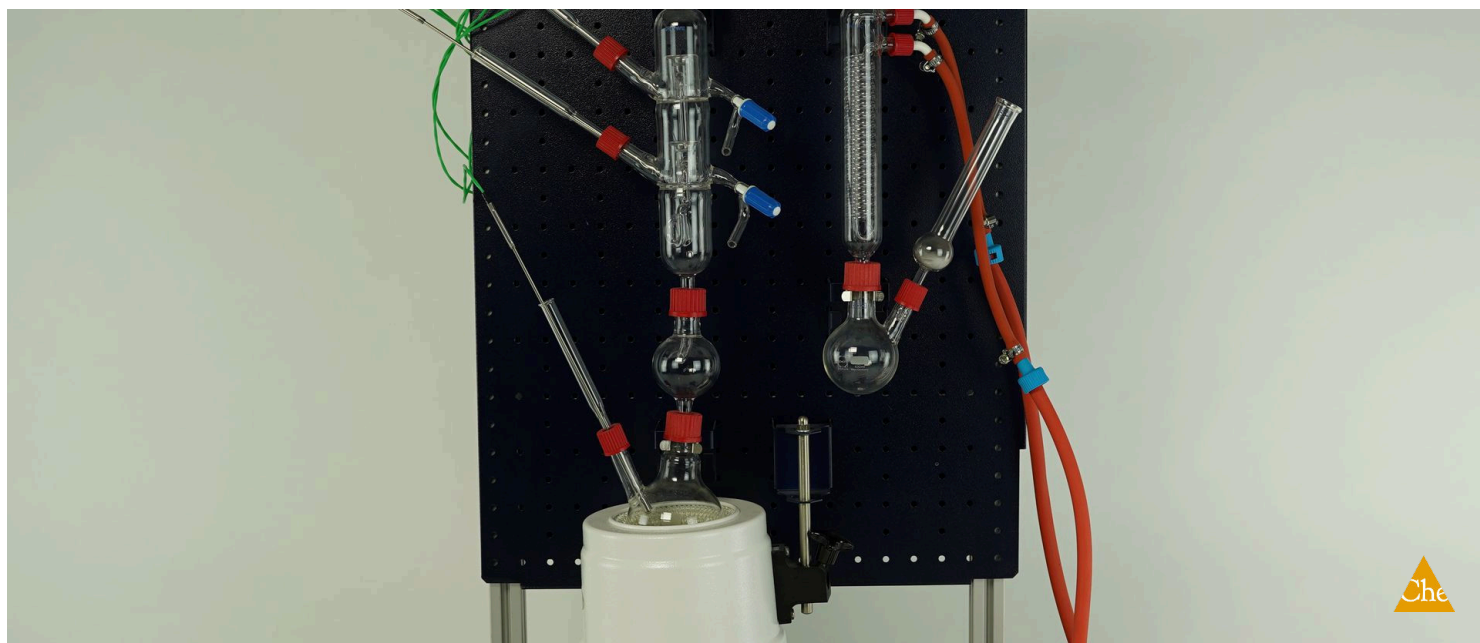


Modellversuch zur fraktionierten Erdöldestillation



Chemie

Industrielle Chemie

Petrochemie



Schwierigkeitsgrad

mittel



Gruppengröße

1



Vorbereitungszeit

10 Minuten



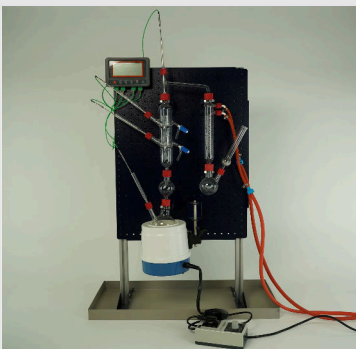
Durchführungszeit

30 Minuten



Lehrerinformationen

Anwendung



Versuchsaufbau

Natürliches Erdöl weist in seiner Zusammensetzung je nach Herkunftsort starke Unterschiede auf. Der ohnehin schon geringe Gehalt an niedrigsiedenden Kohlenwasserstoffen nimmt während Transport und Lagerung im Allgemeinen noch weiter ab (durch Verdunstung). In Raffinerien wird das Erdöl daher vor der Destillation noch einer Umwandlung (zum Beispiel dem Cracken) unterzogen, bei dem langkettige und hochsiedende Bestandteile zum Teil in niedrig- und mittel-siedende Kohlenwasserstoffe gespalten werden.

