

► Test destillatiekolom ◀

Thema	Onderzoek naar de bediening van een destillatiekolom					
Werken aan competenties	<p>Je bent <i>procesoperator in opleiding</i> bij een bedrijf dat <i>bioethanol</i> maakt uit verschillende grondstoffen. Als onderdeel van je opleiding ga je kennis verzamelen over de productie van ethanol uit verschillende grondstoffen. Een van de processtappen is het <i>destilleren</i>. In het laboratorium staan 2 gelijkwaardige <i>destillatiekolommen</i>. Daarvan is niet bekend bij welke temperatuur je moet stoppen met destilleren en dat moet je wel weten. Als je te lang doorgaat komt er te veel water mee in het eindproduct. Dit onderzoek geeft je de juiste informatie. En je doet meteen ervaring op met de bediening en de doorlooptijd van de installatie.</p> <p>Je wordt beoordeeld op de volgende rubrieken:</p> <ul style="list-style-type: none"> ► Technische vaardigheden ► Exact ► Kwaliteit en zorgvuldigheid ► Verantwoordelijkheid ► Zelfstandigheid 					
Taak	Volgens richtlijnen uitvoeren van een destillatietest van een bekende water-ethanol oplossing. Uit de meetgegevens concluderen bij welke temperatuur de destillatie van water-ethanol oplossingen moet worden gestopt.					
Resultaat	<ul style="list-style-type: none"> <input type="checkbox"/> Volledig uitgevoerde voorbereiding <input type="checkbox"/> Volledig uitgevoerde test <input type="checkbox"/> Schoon opgeleverde werkplek <input type="checkbox"/> Schoon opgeleverde apparatuur en materialen <input type="checkbox"/> Veilig opgeborgen chemicaliën <input type="checkbox"/> Meetrapport 					
Oplevering	Jij bepaalt wanneer je deze taak gaat vervullen. Met de praktijkbegeleider spreek je de voorbereiding eerst door. De taak neemt 2 dagen in beslag.	<table border="1"> <tr> <td>Startdatum:</td> </tr> <tr> <td> </td> </tr> <tr> <td>Einddatum:</td> </tr> <tr> <td> </td> </tr> </table>	Startdatum:		Einddatum:	
Startdatum:						
Einddatum:						

Portfolio

In je portfolio komt het door de praktijkbegeleider geaccordeerde meetrapport, bestaande uit:

- Doelstelling
- Proefbeschrijving
- Metingen
- Verduidelijkende foto's
- Volledig uitgerekende resultaten
- Conclusie

► Voorbereiding ◀

1

De aanpak van dit practicum

In dit practicum leer je hoe je een water-ethanol mengsel scheidt met destillatie. Doorloop de volgende stappen (vink gedane stappen af):

- Lees de practicum handleiding goed door en bestudeer de Excel worksheet “analyse test destillatie”
- Maak een meetrapport document aan
- Schrijf in het meetrapport jouw doelstellingen
- Schrijf in het meetrapport in je eigen woorden de proefbeschrijving
 - veiligheid
 - werkwijze
 - benodigdheden
- Kijk goed na wat je moet meten en maak tabellen voor je meetgegevens

Bespreek je werk met de practicumbegeleider.

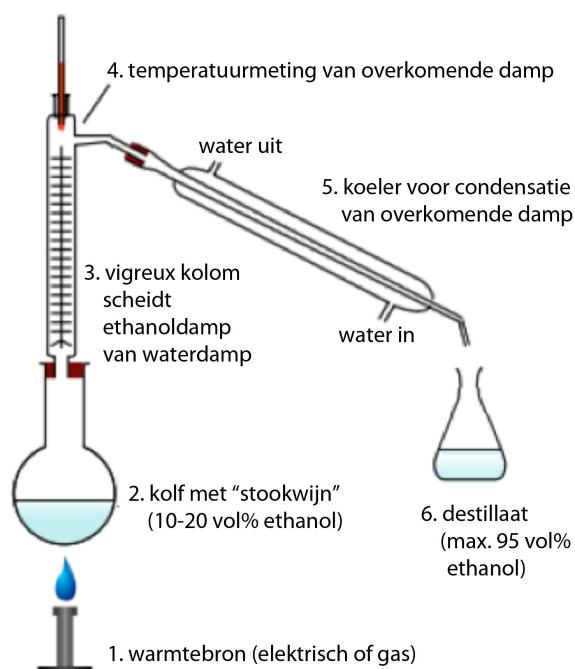
Als je een GO hebt gekregen ga je verder met de uitvoering.

