

Arkiv		Arkivnr.	
Kjemisk reaksjonsteknikk			
RAPPORT			
fra student			
til INSTITUTT FOR KJEMISK PROSESSTEKNOLOGI			
OPPGAVE:			
Reaksjonen mellom jodbutan og NaOH skal undersøkes ved 4 ulike reaksjonsbetingelser. Forsøkene utføres i en satsreaktor under inert atmosfære. Reaksjonsforløpet følges ved titrering mot en av reaksjonsblandingens komponenter. Reaktantenes løsningsmiddel består av komponentene vann og dimethylsulfoksid (DMSO). Startkonsentrasjoner og sammensetning av løsningsmiddel skal varieres, og oppgaven skal utføres som et 2² forsøksopplegg. For samtlige reaksjonsbetingelser skal hastighetskonstanten for reaksjonen fra venstre mot høyre bestemmes, med antagelse om irreversibel reaksjon.			
Litteratur: Bøckman, T., Haanæs, E. og Ugelstad, J., Tidsskrift for kjemi, bergv. og metallurgi, 24 209 (1964).			
Utlevert:	Frist:	Innlevert:	Anm.
Poeng:		Karakter:	Sett:

Kinetic study in Batch reactor (1)

Forsøksbetingelser for reaksjonen brompropan + NaOH

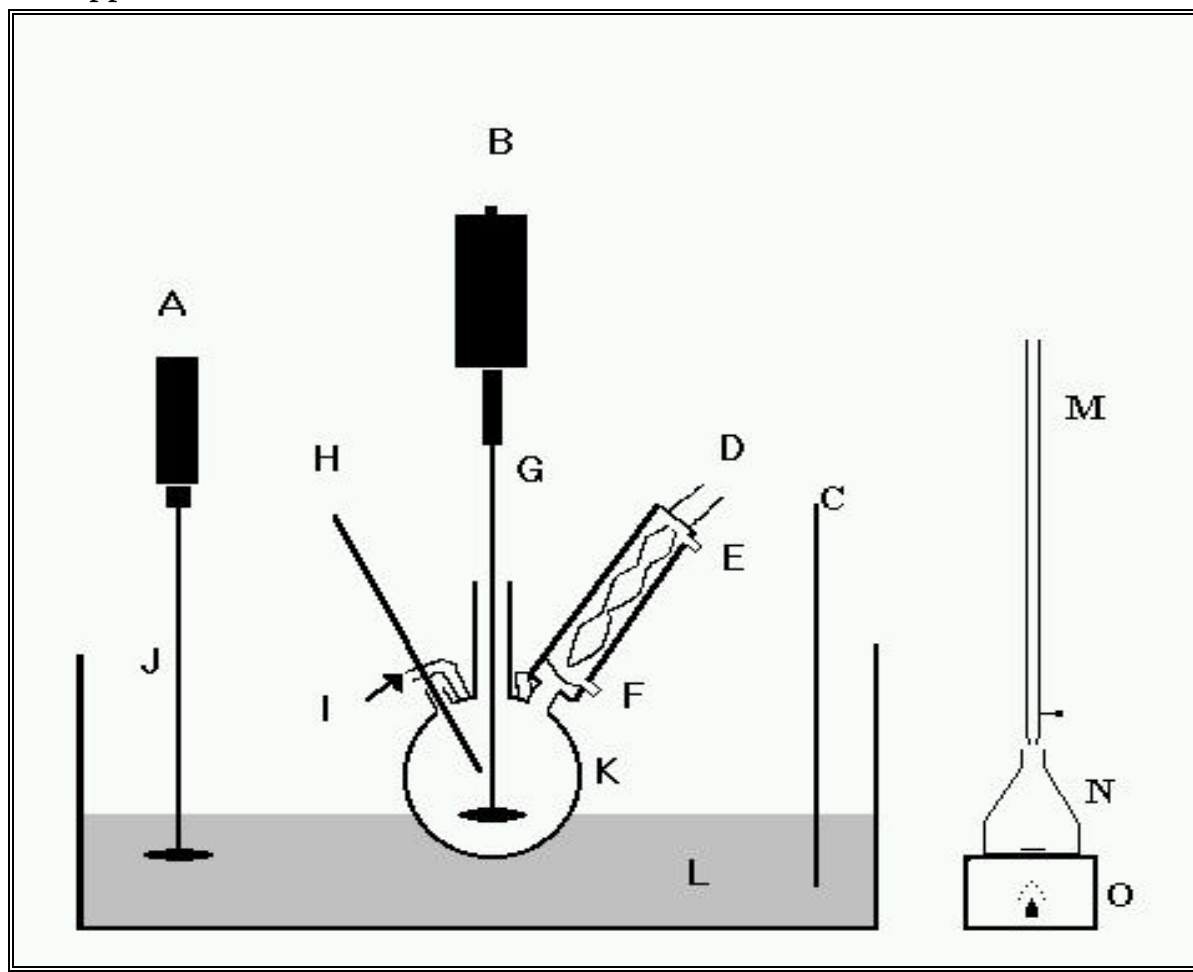
Tabell 1: Reaksjonsbetingelser for reaktortemperatur, startkonsentrasjoner og molbrøk DMSO.

