

Санкт-Петербургский Государственный Университет
Кафедра химической термодинамики и кинетики

КУРСОВАЯ РАБОТА ПО ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Исследование растворимости в системе уксусная
кислота – этиловый спирт – этилацетат – вода
методом изотермического титрования при 60°C

Студента II курса I группы
Вагнер Екатерины Алексеевны

Научный руководитель:
аспирант 2-го года обучения
Голикова Александра Дмитриевна

Преподаватель:
к.х.н., старший преподаватель
Соловьева Елена Викторовна

Основные задачи курсовой работы

- анализ литературных данных
- очистка веществ на ректификационных колоннах
- экспериментальное исследование растворимости жидких фаз в двух тройных системах: этиловый спирт – этилацетат – вода и уксусная кислота – этилацетат – вода при 60°C
- экспериментальное исследование растворимости жидких фаз в четверной системе уксусная кислота – этиловый спирт – этилацетат – вода при 60°C
- обсуждение результатов исследования

Выбор объекта

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

Список основных публикаций кафедры химической термодинамики и кинетики, касающихся анализа растворимости, фазового и химического равновесия в гетерогенных системах:

1. Toikka M., Toikka A. Peculiarities of phase diagrams of reactive liquid–liquid systems // Pure Appl. Chem. 2012. Vol. 85, № 1.
2. А. М. Тойкка и др. Фазовое и химическое равновесие в мультикомпонентных флюидных системах с химической реакцией // Успехи химии 84 (4). с. 378 – 392. 2015.
3. Toikka A., Toikka M. Solubility and critical phenomena in reactive liquid–liquid systems // Pure Appl. Chem. 2009. Vol. 81, № 9.
4. Toikka A., Toikka M., Trofimova M. Solubility, liquid-liquid equilibrium and critical states for the quaternary system acetic acid–ethanol–ethyl acetate–water at 293K // Fluid Phase Equilibria. 2011.
5. Toikka M. et al. Solubility, liquid-liquid equilibrium and critical states for the quaternary system acetic acid–ethanol–ethyl acetate–water at 303.15K and 313.15K // Fluid Phase Equilibria. 2014.

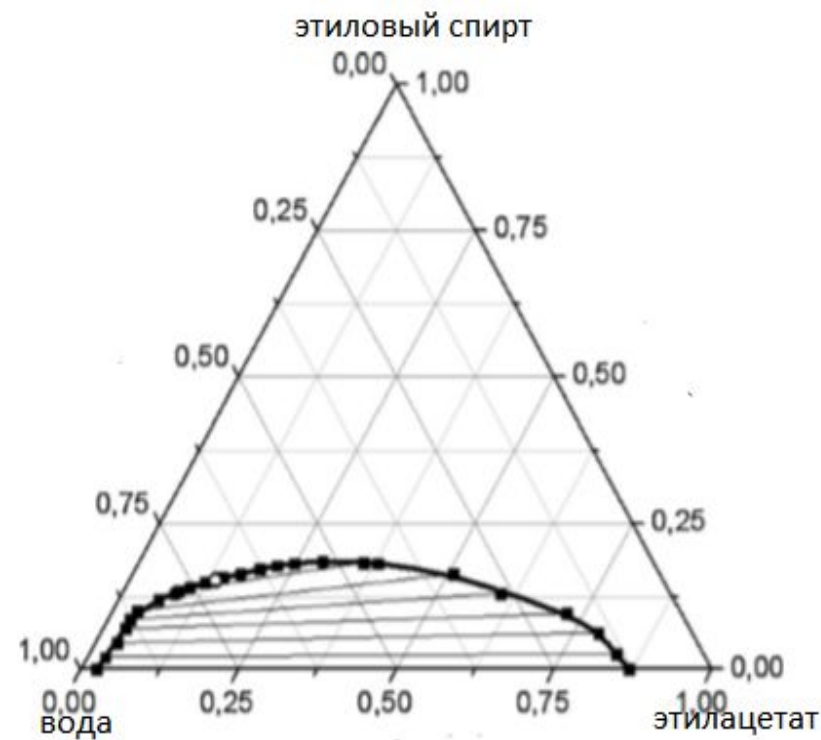


Рисунок 1: Кривая растворимости и ноды равновесия жидкость – жидкость системы этиловый спирт – этилацетат – вода при 20°C [4]

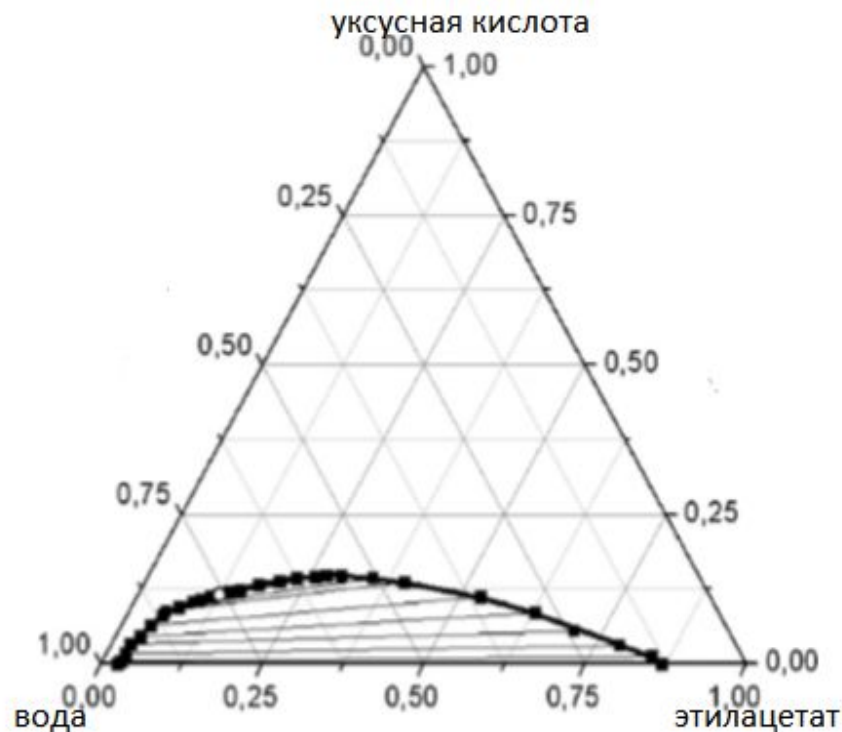


Рисунок 2: Кривая растворимости и ноды равновесия жидкость – жидкость системы уксусная кислота – этилацетат – вода при 20°C [4]

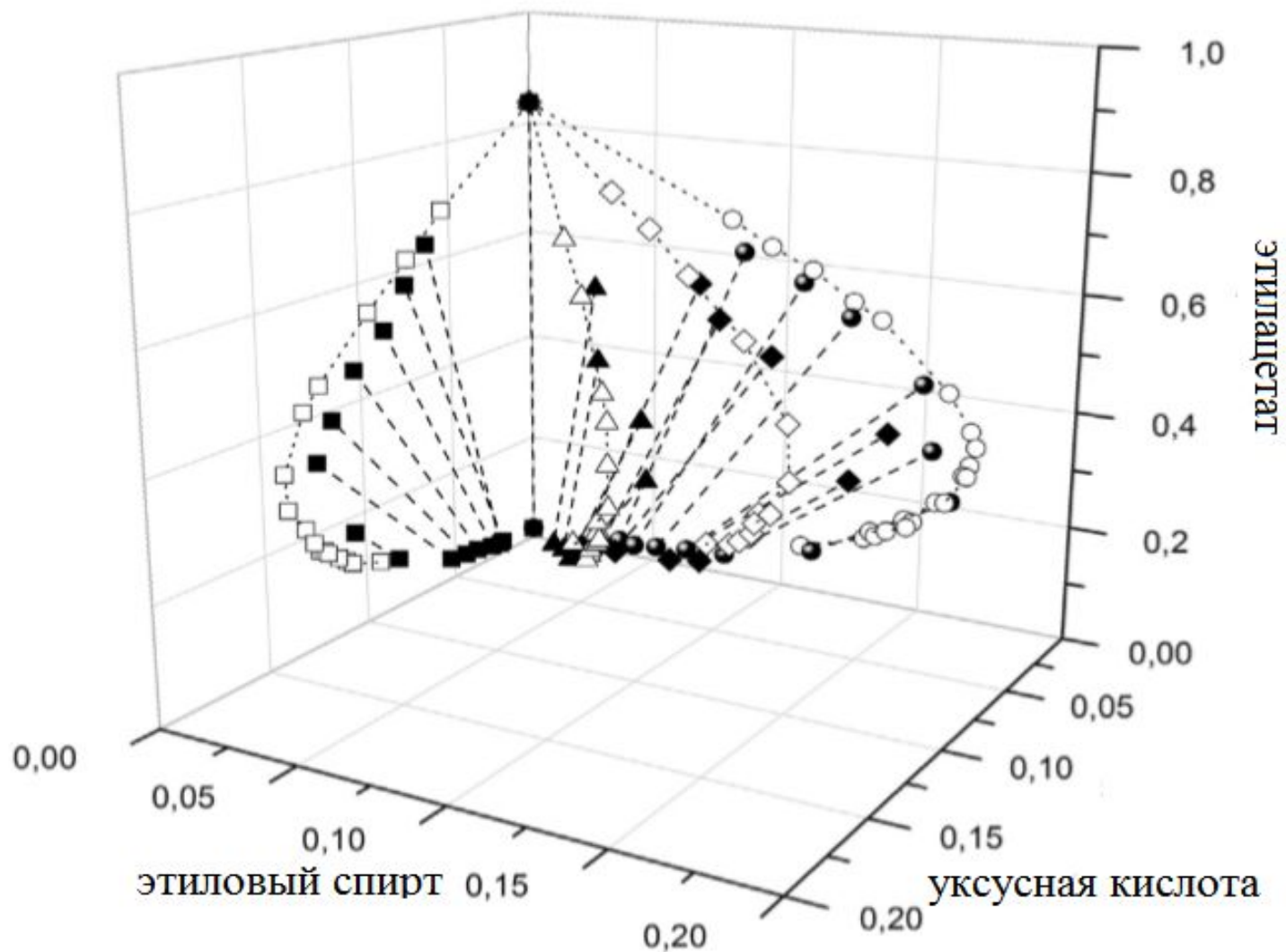


Рисунок 3: Поверхность растворимости и ноды равновесия жидкость –жидкость для системы уксусная кислота – спирт – этилацетат – вода при 40°C [5]

Метод ректификации

Очистка реактивов методом ректификации

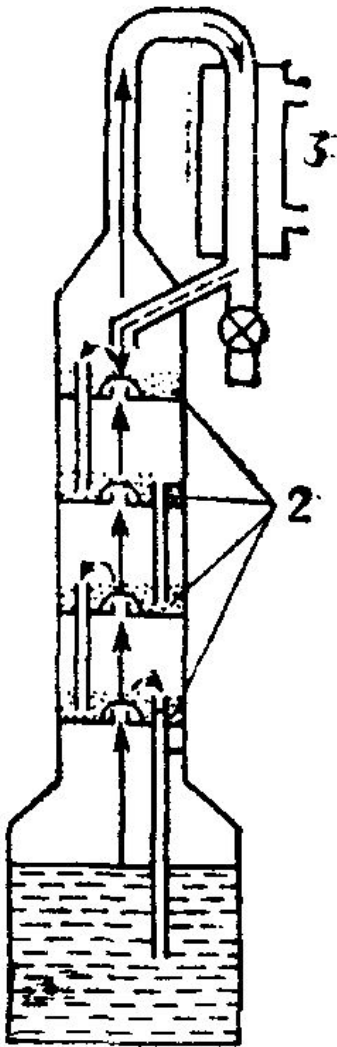


Рисунок 4: 1-перегонный куб,
2- разделяющие тарелки,
3- холодильник



Рисунок 5: Лабораторная
ректификационная колонна

Контроль чистоты реактивов

Вещество	n_d^{20}	Источник
Этиловый спирт	-	[6]
	1,3631	[7]
	1,3638	настоящая работа
Этилацетат	1,3330	[6]
	1,3330	[8]
	1,3330	настоящая работа
Вода	-	[6]
	1,3724	[8]
	1,3727	настоящая работа

Таблица 1: Физико – химические свойства реактивов

[6] - Кочербитов В.В. Термодинамическая устойчивость и фазовые равновесия в системе уксусная кислота – н.пропиловый спирт – вода – н.пропилацетат // Дисс. канд. хим. наук. СПб.: СПбГУ, 1997. с. 33-35

[7] - Справочник химика, Л.-М., 1964, т. 3, с. 732.

