomogram. Het kruispunt van de lijn met de schaal "kookpunt bij verlaagde druk" geeft dan de temperatuur aan waarbij je kunt verwachten dat de stof overkomt. In dit voorbeeld is dat dan bij 125 °C (punt V).

8.2.2 Opstelling bij vacuümdestillatie

Destillatie onder verlaagde druk wordt uitgevoerd met een opstelling zoals is weergegeven in figuur 8.12.



Figuur 8.12

Vacuümdestillatie opstelling.

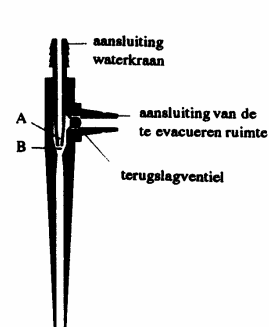
Toelichting: meestal wordt een waterstraalpompe gebruikt om het vacuüm te verkrijgen. Tussen waterstraalpompe en opvangkolf moet een terugslagfles zijn geplaatst. Door een manometere tussen de allonge en de terugslagfles te plaatsen, kan worden nagegaan welke druk bereikt wordt.

Het bijzondere van een vacuümdestillatie opstelling t.o.v. een normale is het gebruik van een capillair, het gebruik van een afzuigsysteem (meestal de waterstraalpompe) en het gebruik van manometere en terugslagfles. Elk van deze onderdelen zal kort worden toegelicht.

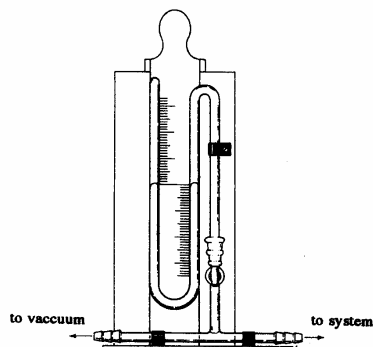
Om tijdens vacuümdestillatie een constante stroom bellen door de vloeistof te verkrijgen wordt een capillair geplaatst met de opening onder in de vloeistof. De luchtbelenstroom door *het capillair zorgt ervoor dat de vloeistof continu in beweging blijft*. Ook kan de oplossing geroerd worden in plaats van een capillair toe te passen: mits de vloeistof maar in beweging blijft. Als de vloeistof niet voldoende in beweging blijft, bestaat het gevaar voor "bumping". Dat wil zeggen dat de vloeistof plotseling massaal gaat koken met veelal als resultaat dat een deel van de vloeistof uit de destillatiekolf door het spatten terecht komt in de koeler (en uiteindelijk in het distillaat). Het enige wat er dan opziet is opnieuw met de destillatie beginnen!

Vaak is het roeren in de destillatiekolf echter lastig omdat direct onder de destillatiekolf een oliebad of verwarmingsmantel is geplaatst. Het gebruiken van een capillair is vaak de beste methode, echter de vaardigheid van het maken van een capillair vergt enige oefening.

De verlaagde druk wordt meestal bereikt door het systeem op een waterstraalpompe aan te sluiten: De *waterstraalpompe* is niets anders dan een kraan waaruit zeer snel water loopt door een vernauwing (A in figuur 8.13) Hierdoor worden de dampmoleculen die zich in ruimte B bevinden, mee naar beneden getrokken en afgevoerd. Door hier een dikwandige (!) slang op te zetten verbonden met de allonge van de destillatieopstelling via de terugslagfles, kan het systeem geleidelijk vacuüm worden gezogen. Hierbij moet worden opgemerkt dat er nooit een absoluut vacuüm kan worden verkregen omdat er minimaal een spanning blijft heersen die gelijk is aan de maximum dampspanning van waterdamp bij de heersende temperatuur.



Figuur 8.13
Waterstraalpompe



Figuur 8.14
Bennertmanometer

Tussen de opvangkolf en de waterstraalpompe moet altijd een *terugslagfles* worden gezet. Door het kraantje op de terugslagfles *langzaam* te openen kan de onderdruk van het systeem worden gehaald. Hierna kan de waterstraalpompe pas worden afgezet. Doe je dit andersom dan loopt het water in de waterstraalpompe via de slangen richting opvangkolf. De terugslagfles voorkomt in dit geval dat water in het systeem terecht komt.