2

Informatie over destilleren

Met destillatie kun je stoffen met verschillend *kookpunt* van elkaar scheiden. Het kookpunt van water is 100 °C en dat van ethanol is 78,4 °C.

Omdat dit verschil niet zo groot is wordt een *vigreux* kolom gebruikt. Dit is een glazen buis met binnenwaartse uitsteeksels. Hierop *condenseert* water het eerst. Naar boven toe in de kolom neemt het aandeel ethanol in de damp toe. Met destillatie krijg je een *destillaat* met maximaal 95% ethanol. Hoger is niet mogelijk omdat ethanol en water bij 95% een mengsel vormen met een kookpunt van 78,1 °C, dat lager is dan dat van zuivere ethanol. Zo'n mengsel wordt *azeotroop* genoemd. Ethanol 95% is geschikt als brandstof in haarden en lampen. Voor verbrandingsmotoren moet het gehalte 99,5% zijn. Om dat te bereiken is een andere scheidingsmethode dan destillatie nodig.



3

Informatie over berekenen van ethanol vol%

Meting van de dichtheid met een maatcilinder

De dichtheid van een vloeistof kun je bepalen door massa en volume van die vloeistof te meten met een maatcilinder en op elkaar te delen:

$$\text{dichtheid} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{volume (mL)}}$$

Internet calculator

Het ethanol gehalte van een water-ethanol oplossing bereken je uit de dichtheid van de oplossing. Daarvoor is op internet een calculator beschikbaar:

<http://www.sugartech.co.za/alcohol/strength.php>

Input Data

Temperature °C
Density kg/m³

OR

Strength %

vul bij "Temperature" in: 20

vul bij "Density" in: de dichtheid van je water-ethanol oplossing

(let op, de eenheid is kg/m³, bijv. water heeft een dichtheid van ca. 1000 kg/m³)

klik op "Go" en je krijgt een nieuw scherm:

RESULTS	
Temperature	20 °C
Density	824.0kg/m ³
Strength [v/v]	91.5%
Strength [m/m]	87.7%

strength [v/v] is het volume percentage (vol%)

strength [m/m] is het massa percentage (massa%)

Als de internet calculator dienst weigert, gebruik dan de ethanol calculator van Heliconwijs – Toegepaste scheikunde.

4

Informatie over Excel worksheet “analyse test destillatie”

Op Heliconwijs – Green Engineering – StaZet vind je de Excel worksheet “analyse test destillatie”.

Deze worksheet bevat een tabel waarin je de metingen van de destillatie kunt invoeren. De metingen worden door de worksheet automatisch verrekend en in 3 grafieken verwerkt.

De worksheet bevat ook dit volledig ingevulde voorbeeld.

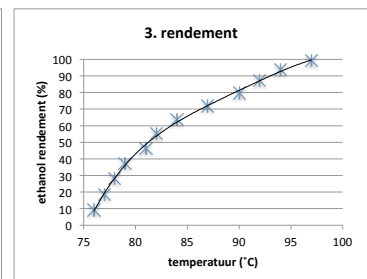
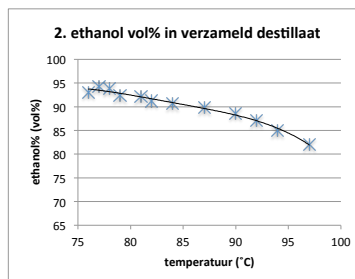
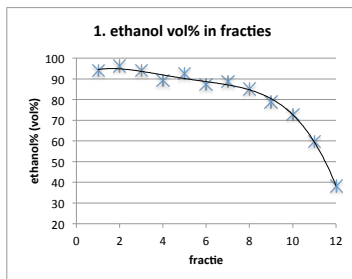
Analyse test destillatie van 500 mL ethanol 20%