[8] - Справочник химика, Л.-М., 1963, т. 2, с. 48, 1144, 1145, 1021, 1023.

Метод изотермического титрования

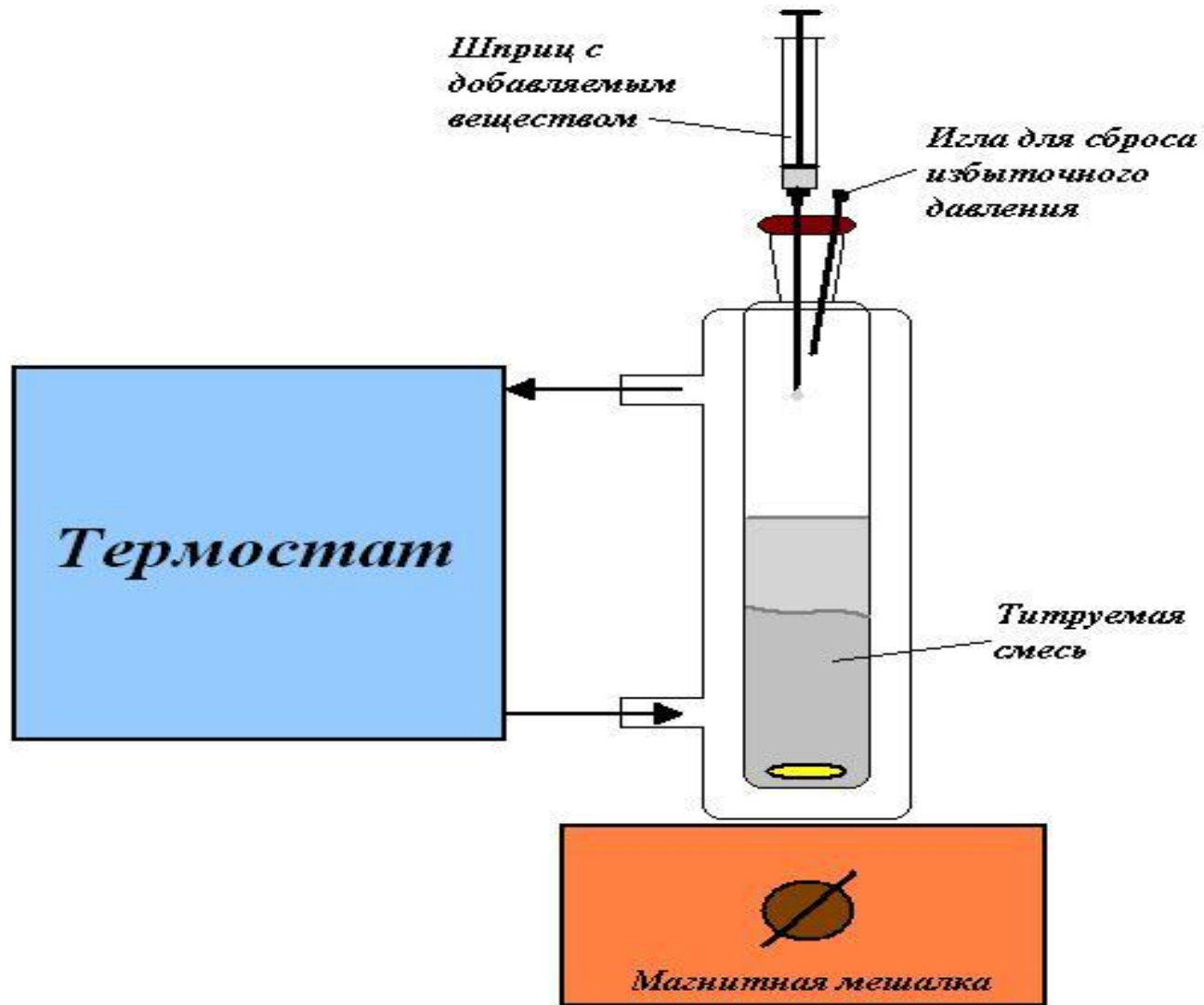


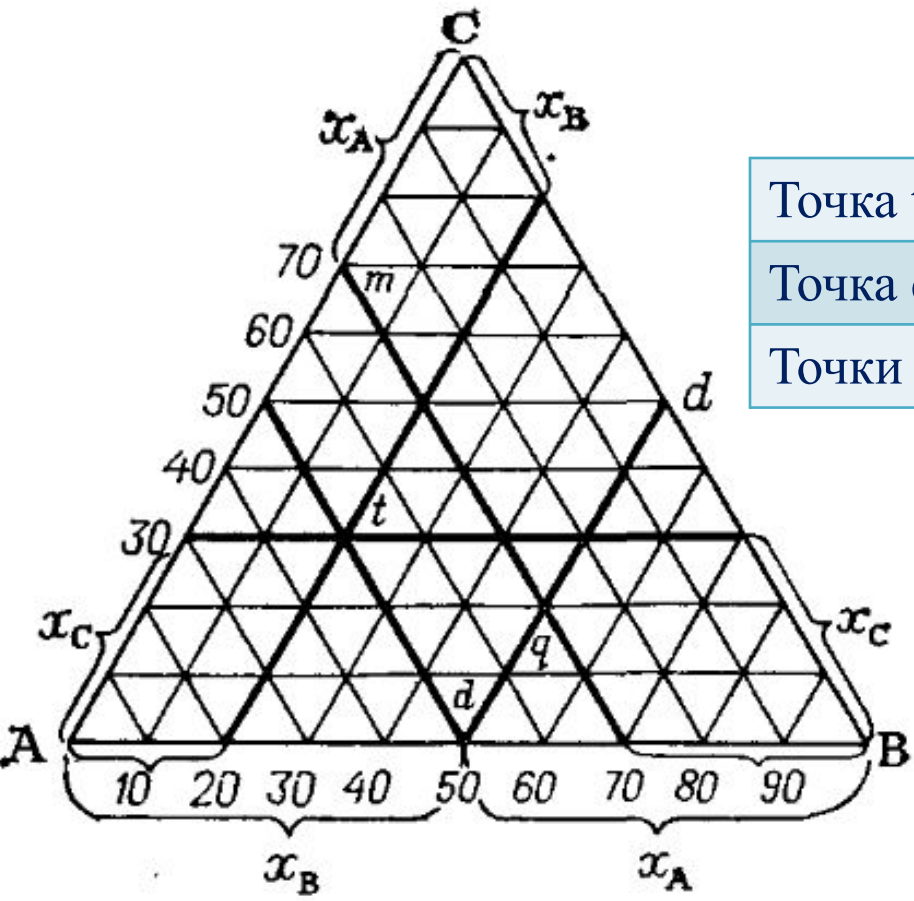
Рисунок 6: Схема экспериментальной установки



Рисунок 7: Экспериментальная установка

Особенности построения треугольных диаграмм

Трехкомпонентные диаграммы для тройных систем



Точка t	20% - B, 30% - C, 50% - A
Точка q	50% - B, 20% - C, 30% - A
Точки d, m отвечают бинарным системам	

AB (ось X)	Этилацетат
BC (ось Y)	Уксусная кислота (или этиловый спирт)
AC (ось Z)	Вода

Рисунок 8: Изображение состава трехкомпонентных систем с помощью равностороннего треугольника составов (Гиббса–Розебома)

Треугольные диаграммы для четверной



Рисунок 9: Равносторонний треугольник составов для четырехкомпонентной системы

Выбор сечений для четверной

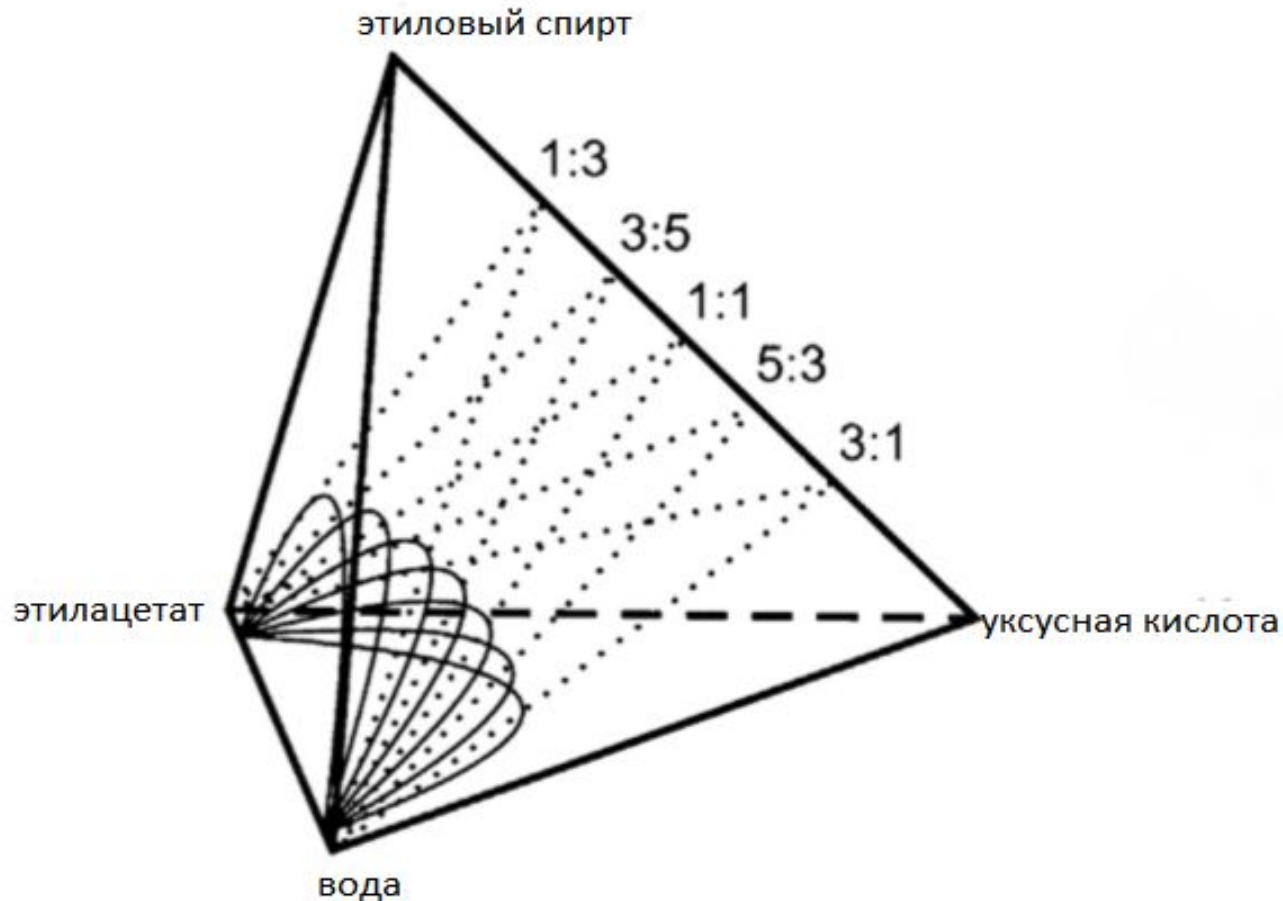


Рис. 1. Выбор сечений для титрования четверной системы при титровании водой [3]