Für Demonstrationsversuche eignet sich Rohöl daher meist nicht. Es kann beim Erhitzen stark aufschäumen (der Aufsatz nach Stutzer dient hier als Schaumbremser) und liefert zu wenig niedrig-siedende Bestandteile. Stattdessen nimmt man besser ein „Modell-Erdöl“.

Sonstige Lehrerinformationen (1/3)

PHYWE
excellence in science

Vorwissen



Den Schüler sollten die verwendeten Alkane und ihre Summenformeln bekannt sein. Die verwendeten Laborgeräte sollen vor dem Versuch erklärt werden, um die Gefahren bei der Durchführung zu minimieren.

Prinzip



Aufgrund der unterschiedlichen Kettenlänge der Alkane, weisen diese auch unterschiedliche Siedepunkte auf. Beim Erhitzen verdampfen nach und nach alle Bestandteile des Stoffgemisches und gelangen in die Glockenbodednkolonne. In den Glockenböden sammeln sich die einzelnen Fraktionen nach Siedetemperatur sortiert.

Sonstige Lehrerinformationen (2/3)

PHYWE
excellence in science

Lernziel



Die Siedepunkte der Alkane steigt mit der Kettenlänge. Durch diesen Effekt lassen sich die Erdölkomponenten trennen.

Im unteren Glockenboden sammeln sich die am schwersten siedenden und im oberen die am leichtesten siedenden Bestandteile.

Schritte



1. Das "Modell-Erdöl" wird solange erhitzt bis es verdampft und in die Glockenbodenkolonne gelangt.
2. Nach dem Verdampfen warten man solange ab, bis die Alkane wieder kondensiert sind.
3. Während des gesamten Vorgangs werden die Temperaturen gemessen.

Sonstige Lehrerinformationen (3/3)

PHYWE
excellence in science

Varianten

1. Um die Trennleistung der beiden Böden zu verbessern kann der Versuch zu einem Aufbau mit totalem Rückfluss variiert werden. Die Anleitung hierzu befindet sich im hinteren Teil der Versuchsanleitung.
2. Der Versuch kann auch mit Laborthermometern anstatt des digitalen Messgeräts durchgeführt werden. Hierbei werden das Messgerät und die Temperaturfühler nicht benötigt, zusätzlich sind aber analoge Thermometer erforderlich.

| | | |
|---|---------------|------------|
| Laborthermometer, -10...+150°C, l=240mm, Tauchschaft 50mm | 38058-4 00 | 4 Stück |
|---|---------------|------------|

Sicherheitshinweise



- Die Dämpfe sind schwerer als Luft und bilden mit Luft explosionsfähige Gemische.
- Bei elektrostatischen Aufladungen besteht die Gefahr einer Entzündung.
- Dämpfe nicht einatmen. Berührungen mit den Augen und der Haut vermeiden.
- Bei der Versuchsdurchführung sollen geeignete Schutzkleidung und Schutzbrille getragen werden.
- Für H- und P-Sätze bitte das Sicherheitsdatenblatt der jeweiligen Chemikalie hinzuziehen!