De kwikmanometer bestaat uit een U-vormige buis die aan de ene kant is afgesloten. Meestal is het gesloten been van de manometer zodanig kort dat bij spanningen kleiner dan de barometerstand het kwik tegen de bovenkant van het gesloten been staat. Eerst bij spanningen beneden de circa 50 mm kwikdruk zal het kwik van de bovenkant loslaten, zodat pas het hoogteverschil in de kwikspiegels kan worden afgelezen.

Een veel voorkomende gesloten vloeistofmanometer is die volgens Bennert (figuur 8.14). Met behulp van de glazen vacuümkraan wordt de manometer in verbinding gesteld met de ruimte waarvan de druk moet worden bepaald. Als de druk lager wordt dan bovengenoemde kritische waarde zal het kwik in de linkerbuis gaan dalen. De druk van de geëvacueerde ruimte kan nu worden bepaald door het verschil tussen beide vloeistofniveaus af te lezen. Dit gebeurt door de houten verticale schuif waarop een spiegelschaal is aangebracht, zodanig in te stellen dat de nulstreep met het laagste kwikniveau gelijk komt. Het hoogste kwikniveau geeft nu de druk aan.

Bij het beëindigen van de meting moet er goed op worden gelet dat de kwikkolom in de linkerbuis *geleidelijk* naar de bovenkant van de buis wordt gebracht. Gebeurt dit te plotseling, dan kan deze kapot gaan, doordat het kwik met grote kracht tegen de gesloten buis schiet!

8.3 Stoomdestillatie

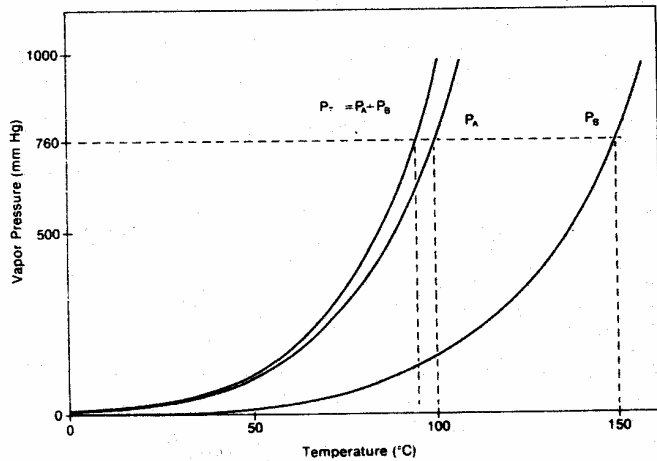
8.3.1 Theoretische achtergrond

In § 8.1.2 is de destillatie van een mengsel (of nauwkeuriger geformuleerd: een oplossing) van twee mengbare vloeistoffen besproken. Tevens werd nagegaan wat de invloed was van de molfractie en de dampdruk van elke component.

Een totaal andere situatie ontstaat echter als bij de destillatie van een mengsel van twee componenten, waarvan de één water is, er van een *onmengbaar systeem* wordt uitgegaan. In een onmengbaar systeem houdt je, ook na goed mengen, twee aparte vloeistoflagen over. In zo'n geval is de dampdruk boven het mengsel ook de som van de partiële dampdruk van de componenten: $P_{\text{totaal}} = P_A + P_B$. Omdat echter nu de beide mengsels zijn gescheiden in aparte lagen met elk de vrijwel zuivere afzonderlijke vloeistoffen geldt dat de totale dampdruk, in dit geval, bij de temperatuur waarop het mengsel kookt gelijk is aan de som van de zuivere dampdrukken bij die temperatuur .

$$P_{\text{totaal}} = P_A + P_B = x_A \cdot P_A^\circ + x_B \cdot P_B^\circ = P_A^\circ + P_B^\circ \quad (\text{bij stoomdestillatie}) \quad (8.6)$$

Omdat voor een destillatie uitgevoerd onder atmosferische druk geldt dat P_{totaal} gelijk is aan 1 atmosfeer (of 760 mm kwikdruk), geldt dat de afzonderlijke zuivere dampdrukken waarbij het mengsel kookt lager zijn dan 1 atmosfeer. Dit betekent dat *het kookpunt van het mengsel lager is dan het kookpunt van de afzonderlijke componenten* (zie figuur 8.15). En omdat 1 van de componenten water is betekend dit dat het kookpunt altijd lager is dan 100 °C.



