

PRÁCTICA N° 5
DESTILACIÓN SIMPLE Y
FRACTIONADA

Conocimientos Previos:

El estudiante debe ampliar sus conocimientos sobre separación de mezclas por destilación simple y fraccionada, investigando en textos impresos o publicados en sitios de internet serios.

Marco teórico

La destilación constituye el método más frecuente e importante para la purificación de líquidos. Se utiliza siempre en la separación de un líquido de sus impurezas no volátiles, y cuando éste sea posible separar dos o más líquidos.

Líquidos puros

Cuando un líquido puro se introduce en un recipiente cerrado y vacío parte del mismo se evapora hasta que el vapor alcanza una determinada presión que depende sólo de la temperatura. Esta presión, que es la ejercida por el vapor en equilibrio con el líquido es la tensión de vapor del líquido a esa temperatura. Cuando la temperatura aumenta, la tensión de vapor también aumenta regularmente hasta que llega un momento en que la tensión de vapor alcanza el valor de 760 mmHg, entonces, si el líquido está en contacto en el exterior, comienza a hervir. La temperatura a la que ésto ocurre recibe el nombre de punto de ebullición normal del líquido en cuestión y es una constante característica para cada líquido.

Mezclas de líquidos

Cuando se calienta una solución o una mezcla de dos o más líquidos, el punto de ebullición normal es entonces la temperatura a la cual la presión de vapor total de la mezcla es igual a la presión atmosférica (760 mmHg). La presión de vapor total de una mezcla es igual a la suma de las presiones de vapor parciales de cada componente. La ley de Raoult indica que en una mezcla binaria ideal líquido-líquido, la presión parcial de un componente en una disolución a una temperatura dada, es igual a la presión de vapor de la sustancia pura multiplicada por su fracción molar en la solución.

Ley de Raoult:

Donde: P_i .- Presión parcial del componente i en la disolución
 P_i° .- Presión de vapor del componente i puro

X_i .- Fracción molar del componente i en fase líquida

De la ley de Raoult se puede deducir lo siguiente: 1.-) El punto de ebullición de una mezcla depende de los puntos de ebullición de sus componentes y de sus proporciones relativas; 2.-) En una mezcla cualquiera de dos líquidos, el punto de ebullición está comprendido entre los puntos de ebullición de los componentes puros y 3.-) El vapor producido será siempre más rico en el componente de punto de ebullición más bajo.

Existen sustancias que en ciertas proporciones forman mezclas llamadas azeotrópicas, que se caracterizan porque su vapor tiene la misma composición que la fase líquida y por tanto no se pueden separar por destilación. Un ejemplo típico es la mezcla azeotrópica formada por el etanol y el agua (95,6% de etanol y 4,4 % agua), cuyo punto de ebullición a una atmósfera es de 78,2 °C.

Siempre que se tenga una mezcla de dos o más componentes que se diferencien suficientemente en sus puntos de ebullición, se podrá separar en sus componentes por destilación. Se pueden distinguir cuatro tipos principales de destilación: destilación sencilla, destilación fraccionada, destilación al vacío y destilación por arrastre con vapor (esta última se estudiará en la práctica 6 de este curso).

Destilación simple

En la destilación simple se utiliza el aparato representado en la figura 1, montado sobre dos soportes; consta de un matraz fondo que descansa sobre una rejilla metálica con asbesto que está sobre un aro metálico, el matraz de destilación va unido a un cabezal de destilación provisto de un termómetro, luego a un refrigerante por la que circula agua en contracorriente. Finalmente el extremo inferior del refrigerante se une al codo de destilación que conduce el destilado al cilindro colector.

