

OPERACIONES BÁSICAS DE LABORATORIO

INGENIERO QUÍMICO

Destilación simple y fraccionada

Departamento de Ingeniería Química

Práctica 3 y 4: Destilación. Determinación del grado alcohólico del vino y obtención de acetona purificada.

Objetivo:

Calcular el grado alcohólico del vino partiendo de 100 ml de vino.

Fundamento teórico:

Con el nombre de destilación se entiende la separación de los componentes de una mezcla líquida por vaporización de la misma, de tal manera que la composición del vapor obtenido sea distinta de la composición del líquido de partida resultando distinta también la composición del líquido residual, es decir del que queda sin destilar. Esta operación está basada en las distintas volatibilidades de las sustancias.

Se define volatilidad como la facilidad de una sustancia para pasar de su estado líquido a su estado gaseoso. Esta propiedad está íntimamente relacionada con el punto de ebullición de dicha sustancia porque a menor punto de ebullición mayor volatilidad. Se define como punto de ebullición, **PE**, la temperatura a la cual la presión de vapor del líquido iguala a la presión atmosférica.

La destilación es una de las operaciones básicas en Ingeniería Química, puesto que permite separar componentes de una mezcla líquida al estado puro. La destilación tiene grandes aplicaciones en la industria química debido a la sencillez y al escaso gasto económico del método.

Las composiciones del vapor producido cuando la mezcla empieza a ebullicir viene dada por los diagramas de equilibrio líquido-vapor o también llamados temperatura-composición. El diagrama más sencillo es para una mezcla binaria, con respecto al componente más volátil. Consideremos una mezcla formada por los componentes A y B, siendo A el componente más volátil.

Como podemos observar en el diagrama la temperatura en la cual “A” cambia de líquido a vapor es menor que la de “B”. También observamos que durante el cambio de estado la temperatura permanece constante debido a que la energía suministrada en forma de calor no se emplea para aumentar la temperatura sino para el cambio de estado.

Podemos observar también los llamados puntos de burbuja y puntos de rocío.

Los puntos de burbuja son aquellos que se encuentran sobre la línea L. En estos puntos es cuando aparece la primera burbuja de vapor. Los puntos de rocío son aquellos que se encuentran sobre la línea V. En estos puntos el vapor formado por condensación formará pequeñas gotitas de agua semejantes al rocío.

También observamos que el vapor formado está enriquecido en el componente más volátil por lo tanto a medida que avanza la destilación el residuo líquido se va empobreciendo en el componente más volátil.

A este diagrama podemos aplicar las leyes de **RAOULT** y **DALTON**.

La ley de Raoult enuncia que para una disolución ideal, la presión de vapor de un componente a una temperatura es el producto de la presión de vapor del componente puro por su fracción molar:

$$P_a = P_a^* \cdot X_a$$

La ley de Dalton enuncia que la presión total es la suma de las presiones parciales:

$$P_T = \sum_i P_i$$

i

Existen dos tipos de destilación: la simple y la fraccionada.

La diferencia entre ellas (aparte de la columna de destilación a utilizar), es que en la destilación simple no obtenemos un destilado puro, mientras que en la fraccionada si obtenemos el destilado puro.

En la destilación fraccionada, se destila a la temperatura del líquido más volátil, mientras que la temperatura del residuo aumenta hasta obtener el 0% en el diagrama temperatura composición del componente más volátil.

La limitación en la destilación para obtener componentes puros, viene dada por los azeotropos. Los azeotropos son puntos en el diagrama temperatura composición en los cuales la composición del destilado y del residuo es la misma, es decir se produce un estrangulamiento en el diagrama, y la destilación no puede seguir avanzando.

Por ejemplo en el caso del Etanol y el agua se produce un azeotropo de temperatura mínima cuando la composición de etanol es del 96%.

Procedimientos:

Para comenzar la práctica lo primero y fundamental es realizar el montaje del equipo de destilación, y tomar la muestra a destilar, (100 ml de vino en este caso) con unas pequeñas piezas de material poroso, como la cerámica, con el objetivo de que se formen las burbujas de vapor sobre la superficie del material poroso y no salten violentamente.