Figuur 8.15 Dampdruk als functie van de temperatuur voor een mengsel van twee onmengbare vloeistoffen met kookpunten van 100°C (water) en 150°C.

Zolang de gescheiden fasen aanwezig zijn, zal het mengsel een *constant kookpunt* hebben. Hiermee samenhangend zal het destillaat steeds een *constante samenstelling* hebben, waarvan de exacte samenstelling wordt bepaald door de verhouding in dampdrukken. Voor de gasfase geldt dat de partiële dampdruk van een stof gedeeld door de totale druk gelijk is aan de molfractie:

$$y_A = P_A/P_{\text{totaal}} \text{ en } y_B/P_{\text{totaal}} \quad (8.7)$$

Hieruit volgt dat geldt:

$$y_A/y_B = P_A/P_B = (\text{en in dit specifieke geval}) = P_A^\circ/P_B^\circ \quad (8.8)$$

$$\Rightarrow (x_A/x_B) \text{ in destillaat} = P_A^\circ/P_B^\circ \quad (8.9)$$

Door aan beide kanten te vermenigvuldigen met M_A/M_B wordt bovenstaande vergelijking:

$$\frac{x_A(\text{in dest.})M_A}{x_B(\text{in dest.})M_B} = \frac{\text{massa}_A}{\text{massa}_B} = \frac{M_A P_A^\circ}{M_B P_B^\circ} \quad (8.10)$$

Stel dat component A water is ($M_A = 18.0 \text{ g/mol}$). De massa van de onbekende component (M_B) kan dan worden afgeschat met behulp van bovenstaande vergelijking, mits de temperatuur waarbij het mengsel begint te koken is gemeten! Uit deze temperatuur kan namelijk de verzadigde dampdruk van zuiver water worden bepaald door deze op te zoeken in het "Handbook of Chemistry and Physics" [10]. Omdat P_{totaal} gelijk is aan 760 mm kwikdruk (1 atmosfeer) kan P_B worden berekend:

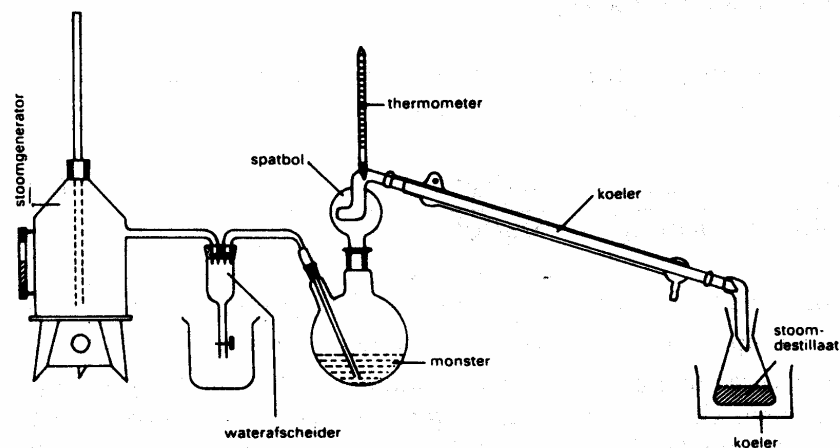
$$P_{\text{totaal}} = P_A + P_B \Rightarrow P_B = P_{\text{totaal}} - P_A = P_{\text{totaal}} - P_{\text{water}} \quad (8.11)$$

Door de twee onmengbare vloeistofslagen na destillatie met een scheitrechter af te scheiden en te wegen, kan het molgewicht van de onbekende component worden bepaald. Door omschrijven van (8.10) volgt:

$$M_B = \frac{\text{massa}_B * M_A * P_A^\circ}{\text{Massa}_A * P_B^\circ} = \frac{\text{massa}_B * 18.0 * P_{\text{water}}^\circ}{\text{massa}_{\text{water}} * P_B^\circ} \quad (8.12)$$

Omgekeerd rekenen kan natuurlijk ook. Indien de molgewichten van beide componenten bekend zijn, kan de zuivere dampdruk van B bij de destillatietemperatuur worden berekend met bovenstaande vergelijking.