Экспериментальные данные

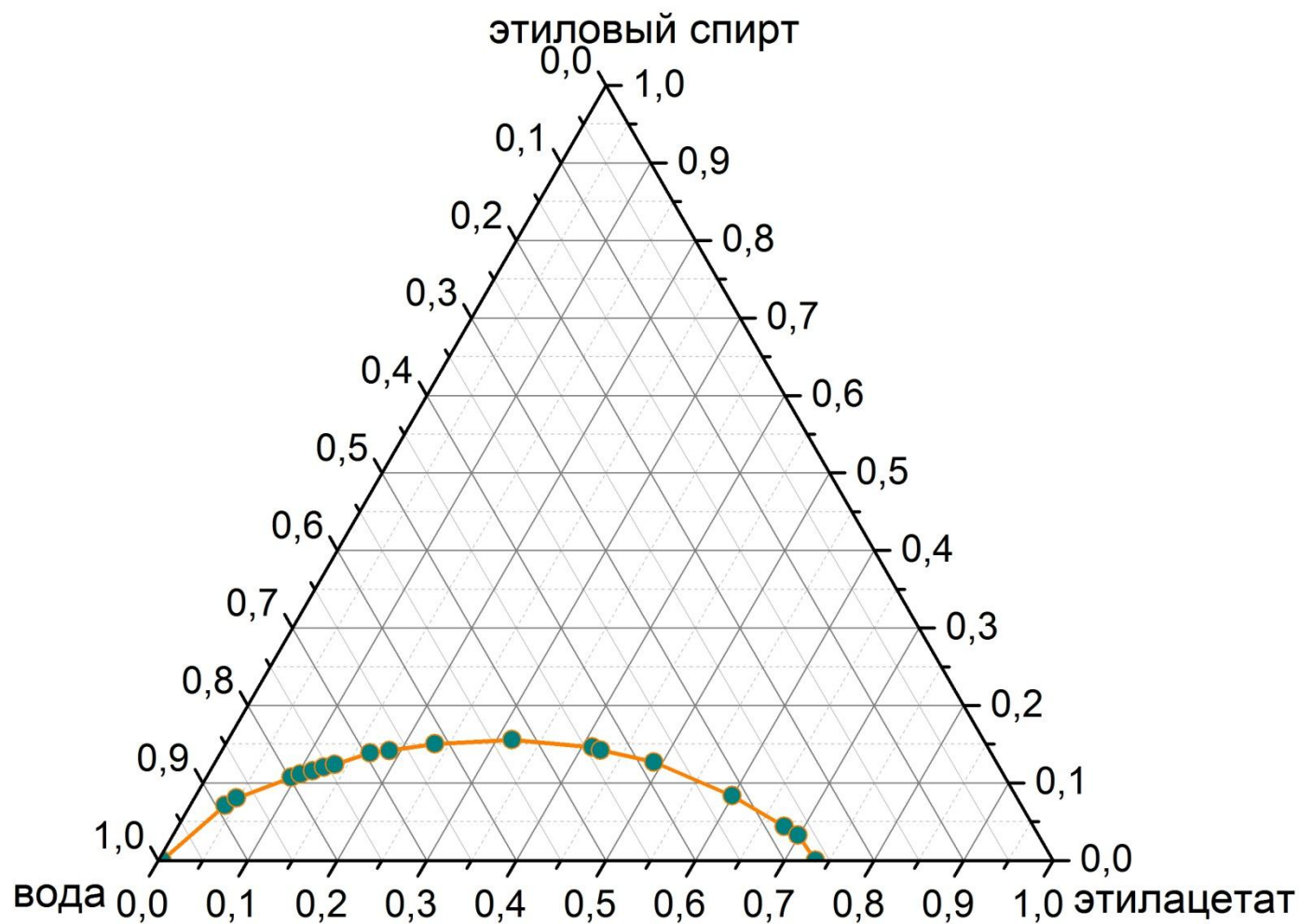
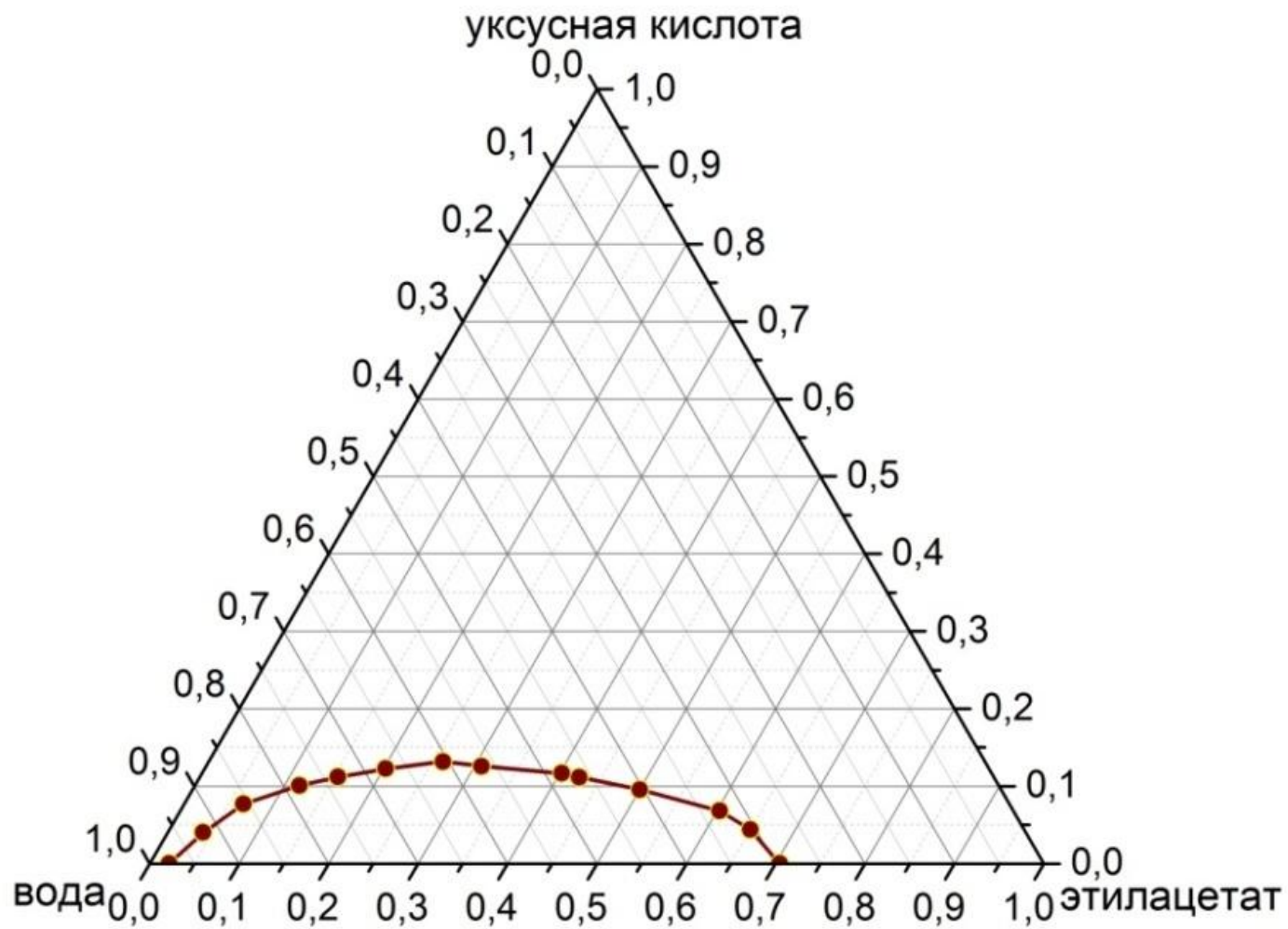
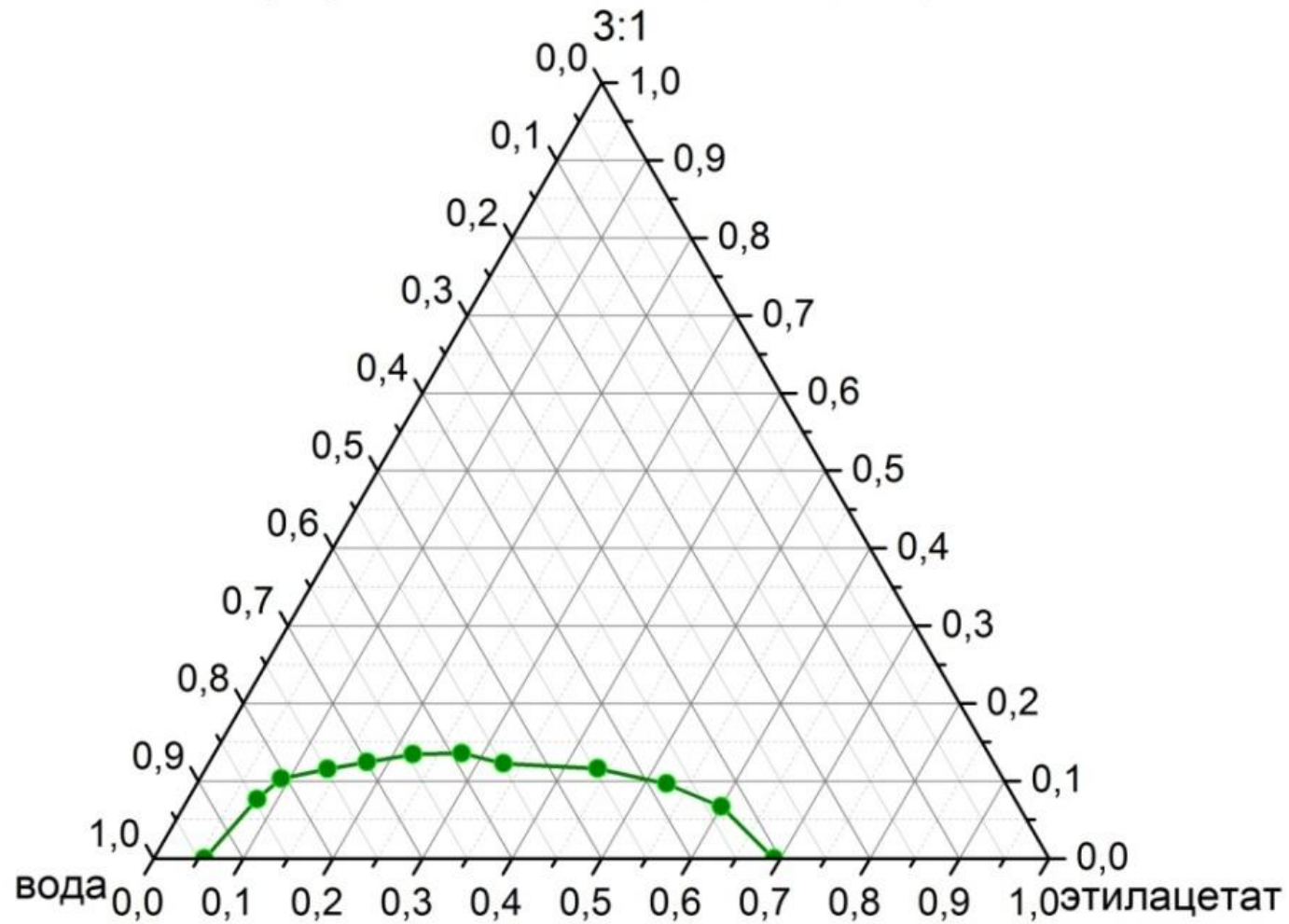