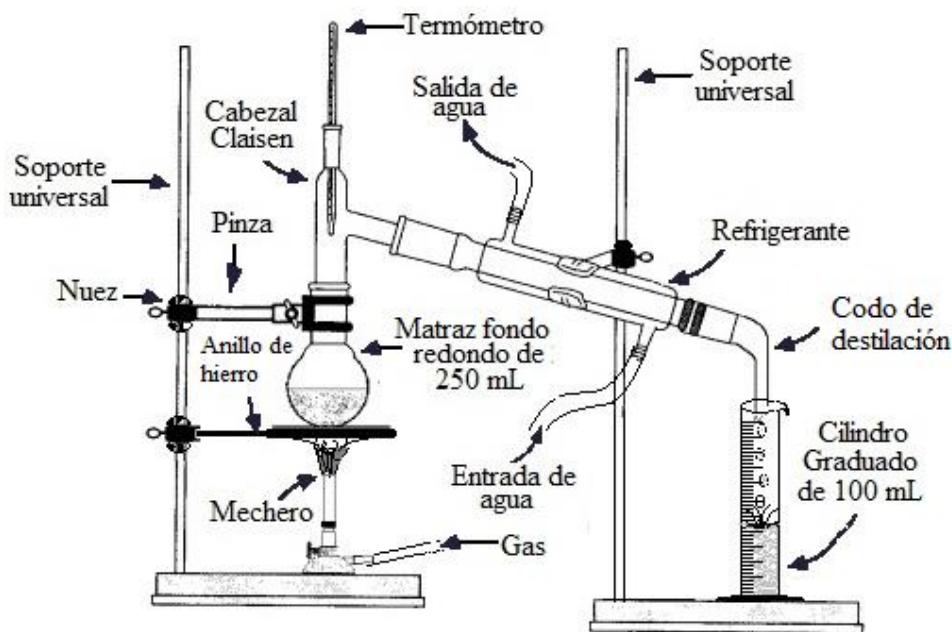


Figura 1.- Aparato de destilación simple.

El líquido que se quiere destilar se pone en el matraz fondo redondo (que no debe llenarse mucho más de la mitad de su capacidad) y se calienta con el mechero con una llama moderada. Cuando se alcanza la temperatura de ebullición del líquido comienza la producción apreciable de vapor, condensándose parte del mismo en el termómetro y en las paredes del matraz. La mayor parte del vapor pasa a través del cabezal de destilación al

refrigerante donde se condensa debido a la corriente de agua fría que asciende por la camisa de éste. El destilado (vapor condensado) escurre al cilindro colector a través del codo de destilación.

Durante la destilación el extremo superior del bulbo termométrico debe quedar justamente a la altura de la horizontal que pasa por la parte inferior del cabezal de destilación ver figura 1, de tal forma que todo el bulbo sea bañado por el vapor que asciende. La destilación debe hacerse con lentitud pero sin interrupciones, manteniendo para ello el calentamiento adecuado.

Casi todos los líquidos tienden a sobrecalentarse (alcanzar una temperatura algo superior al punto de ebullición). Se encuentran entonces en un estado metaestable que se interrumpe periódicamente al formarse súbitamente una gran burbuja de vapor en el seno del líquido. Se dice entonces que este hierve a saltos. Para evitar ésto, antes de iniciar la destilación se añaden al líquido uno o dos trocitos de porcelana porosa (piedras de ebullición), cuyos pequeños poros constituyen un lugar adecuado para la formación de núcleos de burbujas, hirviendo así el líquido normalmente al alcanzarse la temperatura de ebullición. Si el líquido se abandona cierto tiempo a una temperatura inferior a su punto de ebullición, entonces los poros de la porcelana se llenan de líquido y ésta pierde su efectividad. Para la adición de un nuevo trocito de porcelana porosa, el líquido debe enfriarse por debajo de su punto de ebullición; la adición de un trocito de material poroso a un líquido sobrecalentado provoca una ebullición repentina que puede ser violenta (peligro de incendio y quemaduras).

La existencia de una capa de sólido en el fondo del matraz de destilación puede ser causa de violentos saltos durante la destilación, especialmente si se utiliza un calentamiento local fuerte en el fondo del matraz. Mediante la destilación simple que se acaba de describir se pueden separar mezclas de dos componentes que hiervan con una diferencia de puntos de ebullición de al menos 50-80°C.

Destilación fraccionada

Cuando se tiene mezclas de sustancias cuyos puntos de ebullición difieren de 30-50°C se pueden separar adecuadamente por destilación fraccionada.

Esta es una técnica que permite la realización de una serie de destilaciones simples en una sola operación continua. Una columna sencilla como la representada en la figura 2, puede rellenarse con cualquier tipo de sustancia inerte que posea gran superficie, por ejemplo anillos o hélices de vidrio, alambre, trocitos de arcilla, fragmentos de porcelana o de carburo, etc.

Un aparato de destilación fraccionada se muestra en la figura 3, en éste a medida que los vapores calientes suben a través del relleno, se van condensando en todas las zonas de la columna. El condensado gotea a través del relleno; al gotear y descender tiene lugar un intercambio de calor continuo con los vapores calientes, que continúan ascendiendo por toda la superficie del relleno. Si el condensado acepta en algún punto calor de los vapores se reevapora y el vapor formado será más rico en el componente más volátil que el condensado, a la vez, el vapor al haber perdido calor por habérselo cedido al condensado, se condensa parcialmente. Este condensado es más rico en el componente menos volátil.