Zoals gezegd wordt bovenstaand proces meestal uitgevoerd met water. Omdat er meestal meer water uit de destillatiekolf verdampt dan de andere component, moet er om twee aparte lagen te *blijven* behouden regelmatig water tijdens het proces worden toegevoegd. Dit kan natuurlijk worden gedaan door een scheitrechter gevuld met water op de destillatiekolf te bevestigen (zie figuur 8.18) en te verwarmen met een verwarmingsmantel. Het is echter handiger om gebruik te maken van een apparaat dat stoom aanlevert. De stoom wordt dan door de oplossing geleid waardoor er continu voldoende water blijft en de oplossing tevens wordt verwarmd (figuur 8.16). Vanwege dit gebruik van stoom wordt het proces ook wel aangeduid met *stoomdestillatie*.



Figuur 8.16 Opstelling voor stoomdestillatie.

De voorwaarden om stoomdestillatie te kunnen toepassen bij een stof zijn:

- de stof moet bij de kooktemperatuur van water al een redelijke dampdruk bezitten.
- de stof mag niet met water reageren.
- de stof moet onmengbaar zijn met water.
- het is handig als de een hoge molaire massa heeft (sneller hogere opbrengst).

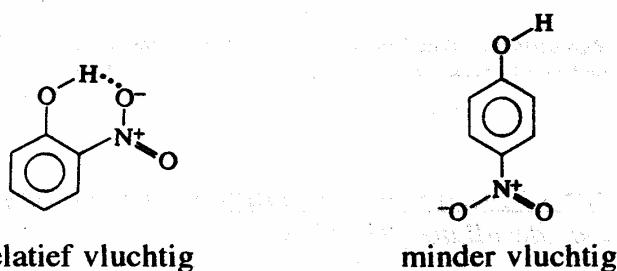
Stoomdestillatie wordt meestal toegepast om een stof uit een grote hoeveelheid niet vluchtig materiaal te halen en wanneer de stof zelf pas kookt bij een zeer hoge temperatuur bij atmosferische druk. In dat geval is enkelvoudige destillatie of vacuümdestillatie niet geschikt omdat destructief hoge temperaturen noodzakelijk zouden zijn om een relatief kleine hoeveelheid materiaal te destilleren terwijl daarnaast nog veel materiaal zou achterblijven in het oorspronkelijke materiaal.

Stoomdestillatie wordt ook toegepast om stoffen die, al dan niet gedeeltelijk, voor het eigen kookpunt ontleden te kunnen zuiveren.

Stoomdestillatie is vaak ook een bruikbaar alternatief naast extractie om bijvoorbeeld kleine hoeveelheden vluchtige organische componenten, zoals etherische oliën uit plantaardig materiaal, te halen. Extractie met oplosmiddelen verwijdert gom, vetten en de vluchtige componenten uit de olie. De vluchtige componenten kunnen dan echter worden teruggewonnen op de rest door middel van stoomdestillatie.

Stoom destillatie is een goed hulpmiddel om uit een reactiemengsel een vluchtige stof af te zonderen waarin deze bijvoorbeeld zit opgelost met anorganische zouten, oxiden of teerachtige bestanddelen.

Ook voor de scheiding van verschillende reactieproducten kan destillatie met stoom goede diensten bewijzen: bij nauw verwante stoffen is de ene wel, de andere niet of weinig vluchtig met waterdamp, zoals *o*- en *p*-nitrofenol.



Figuur 8.17 *ortho*- en *para*-nitrofenol.

8.3.2 Opstelling bij stoomdestillatie

Men gaat bij de *destillatie met stoom* meestal uit van een ruime *twee- of driehalskolf* die voor *niet meer dan een derde gevuld* mag zijn met de te destilleren oplossing.