Theorie



Kraftstoffe werden aus Rohöl gewonnen

Das Erdöl, immer noch eine der wichtigsten Rohstoffe der Welt, liegt als Gemisch u.a. vieler Kohlenwasserstoff vor. Da das Rohöl ein Gemisch von Stoffen mit unterschiedlichen Siedetemperaturen ist, lassen sich einzelne Stoffe mit verschiedenen Siedebereiche in Fraktionen destillativ abtrennen. In diesem Versuch wird modellhaft "Erdöl" destilliert. Dazu wird das Gemisch soweit erhitzt, so dass die einzelnen Bestandteile verdampfen. Diese dämpfe gelangen so in die Glockenbodenkolonne.

In diesen Glockenböden sammeln sich die Dämpfe bzw. Destillate der einzelnen Fraktionen. Die Glockenbodenkolonne "arbeitet" dabei nach dem Prinzip des Gegenstroms. Da Rohöl beim Erhitzen stark aufschäumen kann, wird in diesem Fall ein „Modell-Erdöl“ verwendet.

Material

| Position | Material | Art.-Nr. | Menge |
|----------|--|--------------|-------|
| 1 | Rahmen für Komplettversuche | 45500-00 | 2 |
| 2 | Rückwand für Komplettversuche | 45501-00 | 1 |
| 3 | Regalboden mit Aufhängung | 45505-00 | 1 |
| 4 | Platte für Komplettversuche | 45510-00 | 1 |
| 5 | Klemmhalter, d = 18...25 mm | 45520-00 | 4 |
| 6 | Halter für Geräte, variabel | 45526-00 | 1 |
| 7 | Befestigungsband, universal,100 Stück | 45535-00 | 1 |
| 8 | Federstecker, 50 Stück | 45530-00 | 1 |
| 9 | Sicherheitsexperimentierwanne | 39181-00 | 1 |
| 10 | Schraubzwinge | 02014-00 | 2 |
| 11 | Mantel-Thermoelement, NiCr-Ni, Typ K, -40°C bis 1000°C | 13615-06 | 4 |
| 12 | Schutzhülse für Temperaturfühler, l = 250 mm, 2 Stück | 11762-05 | 2 |
| 13 | Temperaturmessgerät 4-2 | 13618-00 | 1 |
| 14 | Rundkolben, Boro, 2-Hals, 100 ml, GL 25/12, GL 18/8 | MAU-27100002 | 1 |
| 15 | Rundkolben, Duran®, 250 ml, 2-Hals, GL 25/12, GL 18/8 | 35843-15 | 1 |
| 16 | Aufsatz nach Stutzer, Boro, GL 25/12 | MAU-27226500 | 1 |
| 17 | Glockenbodenkolonne -Modell- mit 2 Böden, Borosilikat | 35914-15 | 1 |
| 18 | Destillierbrücke, Borosilikat, GL 18/8 | 35902-15 | 1 |
| 19 | Dimroth-Kühler, Boro, GL 25/12 | MAU-27223500 | 1 |
| 20 | Trockenrohr, Duran®, gerade, 200 mm, SB 19 | 36941-00 | 1 |
| 21 | Gummischlauch, Innen-d = 6 mm, lfd. m | 39282-00 | 4 |
| 22 | Schlauchselle für d = 8-16 mm, 1 Stück | 40996-02 | 6 |
| 23 | Schlauchselle für d = 12-20 mm, 1 Stück | 40995-00 | 1 |
| 24 | Schlauchkupplung, d = 8 mm, 1 Stück | 47521-00 | 2 |
| 25 | Gehäuseheizhaube für 250-ml-Rundkolben mit Personenschutz- schalter, 230 V | 49542-93 | 1 |
| 26 | Stativklemme für Gehäuseheizhauben | 49557-01 | 1 |
| 27 | Leistungssteller, 230 Volt, max. 2990 Watt | 32288-93 | 1 |
| 28 | Erlenmeyerkolben, Duran®, Enghals, 50 ml | 36117-00 | 2 |
| 29 | Messzylinder, Boro, hohe Form, 100 ml | 36629-00 | 1 |
| 30 | Trichter, Laborglas, Oben-d = 80 mm | 34459-00 | 1 |
| 31 | Pipette mit Gummikappe, l = 100 mm | 64701-00 | 1 |
| 32 | Abdampfschale, 75 ml, Oben-d = 80 mm | 32516-00 | 3 |
| 33 | Pinzette, l = 200 mm, gerade, stumpf | 40955-00 | 1 |
| 34 | Glaswolle 10 g | 31773-03 | 1 |
| 35 | Aktivkohle, gekörnt, 500 g | 30011-50 | 1 |
| 36 | Siedesteinchen, 200 g | 36937-20 | 1 |
| 37 | n-Pentan, 250 ml | 31707-25 | 1 |
| 38 | n-Hexan, 250 ml | 31369-25 | 1 |
| 39 | n-Heptan, 250 ml | 31366-25 | 1 |
| 40 | Universal Netzteil 300mA 3V/ 4,5V/ 5V/ 6V/ 7,5V/ 9V/ 12V, inkl. 9 Adapterstecker | 11078-99 | 1 |