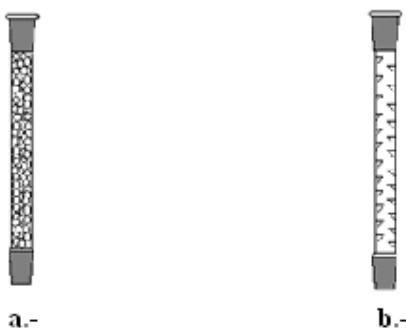


Figura 2.- Columnas de destilación: a) Columna de relleno sencilla.; b) Columna Vigreux .

Cuando este proceso se repite muchas veces a través de toda la altura de una columna eficaz, acaba por producir vapor puro del componente de menor punto de ebullición, que pasa a través del cabezal de destilación hacia el refrigerante. El residuo en el matraz de destilación se va enriqueciendo, mientras tanto, en el componente de mayor punto de ebullición de una manera continua.

El componente de menor punto de ebullición continúa pasando a su temperatura de ebullición hasta que se separa completamente de la mezcla. Entonces, la temperatura de los vapores que destilan se eleva hasta el punto de ebullición del componente menos volátil de forma que este empieza a llegar al refrigerante. Se denomina destilación fraccionada a la totalidad del proceso.

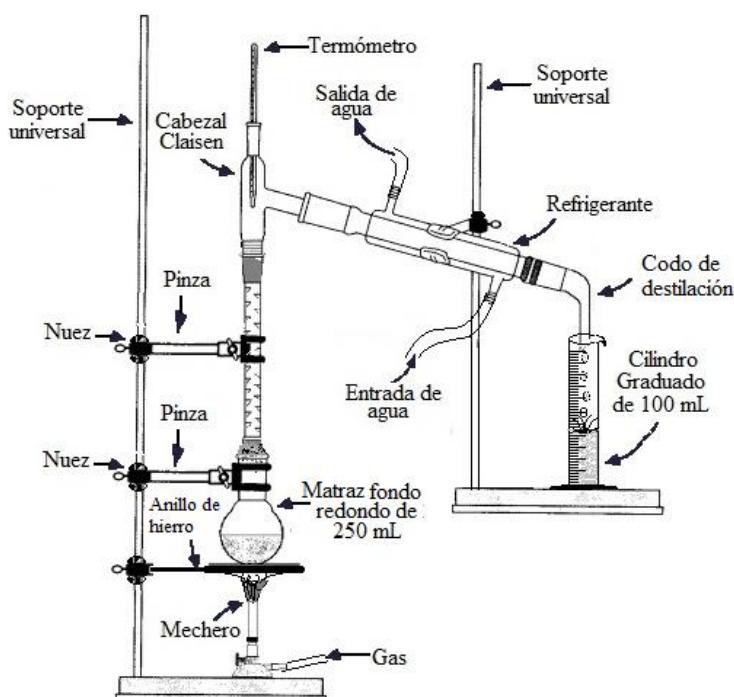


Figura 3.- Aparato de destilación fraccionada

Destilación al vacío

Es una forma de destilación simple o fraccionada que se efectúa a presión reducida. Muchas sustancias no pueden purificarse por destilación a presión atmosférica porque se descomponen antes de alcanzar sus puntos de ebullición normales (no se usa mechero, pero si el baño de hielo). Otras sustancias tienen puntos de ebullición tan altos que su destilación es difícil (se usa el mechero). Hay sustancias que al destilarlas normalmente polimerizan, convirtiéndose en un material no deseado (no se usa el mechero, pero si el baño de hielo). En todos estos casos es conveniente emplear la destilación al vacío, también llamada destilación a presión reducida.

Como ya se ha indicado un líquido comienza a ebullir a la temperatura en que su presión de vapor se hace igual a la presión exterior, por tanto, disminuyendo ésta se logrará que el líquido destile a una temperatura inferior a su punto de ebullición normal. Esta técnica no será objeto de estudio en esta práctica, sólo se mencionará para que el estudiante tenga conocimiento de la misma y para que sepa en qué momento y con qué tipo de mezcla se debe utilizar.