Рисунок 11: Кривая растворимости тройной системы этиловый спирт – этилацетат – вода при 60°C



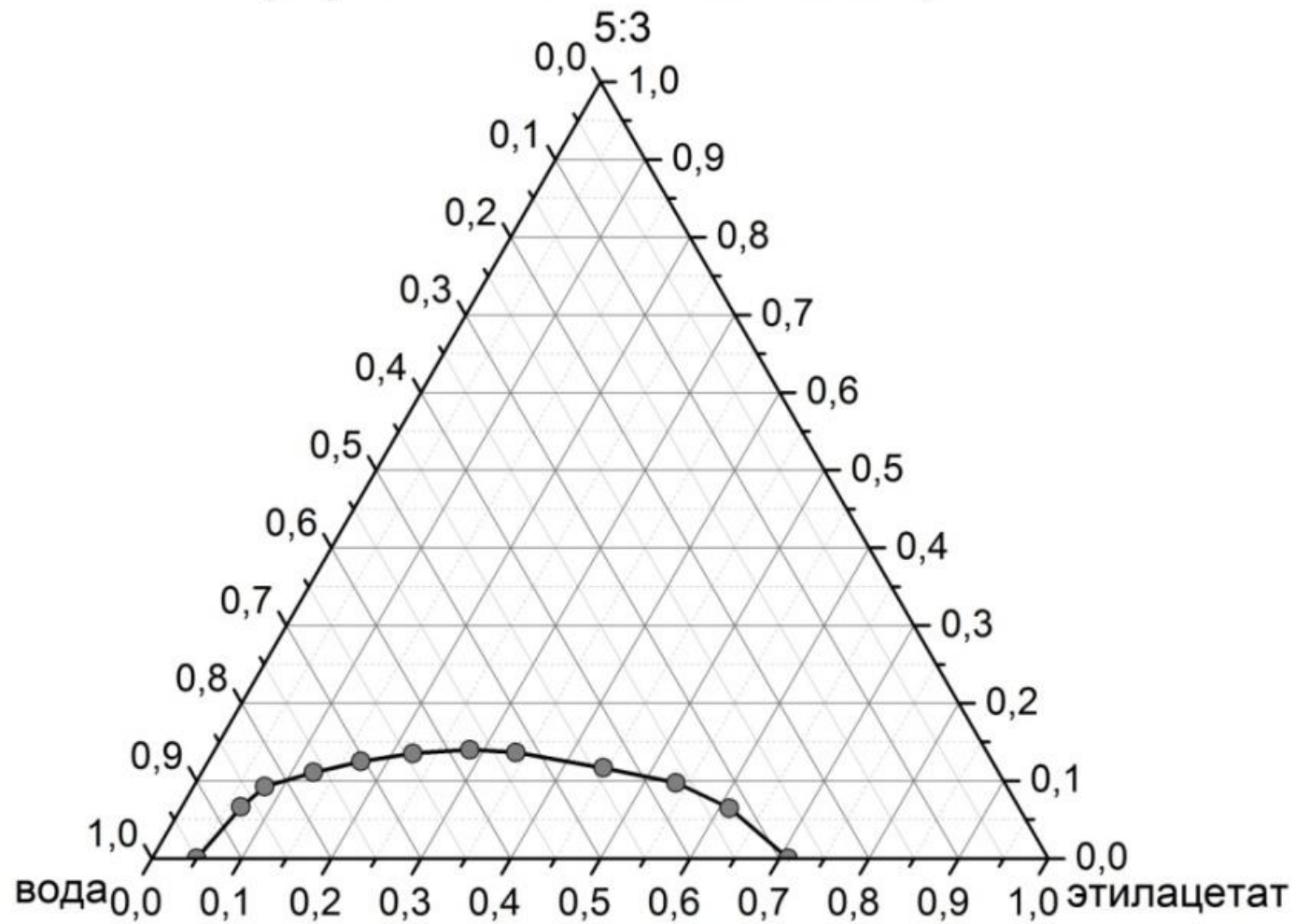
этилацетат – вода при 60°C

уксусная кислота + этиловый спирт



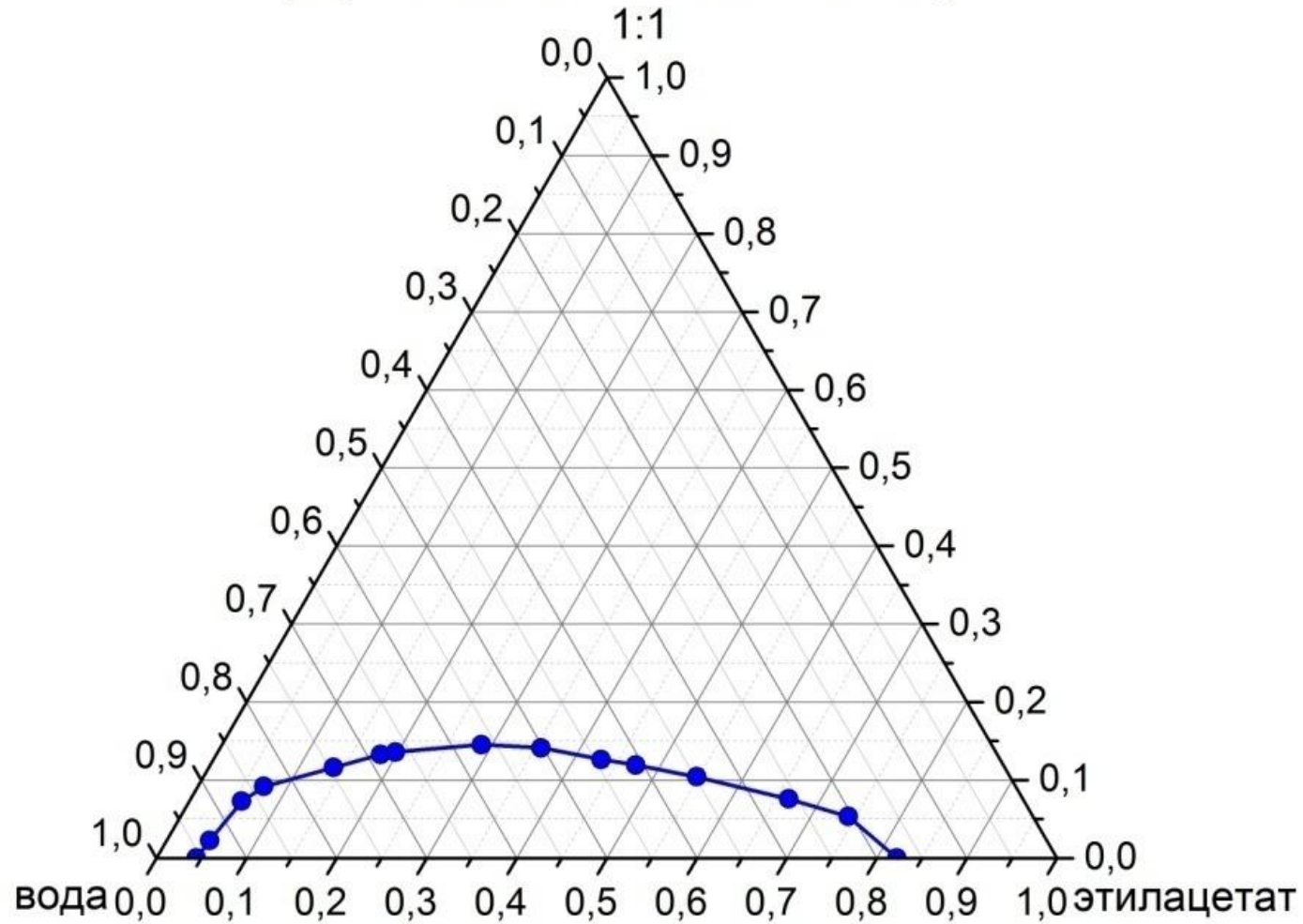
соотношением кислоты и спирта 3:1 при 60 °С