Aufbau und Durchführung

Aufbau (regulär)

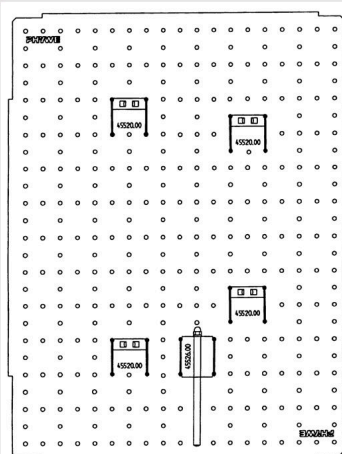


Abb. 1 Steckschema für die Halter

Die Halter werden an der Platte für Komplettversuche aufgesetzt (Abb. 1) und mit den Federsteckern auf der Rückseite der Platte gesichert.

Die Apparatur wird anschließend wie in Abb. 2 gezeigt aufgebaut und an der Halterung befestigt. Das Trockenrohr am Vorlagekolben wird mit Aktivkohle gefüllt, wobei an den Enden je ein Bausch aus Quarzglaswolle dafür sorgt, dass keine Aktivkohle herausfallen kann.

Die Aktivkohle sorgt während des Experimentes dafür, dass eine Geruchsbelästigung und die Exposition des Lehrers und der Schüler durch das Erdöl vermieden wird.

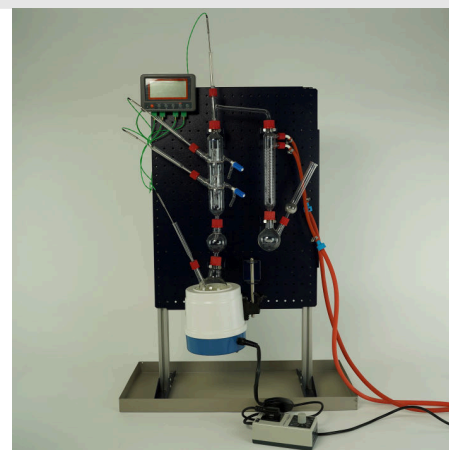


Abb. 2 Vollständiger Versuchsaufbau ohne Modellöl

Durchführung (1/2)

PHYWE
excellence in science

Der 250 mL-Rundkolben wird zu etwa zwei Dritteln mit einer Mischung aus n-Pentan, n-Hexan und n-Heptan (1:1:1; „Modell-Erdöl“) gefüllt und einige Siedesteinchen werden zugegeben. An der Heizhaube wird die maximale Heizleistung eingestellt und am Leistungssteller solange die größte Stufe (10) gewählt, bis erste Blasen in der Flüssigkeit den Siedebeginn anzeigen.

Nachfolgend wird der Regler auf Stufe 9 gestellt. Mit abnehmender Flüssigkeitsmenge im Rundkolben sollte die Leistung etwas nach unten geregelt werden. Die Temperatur wird über die ganze Zeit hinweg verfolgt und in geeigneten Zeitabständen notiert. Im Idealfall wird die Temperatur digital mit Hilfe der Datalogging-Funktion des Messgeräts erfasst.

