

PRÀCTICA 1.1

SEPARACIÓ I PURIFICACIÓ PER DESTIL·LACIÓ D'UNA BARREJA D'AIGUA-ACETONA. IDENTIFICACIÓ PEL PUNT D'EBULLICIÓ I PER L'ÍNDEX DE REFRACCIÓ.

- Introducció teòrica

La destil·lació és una de les principals tècniques per separar barreges de líquids. La separació es fundamenta en la diferència de la pressió de vapor dels diferents components d'aquesta. Al calentar-se la mescla els components s'evaporen per condensar-se posteriorment i durant el procés, el vapor (i per tant el condensat) s'enriqueix amb els components més volàtils.

Existeixen diferents tipus de destil·lacions, i cadascuna té les seves particularitats (destil·lació simple, fraccionada, al buit, per arrosejament de vapor, de curt recorregut,...). En el nostre cas, barreja aigua-acetona, aplicarem la **destil·lació fraccionada**, ja que la destil·lació simple ens resultaria insuficient (perquè la diferència entre els punts d'ebullició és massa petita). A la pràctica utilitzarem una columna fraccionadora o tub de Vigreux, a través de la qual la fase vapor i la fase condensada flueixen en direccions oposades.

En el nostre cas, per **calentar** utilitzarem una manta calefactora, perquè volem fer una destil·lació aigua-acetona, i aquestes mantas només són convenientes per la destil·lació de disolvents o per calentar còpostos tèrmicament estables sota reflux. Per evitar la formació d'escuma (a pressió atm.) utilitzarem pedra pòmez.

El **refredament** s'efectuarà mitjançant el pas d'aigua freda a través del condensador.

Tot i el que em explicat, hi ha certes mescles de líquids que no poden separar-se per destil·lació tot i que la diferència entre els seus punts d'ebullició sigui considerable: són els **azeòtrops**. Aquestes barreges formen un vapor de composició constant en el punt d'ebullició denominat azeotròpic (el qual és menor que el p.e de qualsevol dels components i determina el azeòtro mínim). Aquesta barreja continuarà destil·lant-se mentres que la quantitat de cadascun dels components al matraç sigui suficient. Durant la condensació l'azeòtrop pot separar-se en dues fases líquides.

- Fonaments

El fonament de la destil·lació consisteix simplement en la diferència de pressions de vapor, és a dir, dels punts d'ebullició.

Índex de refracció: Per mesurar-lo s'utilitza el refractòmetre, sent els més comuns el refractòmetre de immersió i el Abbe (aquest últim el més utilitzat). El refractòmetre Abbe consisteix en una font lluminosa, un parell de prismes mòbils entre els quals se situa la mostra, dos prismes mòbils de amici (compensen la diferència en el grau de refracció de la llum a les diferents longituds d'ones), un visor per observar el camp en el que es produeix la refracció, i una escala per llegir l'índex de refracció.

- Objectius de la pràctica

L'objectiu d'aquesta pràctica és separar l'aigua de l'acetona d'una mescla aigua-acetona a través d'un procés de separació i purificació, la destil·lació fraccionada. Finalment, identificarem l'aigua i l'acetona pel seu punt d'ebullició i per l'índex de refracció. A continuació, estimarem la densitat de cadascun dels recollits i comprovarem la seva solubilitat en altres productes.

– Material – Reactius

- 2 suports – H₂O mescla
- 2 pinzes – Acetona
- 2 nous – Metanol
- manta calefactora – Hexà
- termòmetre
- gomes
- columna de Vigreux
- tub refrigerant
- tub col·lector
- colze amb tub lateral (peça en T)
- baló de 100ml
- clips
- suport de suro
- perdres poreoses
- vasos de precipitats
- probeta de 10ml
- 1 refractòmetre

– Metodologia

Primer de tot col·loquem els 30ml de la mescla aigua–acetona en un baló de 100ml, previament tarat, i procedim a pesar el contingut.

Tot seguit, i amb molta cura, preparem el muntatge de destil·lació fraccionada amb una columna de fraccionament Vigreux, una peça en T amb termòmetre, un condensador amb tubs de goma i un colze colector senzill, tot assegurat amb els clips i agafat als pues amb pinzes i nous, per evitar així qualsevol imprevist i/o risc. A la boca del tub col·lector posem un erlenmeyer (tarat, evidentment). Una cosa que no cal oblidar és posar un parell de pedretes pòmez, que ens ajuden a regular la reacció quan calentem.

Ara fem passar aigua pel condensador i comencem a escalfar (posem la manta a una potència propera al 75%, tot i que al principi li donem una mica de canya pq agafi una bona temperatura).