уксусная кислота + этиловый спирт



соотношением кислоты и спирта 5:3 при 60°C

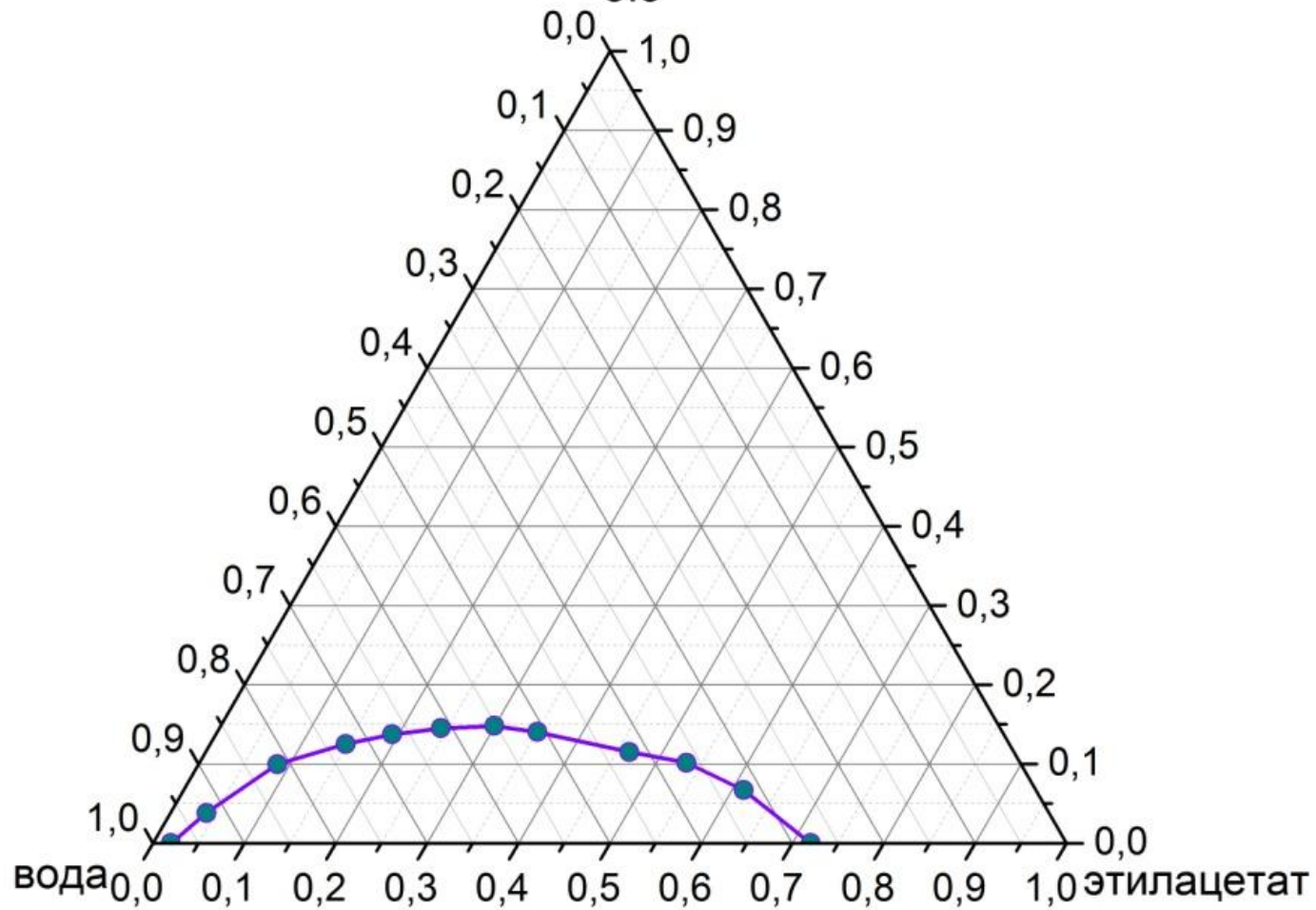
уксусная кислота + этиловый спирт



соотношением кислоты и спирта 1:1 при 60°C

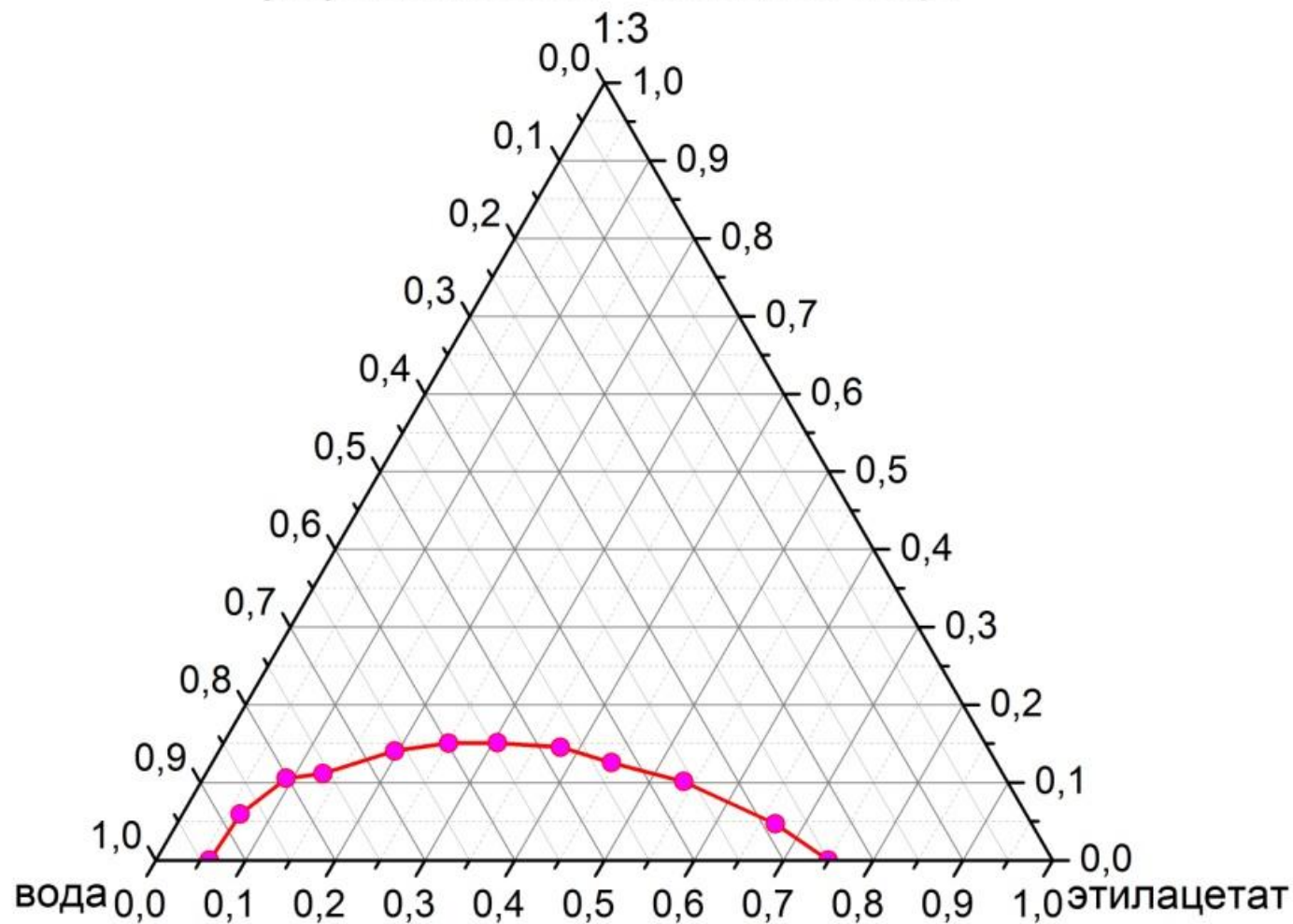
уксусная кислота + этиловый спирт

3:5



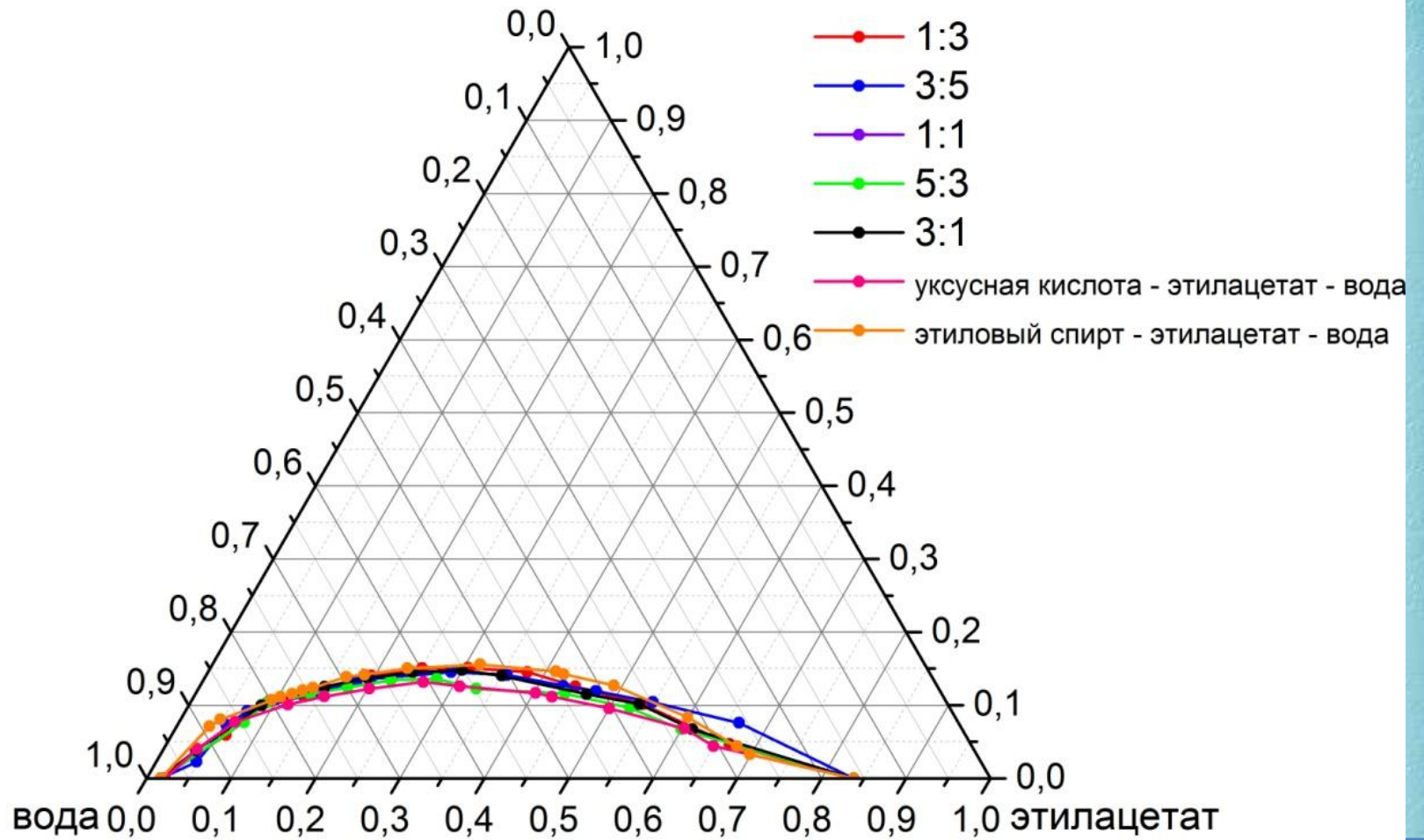
соотношением кислоты и спирта 3:5 при 60°C

уксусная кислота + этиловый спирт



соотношением кислоты и спирта 1:3 при 60°C

уксусная кислота + этиловый спирт



этилацетат – вода

Система	Количество экспериментальных точек
Этиловый спирт – этилацетат – вода	17
Уксусная кислота – этилацетат – вода	12
Уксусная кислота – этиловый спирт – этилацетат – вода с отношением кислоты к спирту 3:1	10
с отношением кислоты к спирту 5:3	10
с отношением кислоты к спирту 1:1	14
с отношением кислоты к спирту 3:5	10
с отношением кислоты к спирту 1:3	10

Таблица 2: Итоговые данные о количестве экспериментальных точек в тройных и четверной системах