In de blanco velden vul je de testgegevens in. De berekeningen en grafieken worden automatisch verwerkt.

naam	Paul Feenstra Kuiper
datum	6 september 2012
kolom	60 cm

ethanol in mengsel (mL)	98
massa maatcilinder 1 (g)	47.9
massa maatcilinder 2 (g)	47.1

fractie volgnr.	temp (°C)	volume (mL)	massa bruto (g)	berekeningen fracties			berekeningen verzameld destillaat				
				massa netto (g)	dichtheid (g/mL)	ethanol% (vol%)	volume (mL)	massa netto (g)	dichtheid (g/mL)	ethanol% (vol%)	rendement (%)
1	76	9.7	55.8	7.9	0.81	94	9.7	7.9	0.81	93	9
2	77	9.8	55.0	7.9	0.81	96	19.5	15.8	0.81	94	19
3	78	9.7	55.8	7.9	0.81	94	29.2	23.7	0.81	94	28
4	79	10.1	55.5	8.4	0.83	89	39.3	32.1	0.82	92	37
5	81	10.0	56.1	8.2	0.82	92	49.3	40.3	0.82	92	46
6	82	9.9	55.4	8.3	0.84	87	59.2	48.6	0.82	91	55
7	84	9.6	55.9	8.0	0.83	89	68.8	56.6	0.82	91	64
8	87	9.7	55.3	8.2	0.85	85	78.5	64.8	0.83	90	72
9	90	9.6	56.2	8.3	0.86	79	88.1	73.1	0.83	89	80
10	92	10.1	56.0	8.9	0.88	73	98.2	82.0	0.84	87	87
11	94	10.2	57.2	9.3	0.91	60	108.4	91.3	0.84	85	94
12	97	10.0	56.6	9.5	0.95	38	118.4	100.8	0.85	82	99



De linkse grafiek laat zien dat het ethanol gehalte in het destillaat tijdens het destilleren in het begin langzaam afneemt en plotseling heel snel: de ethanol in de destillatiekolf raakt op.

De middelste grafiek toont het verband tussen de destillatietemperatuur en het ethanol gehalte in het destillatie. Bijv. als je met de 60 cm kolom een destillaat met 85 vol% ethanol wilt produceren, dan moet je de temperatuur niet hoger laten worden dan 95 °C.

In de rechtse grafiek zie je hoeveel ethanol er uit de oplossing is gedestilleerd. Bijv. bij 95 °C is 94% van de ethanol uit de oplossing gedestilleerd.

5

Informatie over berekening van destillatie rendement

De berekening van het rendement van de uit te voeren destillaties doe je met de volgende formules. Let op, je moet m.b.v. de berekende vol% het aantal mL zuivere ethanol berekenen!

$$\text{rendement destillatie} = \frac{\text{ethanol in destillaat (mL)}}{\text{ethanol in 20\% oplossing (mL)}} \times 100\%$$

$$\text{rendement herdestillatie} = \frac{\text{ethanol in herdestillaat (mL)}}{\text{ethanol in destillaat (mL)}} \times 100\%$$

$$\text{rendement integrale destillatie} = \frac{\text{ethanol in herdestillaat (mL)}}{\text{ethanol in 20\% oplossing (mL)}} \times 100\%$$

6

Onderzoek opdrachten

1. Onderzoek op Heliconwijs de veiligheidskaart voor ethanol en beschrijf in je eigen woorden de aanwijzingen voor jouw persoonlijke veiligheid in het scheikunde lokaal:
 - is de stof brandgevaarlijk en wat te doen bij brand
 - wat te doen bij inademing
 - wat te doen bij contact met de huid
 - wat te doen bij contact met de ogen
 - wat te doen bij inslikkenNeem de veiligheid aanwijzingen op in je proefbeschrijving.
2. Wat is "kookpunt" (bron: bijv. wikipedia) ?
3. Wat is "kookvertraging" en hoe voorkom je dat (bron: bijv. wikipedia) ?
4. Wat is de dichtheid van zuivere ethanol (bron: bijv. wikipedia) ?