De rondbodenkolf is voorzien van een tot de bodem reikende omgebogen buis, die via een stoomval (zie fig. 8.16), met de stoom toevoer wordt verbonden. De stoomval dient voor het eventueel terugslaan en opvangen van condenswater. Om overspatten te voorkomen wordt tussen kolf en koeler een *spatbol* (zie fig. 8.16)

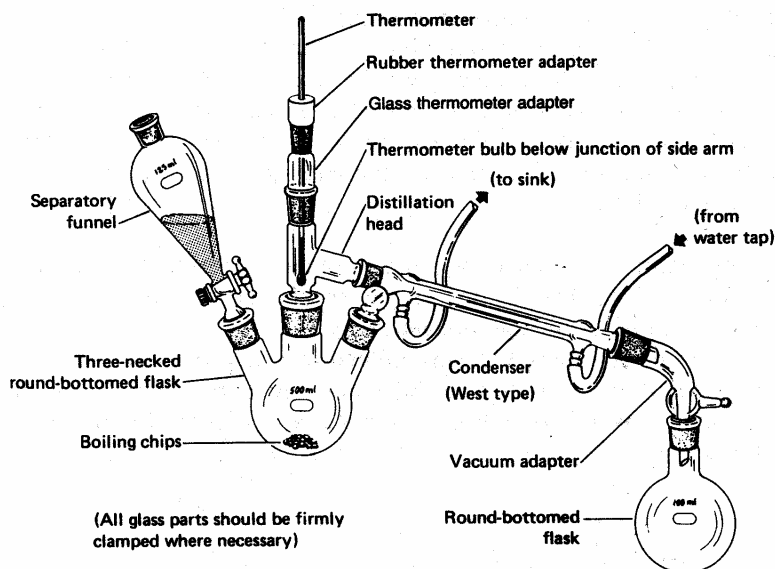
aangebracht, die uit een of meer bollen kan bestaan. Teneinde sterke condensatie van stoom in de rondbodem te voorkomen is bijverwarmen met een verwarmingsmantel soms noodzakelijk.

Men gebruikt *een lange koeler en laat het koelwater vrij snel stromen*. Indien de over te stomen stof in de koeler vast wordt, kan deze, indien het smeltpunt beneden de 80 °C ligt, worden verwijderd door tijdens het stomen het koelwater korte tijd af te zetten. De stof smelt dan en loopt als vloeistof in de ontvanger.

Bij stoffen die weinig vluchtig zijn, kan men het effect van de stoomdestillatie verbeteren door met oververhitte stoom te destilleren. De stoom passeert dan een conisch gewonden koperen buis, die in een oven of met een brander wordt verhit en komt daarna in de destillatiekolf. Deze wordt in dit geval met een oliebad op een temperatuur tot boven de 100 °C gebracht.

Een simpel alternatief is uitgaan van een gewone destillatie opstelling waarbij de destillatiekolf is vervangen door een drie- of tweehalskolf voorzien van een scheitrechter gevuld met water (zie figuur 8.18).

Let op: stoomdestillaties worden *snel uitgevoerd*. Dit in tegenstelling tot de andere destillaties!



Figuur 8.18 Alternatieve/ simpele opstelling voor het uitvoeren van stoomdestillatie [8].

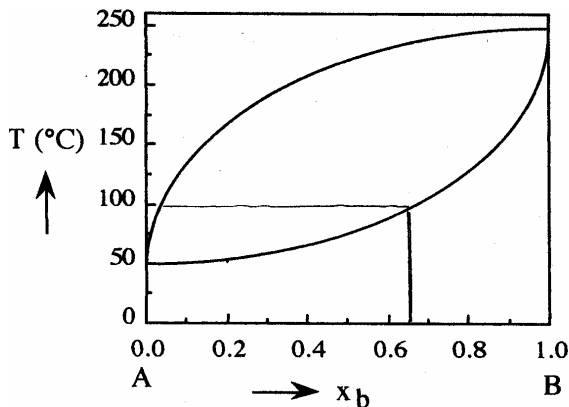
8.4 Opgaven bij destillatie

8.4.1 Opgaven bij enkelvoudige en fractionele destillatie

Basisvragen (zelf controle vragen)

Enkelvoudige destillatie

- 1) Wat is het doel van destillatie?
- 2) Wat is het verschil tussen destilleren en refluxen?
- 3) Wat is het verschil tussen afdampen en destilleren?
- 4) Noem alle benodigheden op voor het bouwen van een opstelling voor een enkelvoudige destillatie.
- 5) Geef met een schets een T,x-diagram van twee ideale vloeistoffen A en B die 50 °C verschillen in kookpunt. Geef aan welke lijn de kooklijn is in je schets, en leg uit wat deze lijn voorstelt. Idem voor de damplijn. Geef aan waar het kookpunt ligt van stof A en waar het kookpunt ligt van stof B. Zet onder de x-as in welke richting x_A toeneemt en in welke richting x_B toeneemt. Welke stof is in jouw tekening de vluchtigste component? A of B?
- 6) Gegeven is onderstaande T,x-diagram voor twee stoffen A en B.