Durchführung (2/2)

Sobald genügend Destillat in der Vorlage kondensiert ist – beide Böden sollten gesättigt sein, kann man alle drei Fraktionen gaschromatographisch untersuchen und/oder entzünden.

Zur Brennprobe füllt man kleine Mengen der Fraktionen in passende Porzellanschalen und entzündet diese (Vorsicht!). Die Topfraktion brennt nahezu rußfrei, während die beiden anderen Fraktionen aus der Kolonne deutlich zur Rußbildung neigen.

Die einzelnen Fraktionen können weiterführend mit einem Gaschromatographen analysiert werden.



Protokoll

Aufbau (totaler Rückfluss)

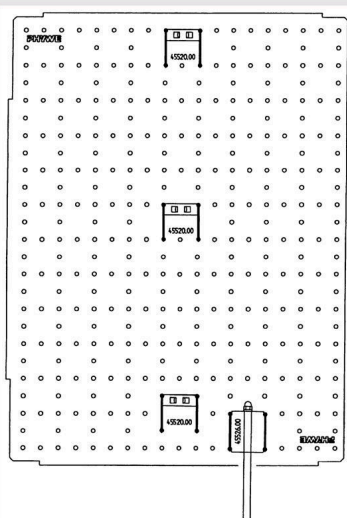


Abb. 3 Steckschema für die Halter

Versuchsvariante: Bei erwünschtem totalen Rückfluss

Die Halter werden nach Abb. 3 angebracht, die Apparatur an den Haltern befestigt. Der 250 mL-Rundkolben wird wie regulären Versuchsteil befüllt und beheizt (siehe auch Durchführung für den regulären Versuchsteil). Hierfür werden keine zusätzlichen Materialien benötigt, dafür entfallen:

| | | |
|--|--------------|---|
| Klemmhalter, d = 18...25 mm | 45520-00 | 1 |
| Mantel-Thermoelement, NiCr-Ni, Typ K, -40°C bis 1000°C | 13615-06 | 1 |
| Rundkolben, Duran®, 100 ml, 2-Hals, GL 25/12, GL 18/8 | 35842-15 | 1 |
| Destillierbrücke, Borosilikat, GL 18/8 | 35902-15 | 1 |
| Aufsatz nach Stutzer, Boro, GL 25/12 | MAU-27226500 | 1 |
| Trockenrohr. Duran®. gerade. | 36941-00 | 1 |

Durchführung (totaler Rückfluss)

Der 250 mL-Rundkolben wird wie regulären Versuchsteil befüllt und beheizt (siehe auch Durchführung). Die Versuchsdurchführung entspricht im Wesentlichen die des regulären Aufbaus. In dieser Variante ist eine Nachregulierung jedoch nicht nötig. Die Temperatur wird über die ganze Zeit hinweg verfolgt und in geeigneten Zeitabständen notiert oder mit dem Datalogger aufgezeichnet.

Nach etwa 10 Minuten beginnt das Modellöl zu sieden. Kurze Zeit später kondensiert die erste Flüssigkeit im unteren Kolonnenboden. Nach etwa 20 Minuten ist auch im oberen Boden Kondensat. Nach weiteren 10 Minuten hat sich ein Gleichgewicht eingestellt. Im Kolben wird dabei eine Temperatur von etwa 62°C gemessen. Im unteren Boden sind etwa 41°C und im oberen Boden etwa 37°C messbar. Bei hohen Anfangstemperaturen (Regler durchgehend auf 10) sind anfänglich größere Temperaturunterschiede zwischen den Böden festzustellen (bis zu 10°C), die sich nach längerer Wartezeit wieder relativieren. Mit der Destillation ohne Entnahme kann die Auftrennfähigkeit der Glockenbodenkolonne bestimmt werden (Bodenzahl).