

# **Versuch P4. Löslichkeitsdiagramm zweier beschränkt mischbarer Flüssigkeiten (V. 3.5)**

## **I Ziel des Versuches**

Für ein binäres Gemisch sollen die Entmischungstemperaturen bestimmt werden und daraus ein Löslichkeitsdiagramm konstruiert werden.

## **II Theoretischer Hintergrund**

Viele Flüssigkeiten sind nicht in jedem Verhältnis miteinander mischbar. Dies ergibt aus der begrenzten Löslichkeit einer Komponente in einer anderen. Liegt eine gesättigte Lösung der Komponente K1 in der Komponente K2 vor, so wird bei weiterer Zugabe der Komponente K1 diese „ausfallen“, d.h. es wird eine zweite flüssige Phase gebildet. Ist die Komponente K2 in der Komponente K1 löslich, wird die zweite Phase eine gesättigte Lösung der Komponente K2 in K1 sein. Dieses Phänomen wird als Entmischung bezeichnet.

Wie auch bei Feststoffen, ist die Löslichkeit einer flüssigen Komponente in einem Lösungsmittel eine Funktion der Temperatur. Aus den Entmischungstemperaturen als Funktion der Gemisch-Zusammensetzung kann dann ein Löslichkeitsdiagramm konstruiert werden. Prinzipiell werden drei Typen unterschieden:

1. Systeme mit einem oberen kritischen Entmischungspunkt (OKP). Oberhalb der kritischen Entmischungstemperatur sind die beiden Komponenten vollständig miteinander mischbar.
2. Systeme mit einem unteren kritischen Entmischungspunkt (UKP). Unterhalb der kritischen Entmischungstemperatur sind die beiden Komponenten vollständig miteinander mischbar.
3. Systeme mit einer geschlossenen Mischungslücke (OKP und UKP). Diese Systeme zeigen sowohl einen unteren als auch einen oberen kritischen Entmischungspunkt.

Haben die beiden Phasen unterschiedliche Dichten, so ist die Entmischung visuell zu verfolgen. Zunächst tritt eine Trübung der Lösung auf; bei vollständiger Entmischung sind die beiden Phasen durch eine scharfe Grenze voneinander getrennt.

## **III Stichworte zum theoretischen Hintergrund**

- Phasendiagramme binärer Systeme (Löslichkeitsdiagramme, Dampfdruckdiagramme, Siedediagramme)
- Hebelgesetz, Regel von Cailletet-Mathias

- Mischungsgrößen, chemisches Potential
- Gibbssche Phasenregel
- Wasserdampfdestillation

#### **IV Aufgaben, die zum Versuchstag vorbereitet werden sollen**

#### **V Versuchsbeschreibung und -durchführung**

Die in den zugeschmolzenen Glasröhrchen befindlichen Gemische verschiedener Zusammensetzung werden in einem Wasserbad aufgehängt und unter Bewegung erwärmt, bis sie homogen sind. Dann lässt man die Röhrchen im Bad abkühlen (ca.  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) und notiert die Temperatur, bei der Trübung eintritt. Für jede Zusammensetzung ist die Entmischungstemperatur 3 mal zu bestimmen.

#### **VI a) Auswertung während des Versuchstages**

1. Berechnen Sie die Molenbrüche für ihre untersuchten Gemische. Gehen Sie dabei - wenn erforderlich - von einer Volumenadditivität aus.
2. Tragen Sie die gemessenen Entmischungstemperaturen als Funktion der Molenbrüche in ein Diagramm ein und bestimmen Sie den kritischen Entmischungspunkt mit Hilfe der Regel von Cailletet-Mathias.

#### **VI b) Auswertung nach dem Versuchstag**

1. Vergleichen Sie ihre Messergebnisse mit der Literatur und diskutieren Sie die Abweichungen. Berücksichtigen Sie bei der Diskussion, dass Sie während der Messung konstanten Druck annehmen und bei der Berechnung der Molenbrüche eine Volumenadditivität voraussetzen.

## VII Materialien

### 1. Tabelle 1: Literaturwerte

	Dichte [g cm <sup>3</sup> ] (293,25K)	T <sub>K</sub> [K]	x <sub>K</sub>
Methanol	0,7914	318,70±0,25	x(Methanol) = 0,515±0,005
Cyclohexan	0,7785		
Anilin	1,0217	339	x(Anilin) = 0,54
Hexan	0,6548		
Hexan	0,6548	307,1±0,5	x(Methanol) = 0,554±0,013
Methanol	0,7914		

IUPAC Solubility Data Series, Volume 56, Oxford University Press, Oxford 1994.

Sorensen, Arit, Liquid-Liquid Equilibrium Data Collection, Chemistry Data Series, Volume V, Part 1, Dechema, Frankfurt, 1979.

### 2. Verwendete Chemikalien

#### Anilin

Signalwort: Gefahr



#### Gefahrenbezeichnung(en)

H301 + H311 + H331: Giftig bei Verschlucken, Hautkontakt oder Einatmen

H317: Kann allergische Hautreaktionen verursachen.

H318: Verursacht schwere Augenschäden.

H341: Kann vermutlich genetische Defekte verursachen.

H351: Kann vermutlich Krebs erzeugen.

H372: Schädigt die Organe (Blut) bei längerer oder wiederholter Exposition.

H410: Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.

#### Vorsichtsmaßnahmen

P201: Vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen.

P261: Einatmen von Staub/ Rauch/ Gas/ Nebel/ Dampf/ Aerosol vermeiden.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P280: Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.

P280: Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung tragen.

P301 + P310 + P330: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. Mund ausspülen.

## Hexan

Signalwort: Gefahr



### Gefahrenbezeichnung(en)

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.

H304: Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.

H315: Verursacht Hautreizungen.

H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

H361f: Kann vermutlich die Fruchtbarkeit beeinträchtigen.

H373: Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition.

H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

### Vorsichtsmaßnahmen

P201: Vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen und anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P301 + P310: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P308 + P313: BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ ärztliche Hilfe hinzuziehen.

P331: KEIN Erbrechen herbeiführen.

## Cyclohexan

Signalwort: Gefahr



### Gefahrenbezeichnung(en)

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.

H304: Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.

H315: Verursacht Hautreizungen.

H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

H410: Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.

### Vorsichtsmaßnahmen

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen und anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P261: Einatmen von Dampf vermeiden.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P301 + P310: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P331: KEIN Erbrechen herbeiführen.

P501: Inhalt/ Behälter einer anerkannten Abfallentsorgungsanlage zuführen.

## **Methanol**

Signalwort: Gefahr



### **Gefahrenbezeichnung(en)**

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.

H301 + H311 + H331: Giftig bei Verschlucken, Hautkontakt oder Einatmen

H370: Schädigt die Organe.

### **Vorsichtsmaßnahmen**

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen und anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P280: Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung tragen.

P302 + P352 + P312: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

P304 + P340 + P311: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

P370 + P378: Bei Brand: Löschpulver oder Trockensand zum Löschen verwenden.

P403 + P235: An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Kühl halten.

# Versuch P4

## Messprotokoll

### *„Löslichkeitsdiagramm“*

Gruppe	Umgebungstemp.[°C]	Datum/ Stempel
Name		

**Gemisch:**

**Molare Masse 1**

**Molare Masse 2**

Gemisch Nr.	Volumenverhältnis	Molenbruch	T(Entmischung) [K]
1			
2			
3			
4			
5			
6			

Rechenweg für den Molenbruch (1 mal exemplarisch):