

Determinazione di un diagramma di fase liquido-vapore per un sistema formante un azeotropo

November 9, 2017

1 Parte sperimentale

- a) Montare l'apparecchiatura costituita da un pallone a 3 colli, un termometro con sensibilità 0.1 °C ed una testa di distillazione.
- b) Riempire il pallone con CCl_4 puro finché il termometro pesca nel liquido per almeno 1 cm.
- c) Aggiungere qualche spatolata di boiling chips. Mettere a scaldare e registrare la temperatura di ebollizione.
- d) Aggiungere qualche mL di MeOH ed attendere che il sistema raggiunga l'ebollizione e che la temperatura si stabilizzi, per essere certi di trovarsi all'equilibrio.
- e) Dopo avere registrato la temperatura di ebollizione della miscela, prelevare circa 1 mL di distillato ed altrettanto di residuo avendo cura di metterli in provette munite di tappo a tenuta e preventivamente raffreddate in ghiaccio, per minimizzare la perdita della soluzione per evaporazione.
- f) Ripetere per 8-10 volte i punti d) e e).
- g) Quando la composizione della miscela è vicina a quella azeotropica ($t_b \sim 56$ °C) conviene eliminare la soluzione, svinare il pallone ed aggiungervi del MeOH con le stesse modalità del punto d).
- h) Aggiungere qualche mL di CCl_4 ed agire come ai punti e) ed f).

La composizione delle miscele ottenute può essere ricavata dalla misura del loro indice di rifrazione previa costruzione di una curva di calibrazione per la cui costruzione si adoperano 9 soluzioni del volume di 50 mL ciascuna, come descritto in Tabella 1:

La frazione molare x_{CCl_4} può essere calcolata con la seguente relazione:

$$x_{\text{CCl}_4} = \frac{V_{\text{CCl}_4} \times 10.36}{V_{\text{CCl}_4} \times 10.36 + (50 - V_{\text{CCl}_4}) \times 24.65} \quad (1)$$

Alle soluzioni riportate in Tabella 1 vanno aggiunti i dati relativi ai due componenti puri dei quali vengono riportati alcuni valori caratteristici in Tabella 2:

Table 1: Soluzioni da usare per la costruzione della curva di calibrazione

	mL CCl ₄	x_{CCl_4}	n
1	10.5	0.1	
2	18.2	0.199	
3	25.2	0.299	
4	30.6	0.399	
5	35.4	0.507	
6	39.0	0.598	
7	42.4	0.701	
8	45.3	0.802	
9	47.8	0.901	

Table 2: Proprieta' fisiche di CCl₄ e CH₃OH

	MW	t_b (°C)	ρ (g/mL)	n
CH ₃ OH	32.04	64.6	0.792	1.329
CCl ₄	153.82	76.6	1.594	1.460

Per interpolazione grafica del valore dell' indice di rifrazione delle miscele ottenute dalla distillazione sulla curva di calibrazione si ottiene la composizione delle miscele.

Per valutare l' esistenza e la composizione dell' azeotropo fare i grafici seguenti:

- temperatura di ebollizione in funzione delle composizioni della fase liquida e di quella vapore.
- composizione della fase vapore in funzione di quella liquida (y_A contro x_A , diagramma di McCabe e Thiele)

I valori della composizione azeotropica riportati in letteratura sono: $T_b = 328.85K$, $x_{CCl_4} = 0.4453$.