Ara ens dediquem a esperar una mica, fins que la dissolució comenci a bullir. En aquest moment el vapor comença a pujar per la columna de Vigreux, i quan el front de líquid/vapor arriba al termòmetre baixem una

mica la potència de la manta. Sabent prèviament que el p.e de l'acetona és més baix que el de l'aigua, podem deduir que aquest vapor és l'acetona. Aquest vapor comença a condensar quan passa pel refrigerant i cau sobre el recipient que hem posat. Abans de posar el erlenmeyer com hem explicat abans, posem un vas de precipitats per recollir les primeres gotes de la destil·lació, ja que aquestes no son totalment pures degut a impureses. Seguidament posem l'esmentat erlenmeyer, on recollirem acetona líquida pura (regulem pq caigui una gota per segon aproximadament)

Ara viem que la destil·lació ha parat considerablement, així que treiem l'erlenmeyer i tornem a posar el vas de precipitats anterior per recollir el que no volem. Tornem a posar la manta a una potència elevada i vigilem atentament el termòmetre. Arribem als 98°C i canviem el vas per una una probeta de 10ml, on recollim l'aigua destil·lada (agafem prop d'uns 9ml, una miqueta més). A continuació apaguem la manta i deixem correr aigua pel condensador per refredar. Hem d'esperar uns 10 minuts, així que aprofitem per netejar el que calgui i per descansar una mica.

Després d'uns minuts de relax tornem a la feina. Tanquem l'aigua i ho desmolem tot. Els productes obtinguts els guardem amb molta cura, ja que ara ens toca treballar amb ells. Ara que ja estan freds, pesem l'acetona i l'aigua obtingudes en la balança de precisió.

Ara fem l'índex de refracció de cadascun dels dos productes utilitzant el **refractòmetre**. Primer agafem una mica d'acetona amb una pipeta Pasteur i posem una o dues gotes. Ajustem la llum per obtenir el màxim d'iluminació; les línies en forma de creu del visor visualitzen a través de l'ocular; la posició de la línia de separació entre la zona blanca i negra s'ajusta de manera que coincideixi amb la intersecció de les línies de forma de creu. En aquest moment podrem llegir l'índex de refracció de l'acetona. El mateix farem per calcular el de l'aigua destil·lada.

Una vegada fet això ens toca veure la solubilitat d'ambdós productes. Agafem 4 tubs d'assaig petits; en dos d'ells posem 0,25ml de metanol i en l'altre 0,25ml d'hexà. Seguidament afegim 0,25ml d'acetona sobre els 0,25ml de metanol i uns altre 0,25ml sobre els 0,25ml d'hexà. El mateix amb l'aigua. Ja hem acabat la primera pràctica!

NOTA: en tot moment hem acatat les normes del laboratori. Sempre amb la bata posada i treballant amb guants, sense oblidar-nos de tenir les gafes a mà per si utilitzem algun compost perillós o si hi ha perill de projecció.

- Resultats i discussió

Indiqueu el punt d'ebullició, l'índex de refracció i la densitat de l'acetona recollida i compareu-los amb els descrits a la bibliografia.

- punt ebullició acetona ----- 58°C (ràpidament assoleix 58°C i comença a destil·lar)

- índex refracció acetona ----- 1,36

baló de 100ml + aro de suro = 73,2g. 30ml mescla H₂O-acetona + baló = 99,8g.

Mescla H₂O-acetona = 26,6g.

tara erlenmeyer acetona = 59,5g.

acetona = 12,6g.

pes erlenmeyer + acetona = 72,1g

I el volum d'aquests 12,6 g. mesurats en una probeta de 100ml és... 16ml

Lavors la seva densitat:

massa 12,6g

"Acetona = = = 0,7875 g/ml

volum 16ml

Indiqueu el punt d'ebullició, l'índex de refracció i la densitat de l'aigua recollida i compareu-los amb els descrits a la bibliografia.

– punt ebullició aigua ----- 100°C (és molt més lent que l'acetona)

– índex refracció aigua ----- 1,335

tara probeta 10ml = 7g.

H₂O = 9g.

pes probeta 10ml + H₂O = 16g.

I el volum que vam recollir va ser de 9,375ml (una miqueta més dels 9ml que ens demanava).

Lavors la seva densitat:

massa 9g

"Aigua = = = 0,96 g/ml

volum 9,375ml

Quin és el rendiment màssic de la destil·lació per cada component?

