

DESTILACIÓN SIMPLE

MATERIAL NECESARIO:

- manta calefactora
- pieza en ángulo
- aislante (lana)
- termómetro
- refrigerante
- matraz de destilación
- probeta graduada
- mezcla etanol y butanol
- mezcla de alcoholes
- pinzas

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

En esta práctica llevaremos a cabo dos destilaciones diferentes; una de una mezcla de alcoholes y otra de una mezcla etanol–butanol. Para la mezcla de etanol–butanol lo primero que destilamos es el componente más volátil, el que tenga un punto de ebullición menor, que en este caso es el etanol.

Pesamos el matraz de destilación y la probeta vacíos:

Balón + tapón + placa porosa = 122.39g.

Probeta(100 ml) = 36.82g.

Procedemos al montaje del dispositivo experimental:

Para recoger el destilado utilizaremos una probeta graduada de 100 ml y tenemos que poner el termómetro hasta que el bulbo llegue a la parte de debajo de la salida del vapor de la pieza en ángulo, para así medir correctamente las temperaturas a lo largo de toda la destilación.

PRIMERA DESTILACIÓN :

Para la destilación de la mezcla etanol–butanol, mediremos la composición inicial de la mezcla, la composición final de lo que hemos destilado y la composición de lo que queda en el balón por refractometría.

A partir de los valores que hemos obtenido de la medida del índice de refracción, podemos encontrar cual es la fracción molar del etanol:

$n = 1.3759$ $x_{et} = 0.61317$ (medida inicial de la mezcla)

$n = 1.3739$ $x_{et} = 0.7459$ (medida del destilado que hemos obtenido)

$n = 1.3884$ $x_{et} = 0.18389$ (medida del residuo que queda en el balón)

Para encontrar el valor de las fracciones molares de etanol en los diferentes momentos de la destilación, hemos hecho uso de una tabla que se encuentra en el laboratorio. Hemos medido el índice de refracción y por interpolación con los valores que tenemos en la tabla encontramos el valor de las fracciones molares para

nuestra destilación.

Colocamos dentro del balón de destilación 150 ml, de la mezcla etanol-butanol. Una vez hemos puesto el balón dentro de la manta calefactora y nos hemos asegurado de que el montaje está bien y seguro, empezamos la destilación.

Tomaremos la temperatura cuando veamos que aparece la primera gota de destilado y a partir de ese momento tomaremos la temperatura cada 5 ml, de destilado recogido en la probeta. Este procedimiento lo llevaremos a cabo hasta los 90 ml, en ese momento pararemos la destilación cerrando la manta calefactora y recogiendo las gotas que quedan aun por caer. En ningún momento apagaremos la refrigeración. Una vez el sistema ya se ha enfriado, pesaremos la probeta con el destilado y el balón. También mediremos los ml, que hay en cada uno de los dos.

Anotamos la temperatura del agua de refrigeración : $T = 16^{\circ} \text{C}$.

VOLUMEN(ML): TEMPERATURA($^{\circ}\text{C}$):

1ª gota 84

- 85
- 86
- 86
- 86.5
- 86.5
- 87.5
- 88
- 89
- 90
- 90
- 91.5
- 92.5
- 93.5
- 96
- 97
- 99
- 101

SEGUNDA DESTILACIÓN:

Para realizar la segunda destilación, utilizaremos una mezcla de alcoholes. En este caso en lugar de partir de 150 ml, de mezcla, partimos de 100 ml. En este caso no hará falta que midamos por refractometría el índice inicial y final.

Depositamos los 100 ml, de mezcla dentro del matraz y encendemos la manta calefactora. Tomamos la temperatura cuando veamos aparecer la primera gota de destilado y a partir de este momento cada 5 ml de destilado. Finalizaremos cuando tengamos 80 ml de destilado. En este momento apagaremos la manta calefactora y recogeremos las últimas gotas que quedan.

Cuando el sistema ya se haya enfriado, mediremos los ml de destilado y los que quedan en le balón, así como sus pesos.

VOLUMEN (ml) TEMPERATURA(°C)

1ª gota 84

- 84
- 84
- 85
- 85.5
- 86
- 86.5
- 87.5
- 89
- 89
- 90
- 92
- 94
- 96
- 99
- 102.5
- 103.5

DISCUSIÓN DE RESULTADOS:

• Cálculo de moles totales.