Ga na dat in dit geval een enkelvoudige destillatie, of een destillatie met een zeer korte vigreux, al voldoende is het destillaat in een hoog en laagkokende fractie te kunnen scheiden.

Het te scheiden mengsel bevat in het begin 20 mol% aan B. Je gaat door met scheiden tot dat de destillatietemperatuur 100 °C is.

- a) Bepaal de samenstelling die op dat moment (bij $T_{\text{kook}} = 100 \text{ °C}$) in de destillatiekolf aanwezig is.
 - b) Schat af wat de samenstelling van je totale destillaat op dat moment zal zijn in de opvangkolf m.b.v. bovenstaande figuur.
- 7) Geef de wet van Raoult en de wet van Dalton en geef voor elk symbool aan wat het voorstelt.
 - 8) Waarom mag je bij een destillatie nooit doorgaan tot de destillatiekolf vrijwel droog staat?
 - 9) a) Leg in eigen woorden uit wat het doel is van het gebruik van kooksteentjes.
b) Waarom mag je niet zomaar kooksteentjes toevoegen aan de al opgewarmde vloeistoffen in de kolf als je merkt dat je deze vergeten bent?
 - 10) Waarom moet je bij het destilleren de eerste druppels apart opvangen? Hoe worden deze eerste druppels genoemd?
 - 11) Hoe kies je de juiste destillatiekolf (qua grootte in volume)?

Fractionele destillatie

- 1) Leg in eigen woorden uit hoe fractionele destillatie werkt.
- 2) Wat stelt een theoretische schotel voor?
- 3) Wat is de definitie van HETP?
- 4) Wat wordt bedoeld met de term "hold-up" in tabel 8.1?
- 5) Wat is het nadeel van een grote "hold-up" ?
- 6) Wat is de temperatuur van de fractioneringkolom tijdens de destillatie?
- 7) Waarom moet er zeer langzaam worden gedestilleerd?
- 8) Noem drie voorbeelden van kolommen die worden gebruikt voor fractionering.

Azeotropie

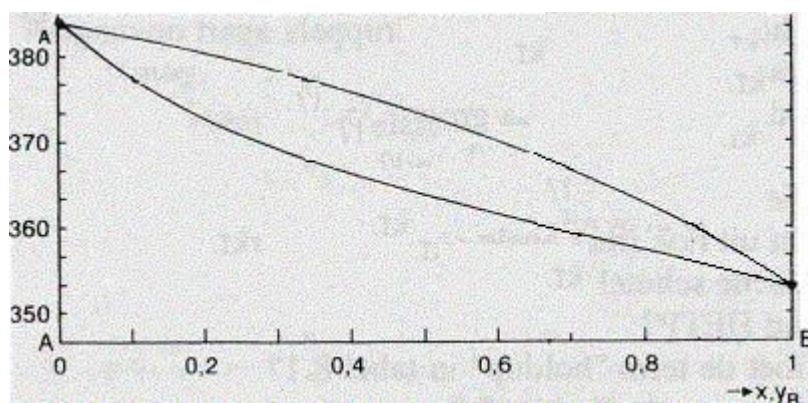
- 1) a) Wanneer treedt een minimum azeotroop op? Leg uit in termen van co- en adhesiekrachten tussen de moleculen.
b) Geef een voorbeeld schets van een minimum azeotroop.
- 2) Wat betekent de term azeotroop?