Reaksjonsbetingelse	Lav verdi (-)	Høy verdi (+)
Temperatur [°C]	35	45
Startkonsentrasjon reaktanter [M]	0,03	0,06
Molbrøk, DMSO	0,4	0,6

Tabell 2: Forsøksbetingelser, forsøk 9 er repetisjon og forsøk 10 er en reproduksjon

Forsøk nummer	T [°C]	X _{DMSO}	C ⁰ _{reaktanter} [M]
1	-	-	-
2	-	+	-
3	-	-	+
4	-	+	+
5	+	-	-
6	+	+	-
7	+	-	+
8	+	+	+
9			
10			

Prinsippskisse

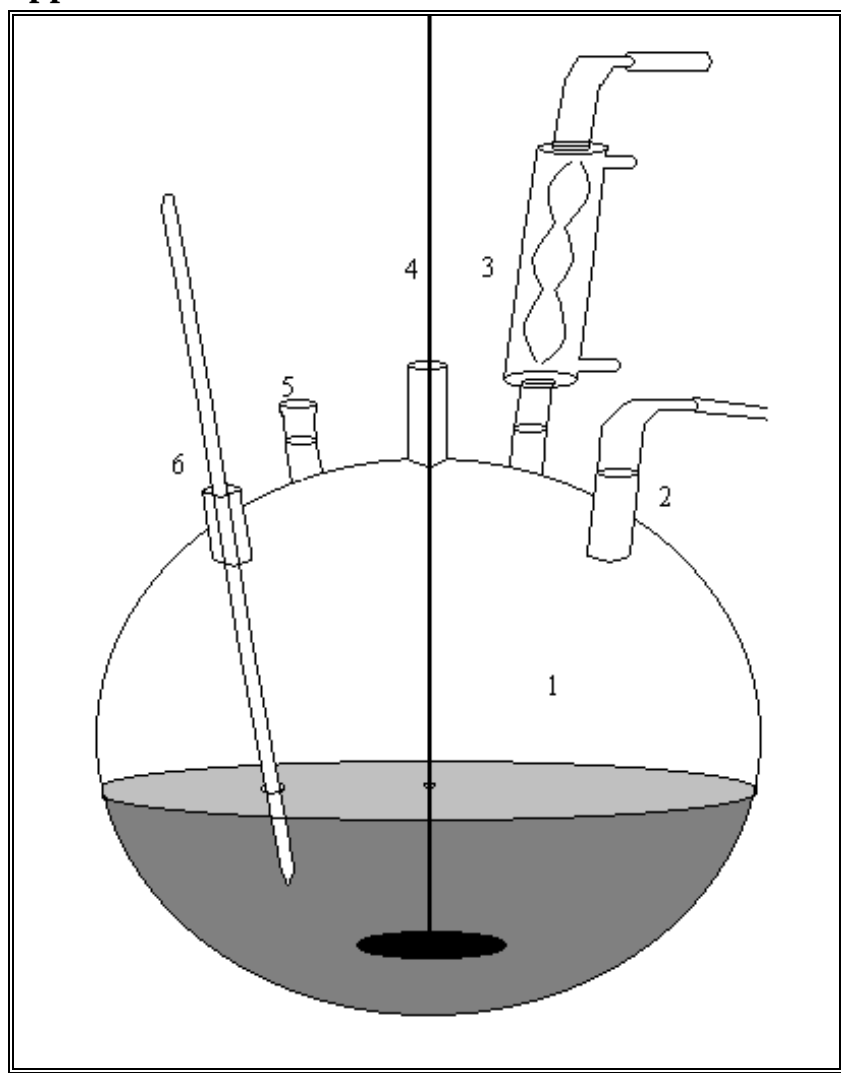


Figur 1 Skisse av forsøksoppsett

Figurbeskrivelse:

A	motor til propell	L	Vannbad
B	motor til glassrørestav	M	Automatbyrette
C	elektrisk kontakttermometer	N	Erlenmeyerkobe med magnet
D	nitrogen gass ut	O	Magnetrører
E	kjølevann ut		
F	kjølevann inn		
G	glassrørestav		
H	termometer i satsreaktor		
I	nitrogen gass inn		
J	propell		
K	satsreaktor		

Apparatuskisse



Figur 2 Apparatuskisse

Oversikt over utstyr som benyttetes under forsøket:

- | | |
|---|--|
| 1. Fem halset satsreaktor (500 ml) | 14. Begerglass (1 stykk, 2.0 liter, 2stykk 100 ml) |
| 2. Nitrogen-overgang | 15. Automatbyrette |
| 3. Kjøler | 16. Automatpippette |
| 4. Rørestav | 17. Trakt |
| 5. Propp til reaktor | 18. Pippetteballong |
| 6. Termometer ($T_{\max} = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$) | 19. Destillert vann flaske (500 ml) |
| 7. Stoppeklokke | 20. Termometer i satsreaktor |
| 8. Gummislanger | 21. Vannbad ($T_{\max} = 50^{\circ}\text{C}$) |
| 9. Isbad | 22. Elektrisk termometer ($T_{\max} = 50^{\circ}\text{C}$) |
| 10. Målekolber, med propp (2 stykk, 1 liter) | 23. Elektrisk rører til satsreaktor |
| 11. Målepippeter (5 stykk, 5 ml) | 24. Elektrisk rører til vannbad |
| 12. Målesylinder (500 ml, 100 ml, 10 ml) | 25. Gassvaskeflaske |
| 13. Erlenmeyerkolber (15 stykk, 250 ml) | 26. Magnetrører og magnet |

Framgangsmåte

Utstyret settes opp som vist i figur 1 og figur 2.