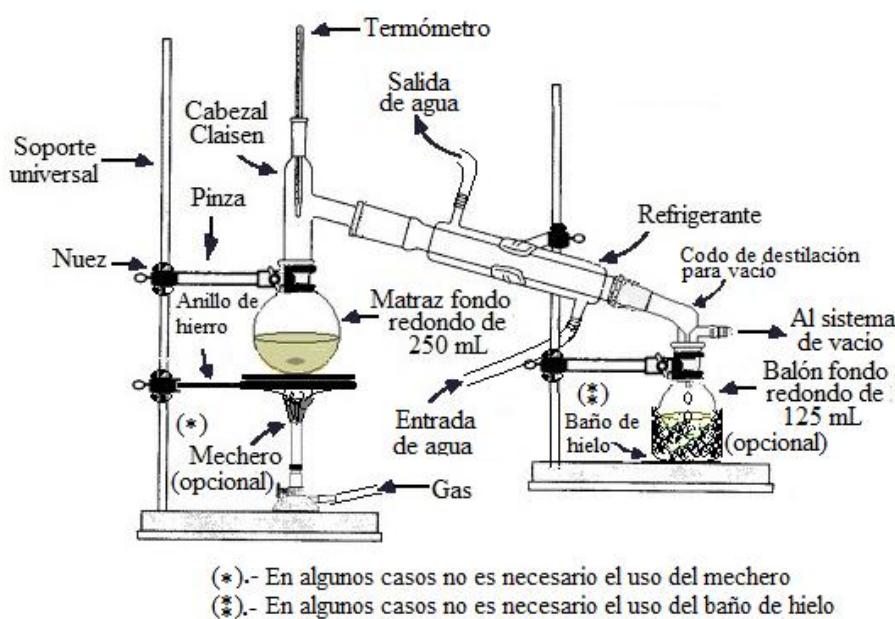


Figura 4.- Aparato de destilación al vacío

Objetivos:

- 1.- Purificar un líquido por medio de la destilación simple y de la destilación fraccionada.
- 2.- Establecer criterios por parte del alumno de cuándo utilizar una destilación simple y/o cuándo una destilación fraccionada, así como las diferencias experimentales de ambas técnicas.

Procedimiento

1.- Destilación simple

1.- Arme el aparato de acuerdo a la figura 1. En el matraz de destilación de 250 ml coloque 100 mL de la mezcla de agua-acetona suministrada, agregue 2 ó 3 piedras de ebullición.

2.- Antes de empezar a destilar, pida al profesor que revise el armado del aparato, para verificar si está correcto. Destile el líquido calentando moderadamente.

3.- Al comenzar la ebullición regule la llama de modo de establecer una velocidad de destilación de aproximadamente una gota por segundo. Recoja las primeras gotas del destilado (cabeza de destilación) en un vaso de precipitados y deséchelas, luego coloque un cilindro graduado de 100 mL o de mayor capacidad, para recoger el resto del destilado, midiendo la temperatura de destilación cada 5 mL de destilado. Con estos datos construya una curva de destilación (temperatura versus volumen de destilado). Es muy importante que mantenga constante la velocidad de destilación durante toda la experiencia, para lo cual será necesario ir aumentando progresivamente la intensidad de la llama. Colete 70 ó 75 mL de destilado y pare el experimento. **No permita que el balón llegue a sequedad.**

2.- Destilación Fraccionada

1.- Arme el aparato de acuerdo a la figura 3. Destile 100 ml de mezcla misma mezcla usada en la destilación simple, con 2 ó 3 nuevas piedras de ebullición.

2.- Antes de empezar a destilar, pida al profesor que revise el armado del aparato, para verificar si está correcto.

3.- Comience la destilación regulando siempre la llama. Tenga cuidando de mantener la misma velocidad de destilación durante toda la experiencia. Recoja las primeras gotas del destilado (cabeza de destilación) en un vaso de precipitados y deséchelas, coloque un cilindro graduado de 100 mL o de mayor capacidad, para recoger el resto del destilado, midiendo la temperatura de destilación cada 5 mL de destilado. Con estos datos construya una curva de destilación (temperatura versus volumen de destilado). Es muy importante que mantenga constante la velocidad de destilación durante toda la experiencia para lo cual será necesario ir aumentando progresivamente la intensidad de la llama. Colete 70 ó 75 mL de destilado y pare el experimento. **No permita que el balón llegue a sequedad.**

Preguntas

- 1.- Por qué el agua en el refrigerante se hace circular desde la entrada inferior a la superior y no en sentido contrario.
- 2.- ¿Qué expresa la Ley de Raoult.
- 3.- Explique detalladamente en qué consiste la destilación simple y cuándo debe emplearse.
- 4.- Explique detalladamente en qué consiste la destilación fraccionada y cuándo debe emplearse.

Bibliografía

- 1.- Skoog, West, Holler y Crouch, “*Química Analítica*”, (7^a. Ed.), México, Mc Graw Hill, 2001.
- 2.- Brown, Lemay y Bursten, “*Química “La Ciencia Central”*”, (7^a. Ed.), México, Edit. Prentice Hall, 1998.
- 3.- Helmckamp, G. K., “*Selected Experiments in Organic Chemistry*”, Edit. W. H. Freeman and Com., 1973.
- 4.- Domínguez, J. A., “*Experimentos de Química Orgánica*”, editorial Limusa, Wiley, S.A. 1966.
- 5.- Landgrebe, J. A., “*Theory and Practice in the Organic Laboratory*”, D. C. Heath and Company, 1973.