- 3) Wanneer vertonen twee stoffen A en B een maximum azeotroop?
- 4) Ethanol en toluen vormen een minimum azeotroop (zie voor gegevens tabel 8.2 in de tekst!). Maak met behulp van deze gegevens een schets van een T,x diagram (met x in m%) en beantwoord vervolgens de onderstaande vragen.
- a1) Er wordt met een ethanol/toluen mengsel een enkelvoudige destillatie uitgevoerd. De oorspronkelijke samenstelling van het mengsel is 50% ethanol en 50 m% toluen. Wat is de samenstelling van de laatste ml in de destillatiekolf? Wat is de samenstelling van druppels destillaat die op dat moment de opvangkolf binnenkomen? Wat is de samenstelling van de damp boven de destillatiekolf?
- a2) Zelfde vraag als bij a1 voor mengsel van 75 m% ethanol/25 m% toluen.
- b) Schets het verloop van de temperatuur die de thermometer die in de damp hangt aan geeft als functie van de tijd voor geval a1 en a2. Geef enige uitleg bij je figuur.

Opdrachten

Enkelvoudige destillatie + fractionele destillatie

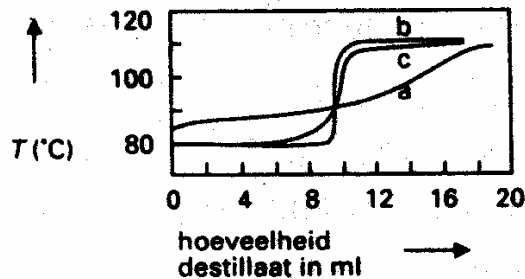
- 1 Gegeven een T,x diagram



A = toluen; B = tetra(chloorkoolstof)

- a) Geef aan in welk gebied alleen vloeistoffen voorkomen.
- b) Idem voor gas.
- c) Geef aan in welk gebied zowel gas als vloeistof voorkomt.
- d) Bewijs met vergelijking (8.2) dat altijd geldt: $x_A + x_B = 1$ (of $y_A + y_B = 1$)
- e) Stel dat er wordt uitgegaan van een mengsel met $x_B = 0.5$ waarvan het T,x diagram hierboven is gegeven:
1. Wat is dan de samenstelling van het 1e druppel destillaat?
 2. Wat is de samenstelling van de laatste opgevangen druppel destillaat (als je tot het einde doorgaat wat je gewoonlijk nooit doet!).
 3. Stel dat alle druppels destillaat van het begin af aan zijn opgevangen in één kolf; wat is dan de samenstelling van het totale destillaat (als weer wordt doorgegaan tot het einde wat je nooit doet).
- f) Stel dat van een grote hoeveelheid uitgangsmengsel met 50 mol % B en 50 mol % A een klein beetje met een enkelvoudige destillatie wordt opgevangen. Deze kleine opgevangen fractie wordt opnieuw enkelvoudig gedestilleerd. Wat is dan de samenstelling van de 1e druppel destillaat die je opvangt?
- 2 Vervallen.
- 3 Waarom is het gevaarlijk om een destillatie uit te voeren in een volledig gesloten apparaat; dus een opstelling met geen opening (bijvoorbeeld via de allonge) naar de buitenlucht?
- 4 Stel dat een zuivere component wordt gedestilleerd (bijvoorbeeld water). Waarom verdampt alle water dan niet ineens wanneer het kookpunt is bereikt?
- 5 Wat is het effect op het kookpunt van een oplossing (bijvoorbeeld water) van de aanwezigheid van een oplosbare maar niet vluchtige substantie? Hoe zal de temperatuur tijdens de destillatie van een suikerwater oplossing veranderen (temperatuur van gas bovenin; temperatuur van oplossing zelf)? Tip: denk aan vergelijking (8.4).
- 6 Dezelfde vraag als bij 9 voor een onoplosbare stof zoals zand of actieve kool.
- 7 Leg in eigen woorden uit wat het belangrijkste verschil en de belangrijkste overeenkomst is tussen sublimatie en destillatie (niet qua opstelling)
- 8 Waarom wordt een betere scheiding van twee vloeistoffen verkregen bij langzame in plaats van snelle destillatie?
- 9 Veronderstel dat je een fractionele destillatie hebt uitgevoerd van twee componenten met een niet zo groot verschil in kookpunt. Stel dat je de ene keer een destillatie uitvoert met een gepakte kolom van 5 cm lengte. Stel dat je de andere keer eenzelfde destillatie uitvoert met eenzelfde soort gepakte kolom maar nu van 10 cm lengte.
- a) Wat verwacht je dan voor voordeel van de 10 cm kolom?
 - b) Welk nadeel verwacht je van de 10 cm kolom?