► Uitvoering ◀

7

Maken van ethanol 20% oplossing

Benodigheden

- maatcilinder 500 mL
- maatcilinder 100 mL
- bekeerglas 1000 mL
- bio-ethanol >95%

Handelingen

- meet massa en volume van ongeveer 100 mL bio-ethanol
- bereken de dichtheid en het ethanol vol%
- bereken vanuit het vol% het aantal mL zuivere ethanol
- giet de bio-ethanol in de grote maatcilinder en vul met kraanwater aan tot een volume van ongeveer 500 mL
- meet massa en volume van de 20% oplossing
- bereken de dichtheid en het ethanol vol% van de oplossing

Benodigdheden

- je ethanol 20% oplossing
- 60 cm destillatiekolom in de zuurkast
- multimeter
- rondbodemkolf 1000 mL
- aluminiumfolie
- kooksteentjes
- 2 maatcilinders 10 mL
- markeerstift
- weegschaal
- 2 bekeerglazen 150 mL
- maatcilinder 100 mL
- laptop met Excel worksheet “Analyse test destillatie”

Handelingen

- Vraag aan de begeleider uitleg over de destillatiekolom
- Schakel van de zuurkast de afzuiging en het licht aan
- Sluit het thermokoppel van de destillatiekolom aan op de multimeter
- Zet het koelwater aan op een rustige doorloopsnelheid (ongeveer 1 L/min)
- Giet de ethanol 20% oplossing in de rondbodemkolf
- Voeg aan de oplossing een theelepel kooksteentjes toe
- Bevestig de kolf met een glasklem aan de destillatiekolom
- Schuif de elektrische verwarmers omhoog zodat hij goed aansluit met de rondbodemkolf en draai de bout op de statiefklem vast
- Pak het zichtbare deel van de kolf in met aluminiumfolie
- Meet tijdsduur van opwarmen en van destilleren
- Zet de bovenste verwarmers aan op vol vermogen
- Download van Heliconwijs – Green Engineering – StaZet de Excel worksheet “Analyse test destillatie” en open de worksheet
- Markeer de 2 maatcilinders 10 mL met “1” en “2”
- Meet en noteer van de 2 maatcilinders de massa in de Excel worksheet
- Plaats maatcilinder “1” onder de uitlaat van de destillatiekolom
- Vang het *destillaat* op in 12 *fracties* van bijna 10 mL en noteer in de Excel worksheet voor iedere fractie:
 - de temperatuur (°C)
 - het volume van het destillaat (1 decimaal nauwkeurig)
 - de massa van maatcilinder met destillaat (1 decimaal nauwkeurig)
- Giet iedere fractie na meting in één bekeerglas 150 mL (verzameld destillaat, dat je later gaat her-destilleren)
- Plaats na de 12^e fractie een leeg bekeerglas onder de uitlaat, zet de verwarmers uit en omlaag en draai de koelwaterkraan dicht
- Ruim alles op wat je niet nodig hebt voor het her-destilleren

Het doel van her-destilleren is om een hoger vol% ethanol te bereiken en daarbij niet veel ethanol te verliezen.

De oplossing die je gaat herdestilleren bestaat grotendeels uit ethanol.

De destillatie temperatuur zal daarom lang constant op het kookpunt van ethanol zijn (ca. 79 °C). Omdat nu een zo hoog mogelijk ethanol gehalte gehaald moet worden, stop je de destillatie zodra de temperatuur stabiel 2 °C hoger is dan de stabiele begintemperatuur (= na ca. 5 min vanaf de eerste druppels).