Vamos a realizar el cálculo de los moles totales contenidos en el balón de destilación antes (L_o) y después (L) del proceso.

Para realizar el cálculo haremos uso de la siguiente expresión:

M

$L = \frac{X M_e + (1-x) M_b}{\dots}$

$X M_e + (1-x) M_b$

En la que :

M =peso de la mezcla etanol-butanol (122.39g.)

M_e =peso molecular del etanol (46.0684g)

M_b =peso molecular del butanol (74.122g.)

X =fracción molar correspondiente al inicio y al final del proceso.

1-Moles totales en el balón de destilación antes del proceso:

$L_o = 2.1502$ moles

2-Moles totales en el balón de destilación al final del proceso:

$L = 1.7747$ moles

2.Cálculo del valor experimental $\ln (L_o/L)$:

Con los datos que hemos obtenido del cálculo de moles totales en el balón antes y después del proceso, procedemos al cálculo del valor experimental del $\ln (L_o/L)$:

$\ln (L_o/L) = 0.1930$

3.Tabla de valores en el equilibrio de la mezcla:

Procedemos a la construcción de una tabla de valores, con los datos de las fracciones molares del etanol en fase líquida y en fase vapor en el equilibrio.

X = fracción molar de etanol, en fase líquida en el equilibrio

Y = fracción molar de etanol, en fase vapor en el equilibrio

Nosotros tomamos el valor inicial y final de X :

$X_o = 0.613$

$$X = 0.184$$

Para la construcción de la tabla de valores hemos hecho uso de los datos facilitados en el informe:

X	Y	Y-X	1/(Y-X)
0.613	0.894	0.281	3.559
0.58	0.879	0.209	3.344
0.412	0.766	0.354	2.825
0.311	0.674	0.363	2.755
0.24	0.58	0.34	2.941
0.184	0.492	0.308	3.247

4. Representación gráfica 1/(Y-X) frente x:

Realizamos la gráfica siendo x los valores entre X y Xo. Una vez realizada la representación, evaluaremos cual es el area comprendida bajo la curva, por dos métodos diferentes: contado de cuadros y método de integración numérica de Simpson.

El área comprendida por debajo de la curva calculada mediante el contado de cuadros es : $S(f)=1.274$.

El área calculada por el método de Simpson es 1.038.

(Ver gráfica página siguiente).

5. Cálculo de la integral a partir de la volatilidad.

Tenemos que calcular la integral a partir de la ecuación de Lord Rayleigh cogiendo como límites de integración el punto inicial (Lo,Xo) y el final (L,X). La ecuación integrada es :

$$\ln(L_o/L) = \int_{x_o}^x \frac{dx}{(y-x)}$$

Para poder calcular esta integral tenemos que conocer la relación existente entre x e y, la cual nos viene dada por la volatilidad relativa (x), la cual consideraremos constante en todo el intervalo de trabajo, ya que sinó esta integral la tendríamos que resolver por otro método de integración.

La volatilidad relativa nos relaciona las fracciones molares en fase líquida y en fase vapor mediante la siguiente ecuación:

$$Y = x \cdot \frac{x}{1 + (x-1)x}$$

Calculamos la volatilidad relativa mediante los valores de x e y encontrados antes por interpolación lineal. Mediante la fórmula anterior encontramos la volatilidad relativa:

X	Y	x
0.58	0.879	5.260
0.412	0.766	4.671
0.311	0.674	4.580
0.24	0.58	4.373

Volatilidad relativa media: 4.721

Sustituyendo la ecuación de Lord Rayleigh en la de la volatilidad relativa e integrando obtenemos:

$$\ln(L_0/L) = (1/(x-1))(\ln(x_0/x) + x \ln((1-x)/(1-x_0)))$$

Ahora ya podemos calcular esta integral ya que solamente tenemos que sustituir los valores que tenemos en la ecuación integrada, ya que lo que nos interesa es el valor teórico de $\ln(L_0/L)$.