- 10 Bij fractionele destillatie kan men vloeistof zien teruglopen naar de destillatiekolf. Wat voor nut heeft deze teruglopende vloeistof op de fractionele destillatie?
- 11 Als een industriële fractioneringkolom 40 theoretische schotels heeft en 10 meter hoog is wat is dan de HETP van deze kolom? Denk je dat het een mengsel van cyclohexaan (kookpunt 69 °C) en toluen goed zou kunnen scheiden?
- 12 Wat zou je observeren als gedurende een destillatie de thermometer te hoog is gepositioneerd (zie p. 8.13 voor juiste stand).
- 13 Gegeven zijn onderstaande destillatiecurve a, b en c



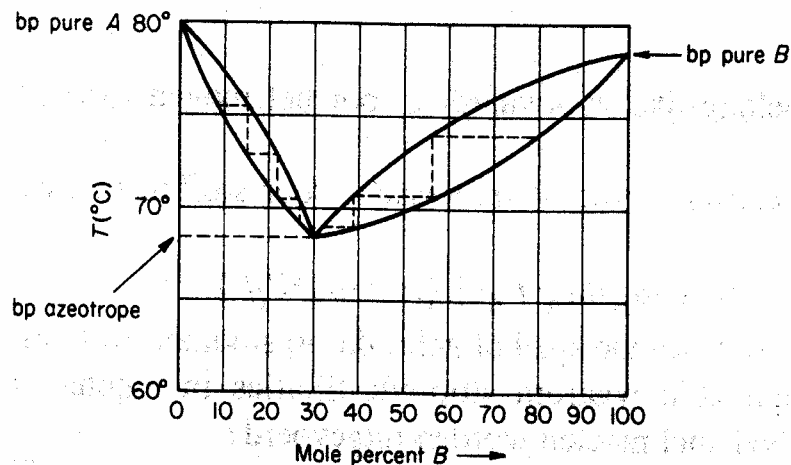
Geef aan welke lijn bij welk nummer hoort:

- 1) Scheiden van stof A en B met een fractionele destillatie (12 schotels, 10% debiet wordt bovenin de kolom teruggevoerd als reflux).
- 2) Enkelvoudige destillatie van A en B.
- 3) Scheiden van stof A en B met een fractionele destillatie (geen reflux).

Azeotropie opdrachten

Opgave 1

Gegeven onderstaand T,x-diagram



- a) Wat voor azeotropie vertoont dit mengsel?
 - b) Wat geldt er voor de interactiekrachten tussen A-B moleculen t.o.v. de A-A en B-B moleculen onderling?
 - c) Een mengsel bestaande uit 80 mol% B wordt fractioneel gedestilleerd. Wat is de samenstelling van de 1e druppel destillaat:
 - 1: bij een enkelvoudige destillatie
 - 2: bij een fractionele destillatie met in de kolom slechts 1 schotel
 - 3: bij een fractionele destillatie met een kolom met 2 schotels
 - 4: bij een fractionele destillatie met een kolom met 10 schotels
 - 5: bij een fractionele destillatie met een kolom met 100 schotels
 - d) Een mengsel bestaande uit 15 mol% B wordt fractioneel gedestilleerd. Wat is de samenstelling van de 1e druppel destillaat
 - 1) bij een enkelvoudige destillatie
 - 2) bij een fractionele destillatie met in de kolom slechts. I schotel.
 - 3) bij een fractionele destillatie met een kolom met 10 schotels
 - 4) bij een fractionele destillatie met een kolom met 100 schotels.
 - e) Teken het temperatuursverloop als functie van het aantal mol opgevangen destillaat voor geval c5 en d4 indien in beide gevallen wordt uitgegaan van 100 mol destillaat.
- 2 Sommige mengsels vertonen een maximumazeotroop. Het kookpunt van aceton en chloroform is 56.5 en 61.2 °C respectievelijk. Een 1:4 mengsel van deze stoffen heeft een constant kookpunt bij 64.7 °C.
- a) Maak een schets van het fasendiagram, ga uit van bovenstaande gegevens.
 - b) Stel dat fractionele destillatie wordt uitgevoerd aan een 1:1 mengsel van deze stoffen. Wat is dan het kookpunt en de samenstelling van de eerste én de laatste druppels destillaat?