Обсуждение экспериментальных данных

О форме бинадальной поверхности в системе уксусная кислота – этиловый спирт – этилацетат – вода при 60°C

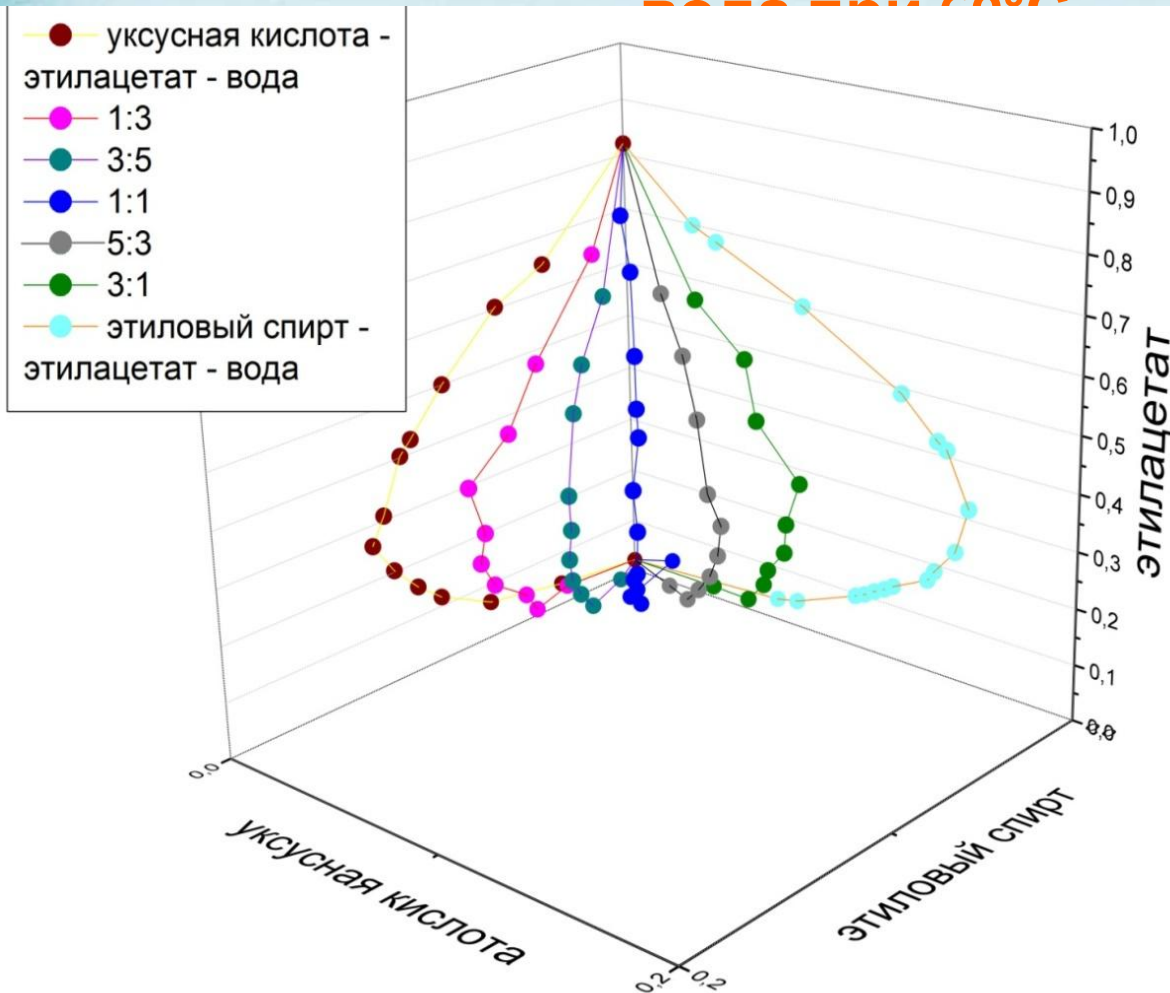
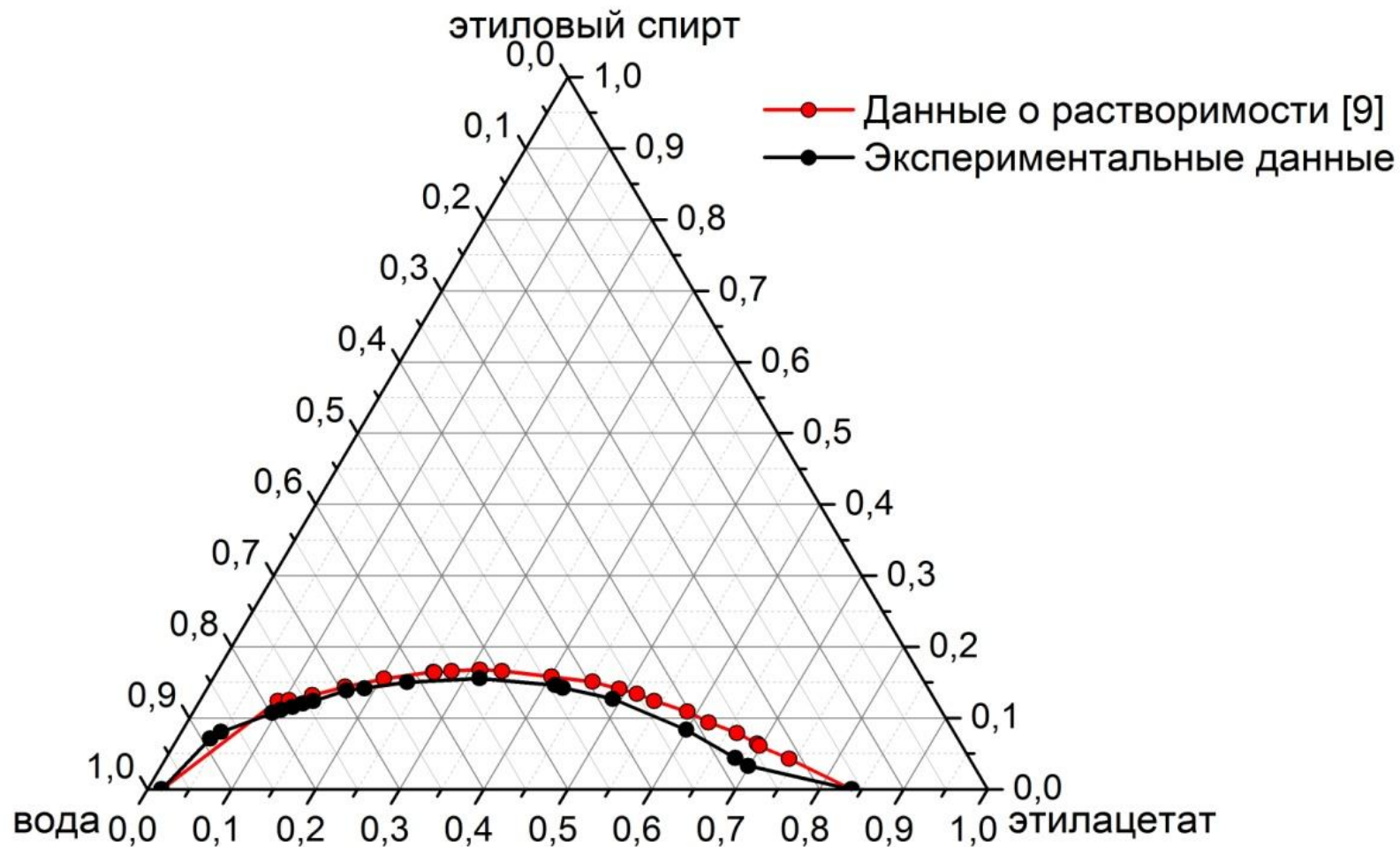


Рисунок 19: Поверхность растворимости (бинадальная поверхность) в системе уксусная кислота – этиловый спирт – этилацетат – вода при 60°C

фильм



ЭТИЛОВЫЙ СПИРТ ЭТИЛАЦЕТАТ ВОДА

[9] - Toikka M. et al. Solubility, liquid-liquid equilibrium and critical states for the quaternary system acetic acid-ethanol-ethyl acetate-water at 303.15K and 313.15K // Fluid Phase Equilibria. 2014.

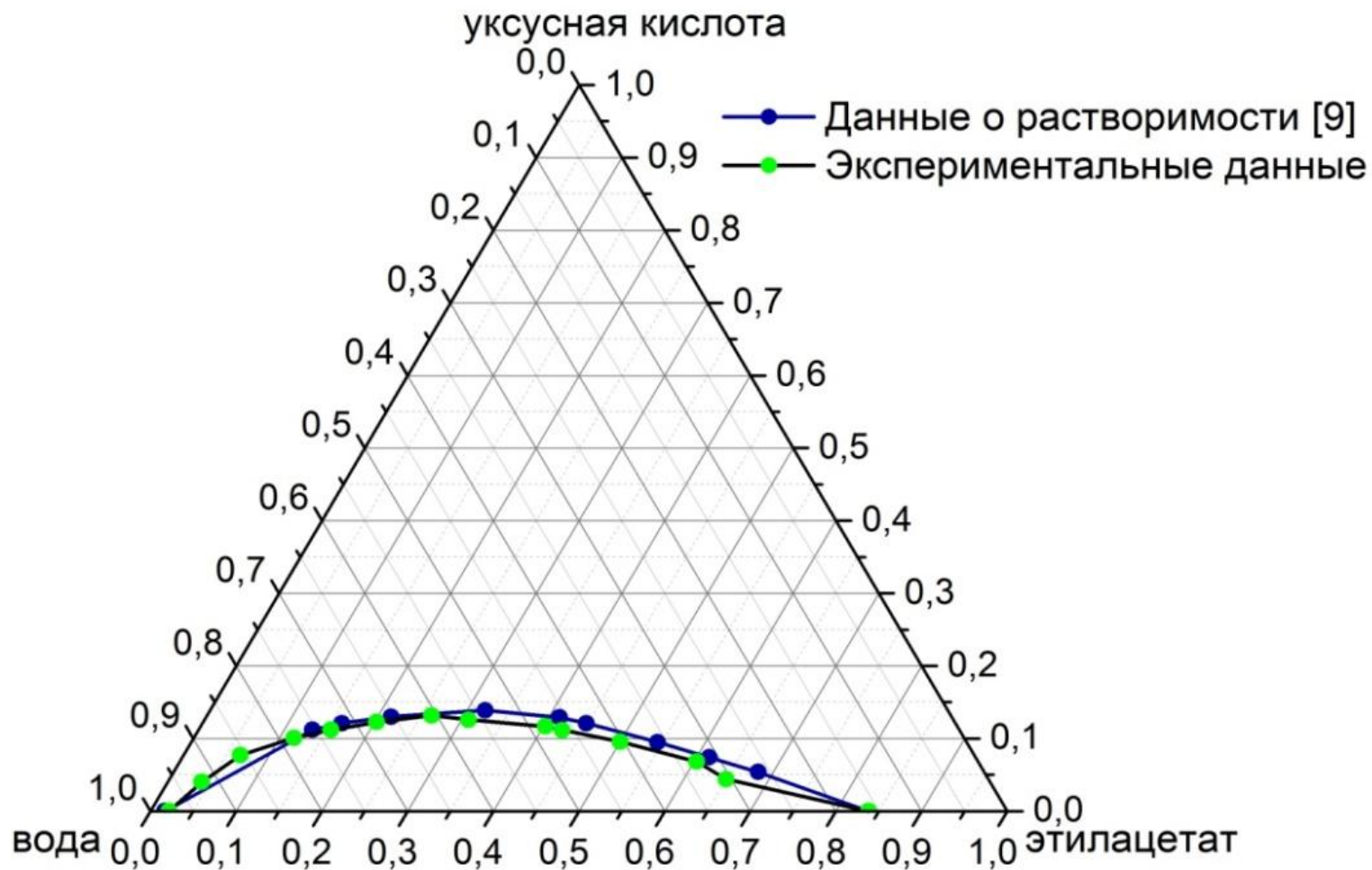


Рисунок 21: Сравнительная диаграмма для системы уксусная кислота – этилацетат – вода