Com hem calculat abans, el pes de la mescla inicial de aigua–acetona era de 26.6g. Lavors per calcular el rendiment de cada substància només cal dividir els grs obtinguts pels totals de la mescla i multiplicar per 100. Fem-ho doncs...

12,6g.

RendimentAcetona = $\frac{12,6}{26,6} \cdot 100 = 47,37 \%$

26,6g.

9g.

RendimentAigua = $\frac{9}{26,6} \cdot 100 = 33,83 \%$

26,6g.

Indiqueu la diferència de solubilitats de cada líquid.

Les mescles amb alcans que hem fet donen els següents resultats:

H₂O – Hexà ----- no miscible (es formen dues fases)

H₂O – Metanol

Acetona – Hexà ----- miscibles

Cetona – H₂O

– Qüestions

Expliqueu la diferència de punts d'ebullició entre l'aigua i l'acetona.

El que volem respondre aquí és perquè l'aigua té un punt d'ebullició tan gran respecte l'acetona. L'aigua està formada per molècules d' H₂O, i aquestes estan unides entre sí per unes forces anomenades **punts d'hidrogen**. Aquestes forces, que es donen en el cas de l'aigua entre l'oxigen i l'hidrogen, fa que es necessiti més energia per poder separar aquestes molècules i portar l'aigua a l'estat vapor.

dibuix

Expliqueu la diferència de solubilitats de l'acetona i l'aigua en metanol i en hexà.

• en hexà:

L'hexà (C₆H₁₄) és, com es pot comprovar, una molècula totalment **apolar**. La unió entre aquestes molècules es fa per mitjà de les forces de **Van der Waals**, que són bastant dèbils. Amb això arribem a la conclusió que l'hexà no és soluble en aigua perquè és incapaç de trencar els punts d'hidrogen que formen aquestes últimes. Tot i que augmentem la T^a, aconseguirem trencar alguns punts d'hidrogen però mai aconseguirem la interacció entre les molècules d'hexà i d'aigua. En el cas de l'acetona, les molècules que la formen (CH₃–CHO) estan unides entre elles per forces molt més dèbils que els punts d'hidrogen de les molècules d'aigua, per tant més fàcils de trencar i que poden interaccionar amb les molècules d'hexà; tot això ens porta a dir que l'acetona sí que és soluble en hexà.

b) en metanol

El metanol (CH₃OH) és miscible tant amb l'acetona com amb l'aigua, ja que té la suficient força per trencar els punts d'hidrogen de l'aigua (ja que ell també en té), tot i que aquesta solubilitat cal dir que anirà disminuint a mida que afegim C a la cadena, ja que aquests formen la part hidròfoba de la molècula. Pel que fa a l'acetona, les dues són molècules polars i la seva interacció és indisutable.

Per a què serveixen les pedres poroses?

Aquestes pedres poroses que afegim controlen l'ebullició, ja que la mescla al bullir forma bombolles a la superfície i les reaccions es tornen més violentes. Les pedres són uns controladors que el que fan és que aquestes bombolles es formin però sobre les seves superfícies, és a dir, al fons del matràs, el que comporta més tranquil·litat a la reacció.

En la destil·lació aigua–etanol no es pot separa completament els seus components degut a l'existència d'un azeòtrop. Expliqueu que és un azeòtrop i que es podria fer per poder separa completament una barreja aigua–etanol. Busqueu altre barreja de líquids que formi azeòtrop.

Azeòtrops: Hi ha certes mescles de líquids que no poden separar-se per destil·lació encara que la diferència entre els p.e dels seus components sigui considerable. Aquestes mescles, tal com hem explicat a la introducció teòrica, formen un vapor de composició constant en el punt d'ebullició denominat azeotròpic (el qual és menor que el p.e de qualsevol dels components i determina al 2azeòtrop mínim). Aquesta mescla azeotròpica (o mescla d'ebullició constant) continuarà destilant-se mentre que la quantitat de cadascun dels components en el matràs sigui encara suficient. Durant la condensació l'azeòtrop pot separar-se en dues fases líquides.

Pel que fa a la purificació de la barreja azeotròpica aigua-etanol: l'alcohol absolut comercial (el qual pot contenir 0,01% o més d'aigua) es tracta amb sodi (aproximadament 7g/l) en absència d'humitat. Quan la formació de l'etòxid és total, s'adicionen aproximadament 30g de ftalat de dietil i es sotmet a reflux durnt 2 hores, per després destilar.

Hi ha moltes barreges de líquids que formen azeòtrops, com poden ser...

- aigua-cloroform
- aigua-toluè
- aigua-acetonitril
- ...