

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

December 17, 2018

## 1 Parte sperimentale

- a) Montare l'apparecchiatura costituita da un pallone a 3 colli, un termometro con sensibilità di 0.1 °C ed una testa di distillazione.
- b) Riempire il pallone con  $\text{CCl}_4$  puro finchè 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  $\text{CCl}_4$  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  $x_{\text{CCl}_4}$  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

Sol.	$V_{CCl_4}$ (mL)	$x_{CCl_4}$	$n$
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: Proprietà fisiche di  $CCl_4$  e  $CH_3OH$

	MW	$t_b$ ( $^{\circ}C$ )	$\rho$ (g/mL)	$n$
$CH_3OH$	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:  $T_b = 328.85K$ ,  $x_{CCl_4} = 0.4453$ .

## 2 Consigli utili

- preparare l'apparecchiatura prima di iniziare il laboratorio. Accendere il termostato per la misura dell'indice di rifrazione mezz'ora prima di iniziare l'esperienza.
- ricoprire la vetreria e la testa di distillazione con cotone e fogli di alluminio per migliorare l'isolamento termico.
- aggiungere un volume di  $CCl_4$  o  $MeOH$  tale che il termometro peschi nella soluzione per 1–1.5 cm.

- non riscaldare la miscela troppo velocemente. Chiudere le aperture laterali della cappa ed assicurarsi di avere un flusso moderato di acqua nel condensatore.
- per la costruzione di un buon grafico effettuare  $\sim 10$  misure a destra del punto azeotropico (partendo quindi da  $\text{CCl}_4$  puro). I primi 2-3 punti possono essere intervallati di  $2\text{-}3^\circ\text{C}$ . Per i punti successivi il  $\Delta T_b$  sarà inferiore al grado (anche  $0.5^\circ\text{C}$  in prossimità del punto azeotropico). Effettuare quindi aggiunte di MeOH piccole e controllate dal momento che la temperatura scende molto velocemente. Per la costruzione della parte sinistra del grafico (partendo quindi da MeOH puro) bastano invece 5-6 punti ( $\Delta T$  di  $2\text{-}3^\circ\text{C}$  per aggiunta).
- lavorare con precisione facendo piccole aggiunte e lasciando stabilizzare la temperatura della miscela.
- prelevare *poche gocce* di liquido e condensato per la misura dell'indice di rifrazione.
- le soluzioni per la costruzione della curva di calibrazione vanno mescolate bene prima della misura.