Standardløsninger av natriumhydroksid (1,0 M) og saltsyre (0,01 M) lages.

Løsninger av løsningsmiddel, vann og base tilsettes reaktoren. Mengder og konsentrasjoner må beregnes.

Løsningen i reaktor blandes og temperaturen må få tid til å innstille seg.

Erlenmeyerkolber med 75 ml destillert vann og 4-5 dråper fenolftalein settes på isbad, klar til overføring av prøveuttak.

Første prøve (5 ml) tas ut (kun NaOH) og deretter tilsettes halogen-hydrokarbon (f. eks brompropan, mengder må beregnes), reaktoren og klokken startes.

Prøver tas ut med varierende intervall, hyppig i starten (irreversibelt område) og med avtakende intervall mot slutten (reaksjonen blir etterhvert reversibel). Total reaksjonstid varierer avhengig av forsøksbetingelsene. Ta ut nok prøver til å få en god regresjonslinje i det irreversible området.

Prøvene titreres mot 0,01 M HCl til fargeomslag. Mengde reagert NaOH kan da bestemmes og disse data benyttes til å bestemme hastighetskonstanten k .

Determination of the reaction rate constant

As a S_N2 reaction occurs in a single step that involves both alkyl halide and nucleophile we can assume a second reaction order for our experiment. So the reaction rate constant can be determined by the integral method using the following equation:

$$\frac{1}{C_{NaOH}} - \frac{1}{C_{NaOH}^0} = kt \quad (1)$$

k = reaction rate constant [$1/M \text{ min}$]

t = time [min]

C_{NaOH}^0 = start concentration of NaOH [M]

C_{NaOH} = concentration of NaOH [M]

Influences on the reaction rate

There are different factors, which influence the reaction rate.

In our experiment we have to take especially into consideration the influence of the solvent and the temperature.

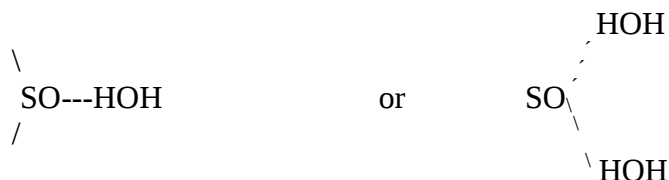
Solvent's influence

The velocity of a S_N2 reaction depends on the solvent. For a S_N2 reaction protic solvents containing OH^- groups are the worst, polar aprotic with strong dipoles are the best solvents. DMSO is a polar aprotic and water a protic solvent.

Protic solvents decrease the reaction rate, because they form hydrogen bonds to negatively charged nucleophiles. So the nucleophile's reactivity toward electrophiles is decreased.

In contrast to that, polar aprotic solvents favor S_N2 reactions by raising the groundstate energy level of the nucleophile reactant. Therefore the required activation energy is reduced and the reaction rate will increase.

Böckmann et al. describe, that experiments have shown, that in water-DMSO solutions strong bonds between H_2O - and DMSO-molecules are formed:



According to these facts we can say, that with a higher amount of DMSO in the solution, system's reactivity increases.

Temperature`s influence

The temperature`s influence on the system is described by the Arrhenius equation:

$$k(T) = Ae^{(-E/RT)} \quad (2)$$

$k(T)$ = reaction rate konstant

E = activation energy [J/mol]

A = preexponential factor

R = gas constant = 8,314 J/molK

T = absolute temperature [K]

From this equation it can be deduced, that the reaction rate constant and so the reaction rate can be increased by increasing the temperature.

The Arrhenius equation takes only into consideration the influence of the temperature. The other factors like the influence of the solvent, the ion-strength and the pressure are neglected.

Huskeliste for forberedelse til laboratorie forsøk i prosess kjemi:

- Sett opp en plan for gjennomføring av forsøkene
- Sett opp forslag til temperaturer, konsentrasjoner av reaktanter og molbrøk DMSO
- Sett dere inn i hvilke stoffer som benyttes, fyll ut kjemikalie kort, apparatur kort og signer ansvarserklæringen
- Beregn volum av reaktanter, vann og løsemiddel (DMSO)
- Sett opp reaksjonsligning og reaksjonsmekanisme (S_N2 reaksjon) for reaksjonen
- Utled hastighetsuttrykk for den aktuelle reaksjonen som 1. og 2. ordens reaksjon (Se Scott&Fogler kap 3.1). Hvilken reaksjonsorden er reaksjonen ?