укусная кислота + этиловый спирт

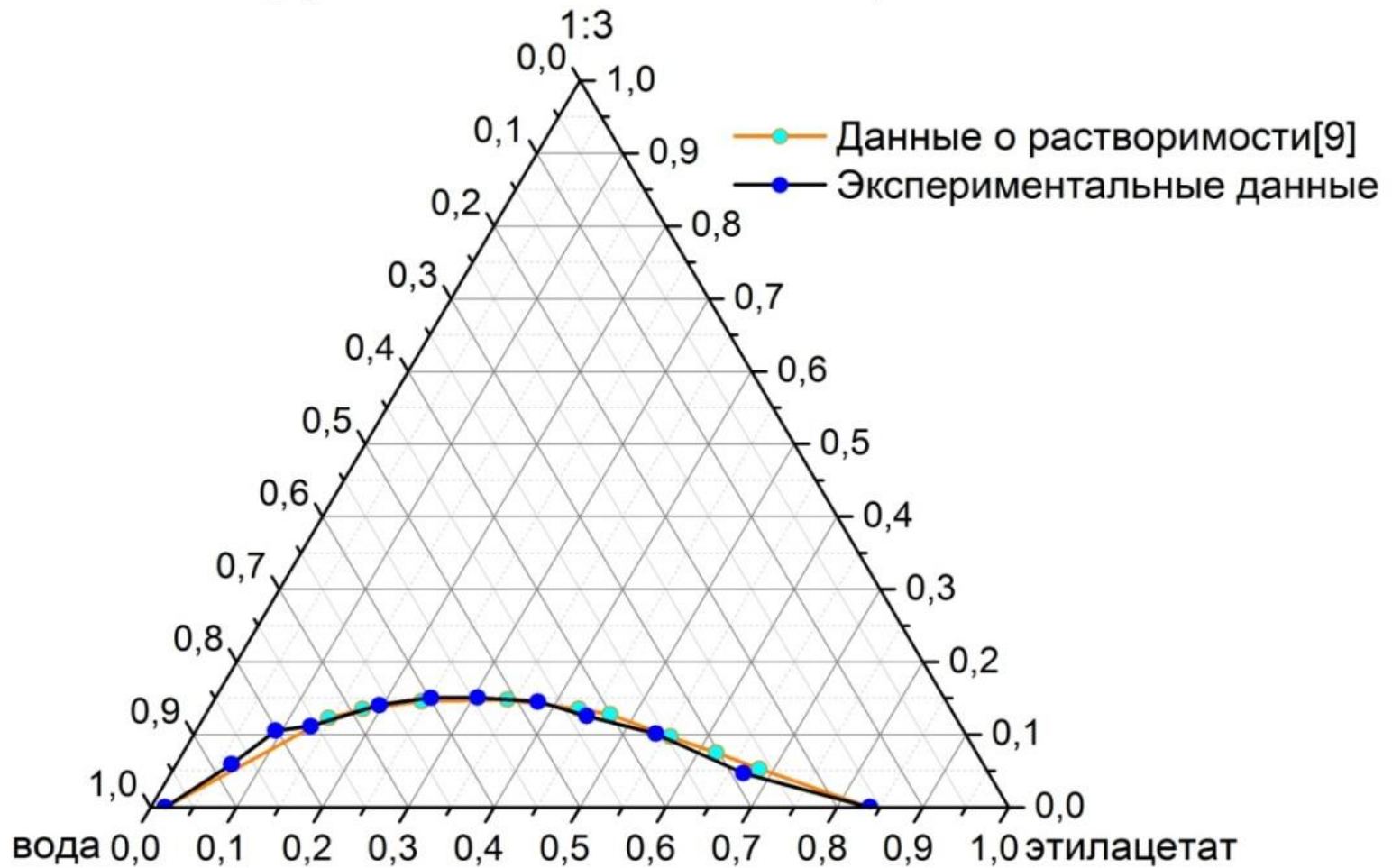


Рисунок 22. Сравнительная диаграмма для системы уксусная кислота – этиловый спирт – этилацетат – вода с постоянным отношением кислоты и спирта 1:3

уксусная кислота + этиловый спирт

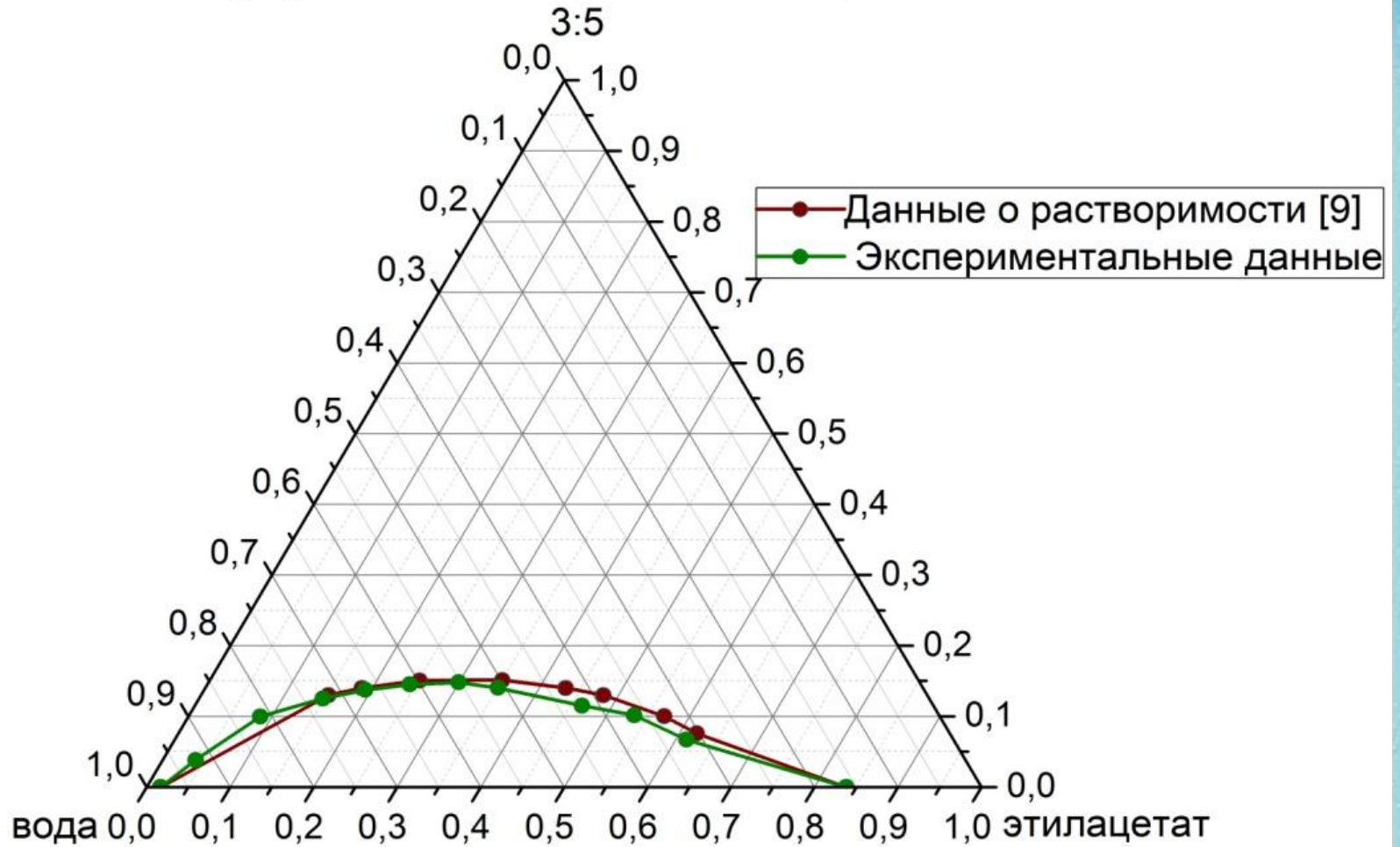


Рис. 1. Диаграмма растворимости уксусной кислоты в смеси этилового спирта – этилацетат – вода с постоянным отношением кислоты и спирта 3:5