Se coloca el matraz con los 100 ml de vino a destilar encima de la manta calefactora, y en la boca del matraz se coloca la columna por la cual ascenderá el vapor destilado. Se sitúa el termómetro correctamente, de tal manera que pueda mediar la temperatura del vapor que asciende. En el brazo que sale de la columna se coloca correctamente el sistema de refrigeración del vapor, consistente en una entrada y una salida de agua, siempre la entrada por abajo para que así salga el aire. Por último al final del brazo se coloca una probeta para recoger el destilado.

Una vez instalado el equipo de destilación simple conectamos la manta calefactora para empezar a aplicar calor a la mezcla, y medimos tanto su temperatura como su volumen a intervalos de dos minutos, hasta pasados 8-10 minutos después de alcanzar los 98°C, para cerciorarnos de que todo el etanol y todo el agua ha destilado.

Tomamos 98°C como la temperatura de ebullición del agua puesto que sería 100°C para presión 1 atm, como en nuestro caso la presión es ligeramente mas baja que 1 atm realizando los cálculos en base a la definición de punto de ebullición la temperatura de ebullición del agua es 98°C.

Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

Tiempo (min)	Temperatura (° C)	Volumen (ml)
2	27	0
4	31	0
6	59	0
8	86	2
10	88	5
12	89	8
14	89	9
16	90	10
18	91	11
20	94	13
22	95	17
24	96	20,5
26	97	25
28	98	28,5
30	98	32,5
32	98	36,5
34	98	41
36	98	45
38	98	49

Una vez dada por finalizada la destilación, recogemos el destilado y agregamos agua hasta obtener 100 ml de mezcla etanol agua, puesto que partimos de 100 ml de vino,

Agitamos bien para que se mezclen correctamente los dos componentes.

Una vez realizado esto introducimos un densímetro, para ver en función de la densidad de la mezcla los grados de etanol que hay, es decir el % en volumen.

Un densímetro es un instrumento de laboratorio que sirve para, en función de la densidad de una mezcla, determinar la composición en volumen. Según lo que se hunda el aparato en la mezcla tiene una composición u otra. En nuestro caso el densímetro estaba especialmente calibrado para mezclas etanol-agua.

Obtuvimos que el vino destilado tiene un porcentaje de etanol de **12 %**

En la práctica de destilación fraccionada (purificación de la acetona), el equipo de trabajo es parecido y los procedimientos similares.

La columna por la cual sube el destilado en forma de vapor está compuesta por un tubo con una especie de cristales refrigeradores por dentro, que hace que el vapor destilado vuelva a caer a la mezcla y que cada porción de vapor que sube por la columna esté más enriquecida en el componente más volátil.

El objetivo de esta práctica es extraer tres muestras de destilado partiendo de una mezcla de 25 ml de agua y otros 25 ml de acetona:

La primera muestra contendrá 15 ml de acetona, 15 ml de acetona y agua, y la tercera solo agua.

Más tarde quemando dichas mezclas comprobamos que es posible una destilación fraccionada puesto que el primer destilado (acetona) arde completamente, el segundo destilado (acetona y agua) arde parte y parte queda sin quemar, y el tercer destilado (agua) no arde.

En base a esto sabemos que la primera muestra se recoge a unos 53°C 54°C que es la temperatura de ebullición del agua, la segunda muestra y tercera muestra se recogen ambas a 98°C .

Se mide la temperatura a intervalos de dos minutos:

Tiempo (min)	$T^{\circ}\text{C}$
2	27
4	33
6	42
8	50
10	53
12	53
14	53
16	53
18	53
20	53
22	60
24	75
26	83
28	95
30	98
32	98
34	98
36	98

En la gráfica podemos ver claramente como una vez alcanzada la temperatura de ebullición de la acetona (53°C), esta temperatura permanece constante debido a que la energía se está empleando en el cambio de estado.

Materiales utilizados:

-Equipo de destilación simple

-Equipo de destilación fraccionada

-Manta calefactora

-Placa petri

-Porciones de material poroso

-Acetona

-Vino

â Conclusiones:

En la primera prÃctica no tuvimos ningÃn problema obteniendo un porcentaje alcohÃlico en el vino del 12%, resultado coherente puesto que la botella marcaba eso.

En la segunda prÃctica el Ãnico problema que tuvimos fue con la manta calefactora que no enchufaba correctamente, por lo demÃs fuimos capaces de extraer correctamente las tres muestras pedidas.

2