DATOS:

$X_0=0.613$ (fracción molar del etanol en la fase líquida antes de la destilación)

$X=0.184$ (fracción molar del etanol en la fase líquida después de la destilación)

$X=4.721$ (volatilidad relativa media)

Valor teórico de $\ln(L_0/L)=3.845$

6.Comparación de los valores del $\ln(L_0/L)$ teórico y experimental:

Hemos calculado los diferentes valores del $\ln(L_0/L)$ y vemos alguna diferencia entre ellos. Los valores obtenidos han sido:

- experimental: 0.193
- contado de cuadros: 1.274
- Simpson:1.038
- Lord Rayleigh:3.845

Vemos que el valor calculado experimentalmente es muy diferente de los teóricos debido a que el error experimental es muy grande, a parte de que podemos cometer errores con los cálculos matemáticos ya que vamos perdiendo cifras significativas.

Por otra parte consideraremos que el valor más exacto es el obtenido con la ecuación de Lord Rayleigh ya que solamente hemos utilizado las fracciones molares del etanol y su volatilidad media que hemos supuesto constante.

Para el cálculo por el método de Simpson he utilizado la ecuación siguiente para cada 3 puntos:

$$I=((X_3-X_1)/6)*(f(X_1)+4f(X_2)+f(X_3))$$

7.Cálculo para las dos operaciones de destilado:

Para las dos mezclas encontramos que:

–PUNTO DE EBULLICIÓN INICIAL:es la temperatura que marca el termómetro en el instante en que se observa que la primera gota de condensado cae del final del condensador.

–PUNTO DE EBULLICIÓN FINAL:es la máxima temperatura que se alcanza a lo largo de la destilación.

–% RECOGIDO:es el porcentaje (en volumen) de producto en el recogedor respecto al inicial.

–% RESIDUO:porcentaje (en volumen) de producto en el calderín al final de la destilación respecto al inicial.

–% TOTAL RECUPERADO:es la suma del tanto por ciento recogido y del tanto por ciento de residuo.

–% PÉRDIDAS:porcentaje total recuperado.

	Etanol–butanol	Alcoholes
Punto inicial de ebul.	84 °C	84 °C
Punto final de ebul.	104 °C	103.5 °C
% recogido	64.6%	80%
% residuo	33.66 %	19%
% recuperado	98.26%	99%
% pérdidas	1.74%	1%

8.Representación de la temperatura frente al tanto por ciento evaporado en las dos mezclas:

El tanto por ciento evaporado es la suma del porcentaje recogido y el de pérdidas.

MEZCLA ETANOL–BUTANOL:

% evaporado	Temperatura(°C)
5.073	85
8.407	86
11.74	86
15.07	86.5
18.41	86.5
21.74	87.5
25.07	88
28.41	89
31.74	90
35.07	90
38.41	91.5
41.74	92.5
45.07	93.5
48.41	96
51.74	97
55.08	99
58.41	101
61.74	104

MEZCLA DE ALCOHOLES:

% evaporado	Temperatura (°C)
6	84
11	84
16	85
21	85.5

26	86
31	86.5
36	87.5
41	89
46	89
51	90
56	92
61	94
66	96
71	99
76	102.5
81	103.5

En las gráficas de la temperatura frente al tanto por ciento evaporado observamos que a medida que la temperatura va aumentando, el tanto por cien de sustancia evaporada va aumentando.

En la mezcla etanol-butanol, como el etanol es el más volátil, el vapor formado se va enriqueciendo en el componente más volátil, es decir, el etanol.

Viendo la gráfica y los valores obtenidos, se ve que en la mezcla de alcoholes el punto de ebullición es más bajo.

9.Cálculo de las temperaturas correspondientes al 5, 25 y 60 % evaporado para las dos mezclas:

Para calcular estas temperaturas tenemos que hacer una interpolación lineal a partir de las tablas antes calculadas.

ETANOL-BUTANOL:

% evaporado	T (°C)
5	-----
25	87.99
60	102.4

MEZCLA DE ALCOHOLES:

% EVAPORADO	T (°C)
5	-----
25	85.9
60	93.6

Para un 5 % de evaporado no se ha podido calcular porque el primer volumen apreciable corresponde a un 5.07 % de evaporado en la mezcla etanol-butanol, y de un 6 % para la mezcla de alcoholes.