уксусная кислота + этиловый спирт

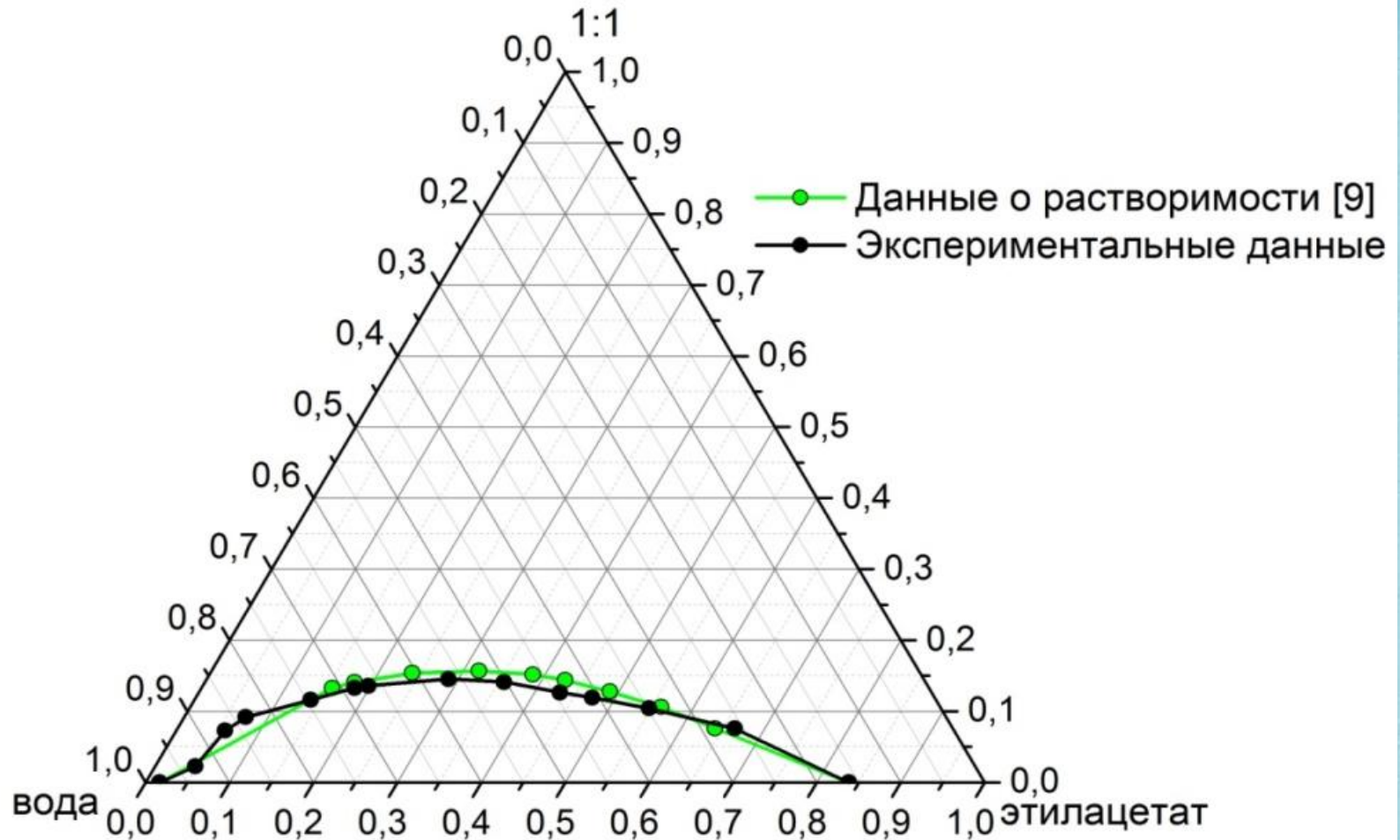
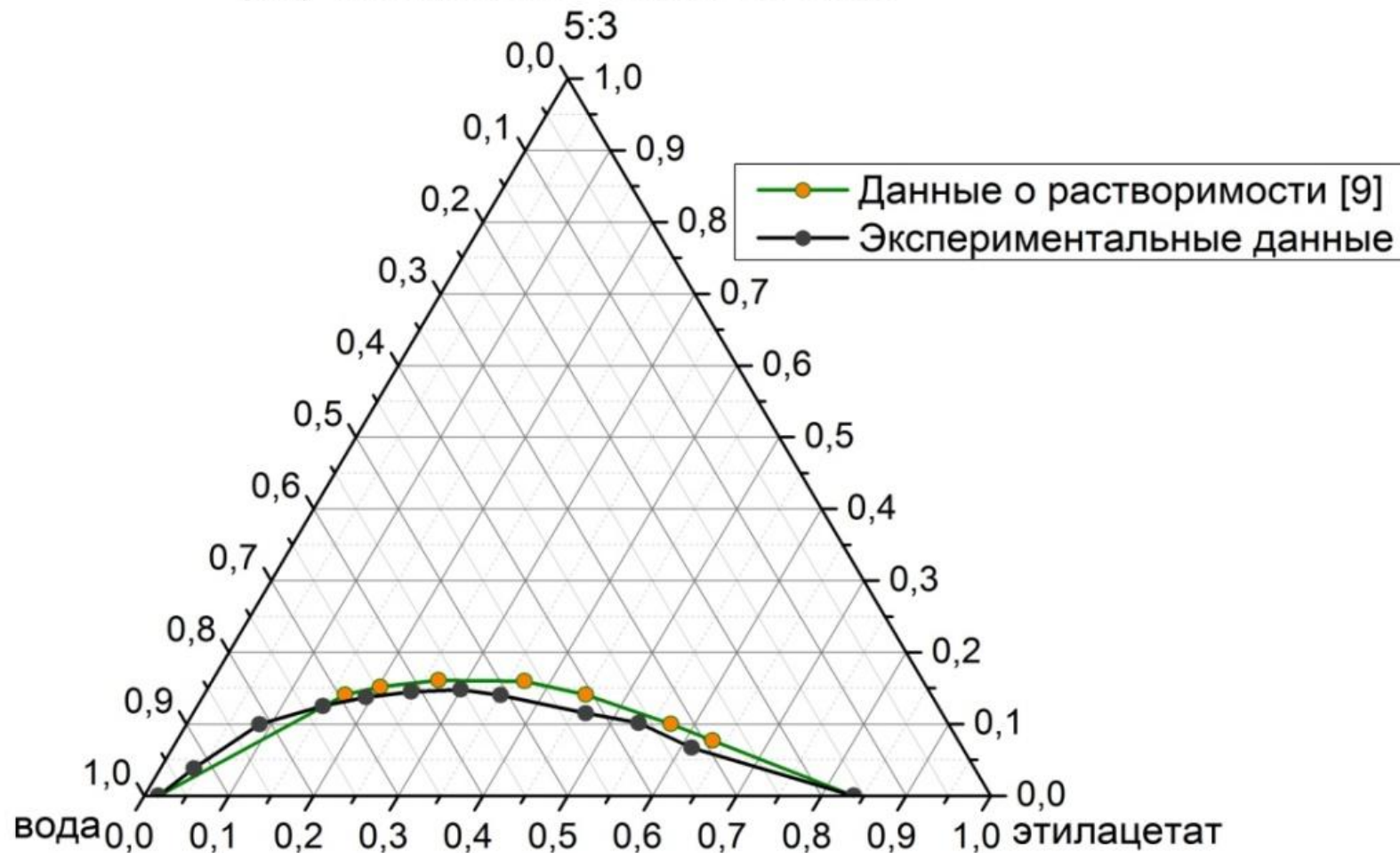


Рис. 1. Диаграмма растворимости уксусной кислоты в смеси этиловый спирт – этилацетат – вода с постоянным отношением кислоты и спирта 1:1

уксусная кислота + этиловый спирт

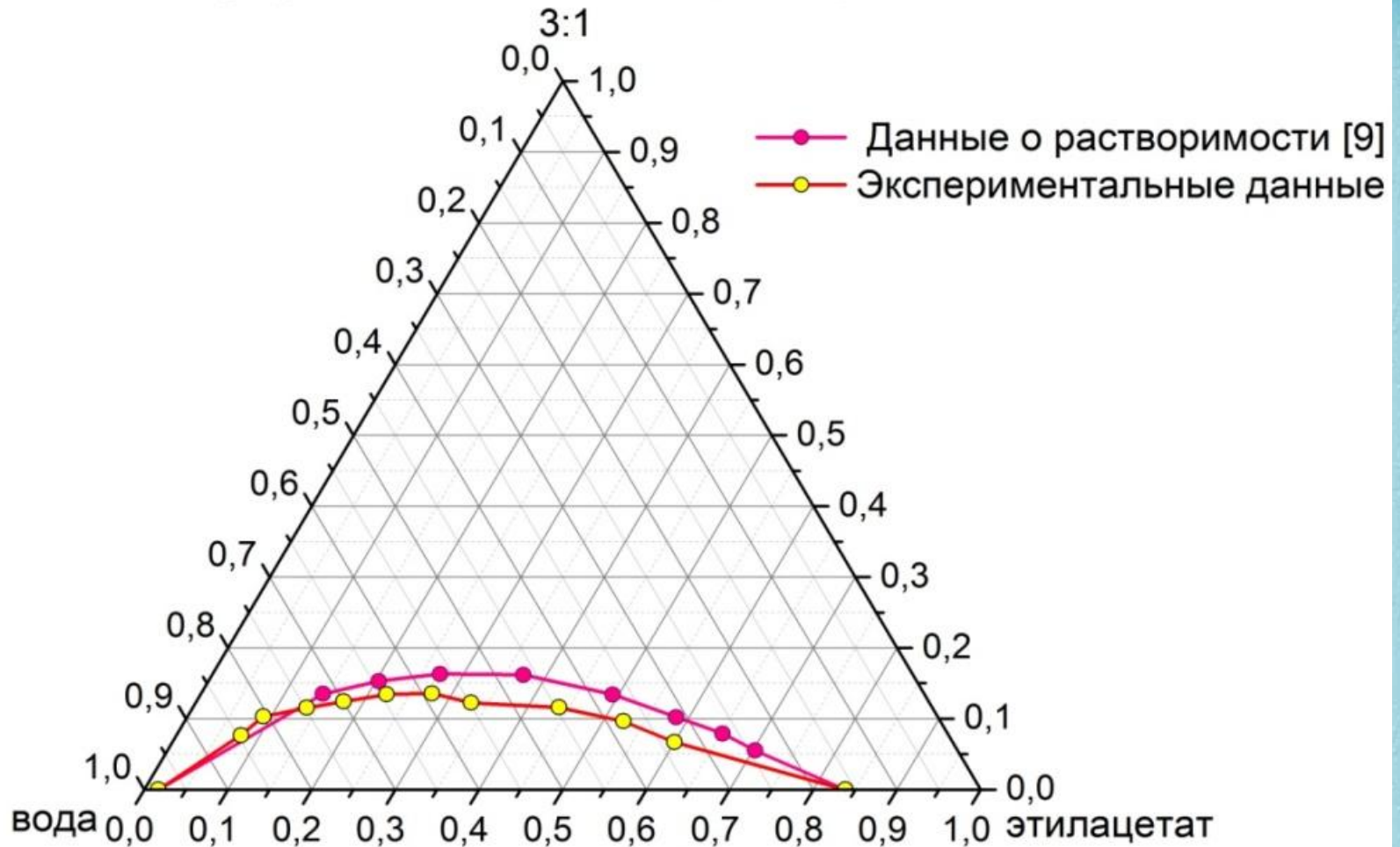


Р

ОВЫЙ

спирт – этилацетат – вода с постоянным отношением кислоты и спирта 5:3

уксусная кислота + этиловый спирт



Ри

ый

спирт – этилацетат – вода с постоянным отношением кислоты и спирта 3:1

Выводы

- Освоена методика очистки веществ на ректификационных колоннах в лабораторных условиях
- Экспериментальные данные о растворимости жидких фаз в тройной системе уксусная кислота – этилацетат – вода при 60°C были получены методом изотермического титрования и представлены на треугольной диаграмме (треугольник Гиббса – Розебома)
- Экспериментальные данные о растворимости жидких фаз в тройной системе этиловый спирт – этилацетат – вода при 60°C были получены методом изотермического титрования и представлены на треугольной диаграмме
- Подробно изучена растворимость жидких фаз в четверной системе уксусная кислота – этиловый спирт – этилацетат – вода с постоянным соотношением кислоты и спирта в них при 60°C методом изотермического титрования
- Построены кривые растворимости для тройных систем уксусная кислота – этилацетат – вода и этиловый спирт – этилацетат – вода, а также кривые растворимости для всех сечений (5 сечений) четырехкомпонентной системы, которые представлены на треугольниках Гиббса – Розебома
- Представлена поверхность растворимости в концентрационном тетраэдре, состоящая из пяти сечений четырехкомпонентной системы и двух трехкомпонентной системы.
- Проведен сравнительный анализ данных о растворимости при разных температурах, который показал, что область расслаивания раствора с ростом температуры уменьшается (кривая растворимости сжимается к оси X на диаграммах)

Спасибо за внимание!