Omdat je een kleine hoeveelheid gaat destilleren, gebruik je nu de 30 cm destillatiekolom. Deze kolom heeft minimaal 40 mL vloeistof nodig, terwijl de 60 cm kolom minimaal 140 mL vloeistof nodig heeft.

Benodigheden

- je verzameld destillaat
- verwarmingsbank met 30 cm destillatiekolom
- multimeter
- rondbodempkolf 250 mL
- kooksteentjes
- maatcilinder 100 mL
- bekeerglas 150 mL
- weegschaal
- “ethanol verzamel” kan

Handelingen

- Meet massa en volume van het verzamelde destillaat in delen met de maatcilinder 100 mL en giet het destillaat in de rondbodempkolf
- Controleer de kleine destillatiekolom
- Sluit het thermokoppel van de destillatiekolom aan op je multimeter
- Voeg een theelepel kooksteentjes toe
- Bevestig de kolf met een glasklem aan de destillatiekolom
- Zet onder de uitlaat de maatcilinder 100 mL
- Zet het koelwater aan op een rustige doorloopsnelheid (ongeveer 1 L/min)
- Meet tijdsduur van opwarmen en van destilleren
- Zet de warmer aan
- Noteer na ca. 5 min destilleren de stabiele begintemperatuur
- Zodra de temperatuur stabiel 2 °C hoger is dan de stabiele begintemperatuur, vervang de maatcilinder onder de uitlaat door het bekeerglas en stop met destilleren
- Meet massa en volume van het destillaat
- Giet je her-destillaat in de “ethanol verzamel” kan (chemicaliën opslag)
- Ruim al je benodigheden op en laat je werkplek schoon achter, spoel het gebruikte glaswerk met water en zet het te drogen.

► Afronding ◀

10

Completering meetrapport

Maak je meetrapport compleet met:

Metingen en berekeningen

- lever je Excel worksheet “Analyse test destillatie” als bijlage bij je meetrapport
- tijdsduur van destillatie en her-destillatie voor opwarmen en destilleren in relatie tot hoeveelheid en samenstelling van te destilleren vloeistof
- massa, volume, dichtheid, vol% en massa% van bio-ethanol, gemaakte 20% oplossing, verzameld destillaat en her-destillaat
- rendement van destillatie, her-destillatie en integrale destillatie

Verwerk onderstaande vragen in je conclusies

1. Straks met het practicum “bioethanol van suiker” ga je een liter vergiste suikeroplossing met ca. 20 vol% ethanol destilleren. Natuurlijk wil je dan zoveel mogelijk ethanol overhouden met ook nog een zo hoog mogelijk vol%. Bestudeer je Excel worksheet en neem een besluit:
 - tot welke temperatuur ga je straks destilleren?
 - welk ethanol vol% levert dat op (zie grafiek 2 van je Excel)?
 - welk rendement levert dat op (zie grafiek 3 van je Excel)?
2. Straks met het practicum “bioethanol van suiker” ga je tweemaal zoveel vloeistof destilleren als in dit practicum. Geef met een berekening aan hoe lang het opwarmen en destilleren kan duren.
3. Straks met het practicum “bioethanol drogen met zeoliet”

Conclusies

Van je doelstelling(en).
Van je onderzoek.

► Beoordeling ◀

Ethanol uit kristalsuiker	Rubrieken ^{*)} :											Resultaat:	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Niet oke OKE
	Feedback:												Datum:
<hr/> <hr/> <hr/>													

^{*)} Rubrieken: 1. Vakinhoudelijke kennis en vaardigheden; 2. Technische vaardigheden; 3. Exact; 4. Kwaliteit en zorgvuldigheid; 5. Communicatie; 6. Sociale vaardigheid; 7. Initiatief nemen; 8. Plannen en organiseren; 9. Ondernemerschap; 10. Verantwoordelijkheid; 11. Zelfstandigheid; 12. Transfer vaardigheid