

7. DESTILACIÓN FRACCIONADA

Objetivos: Que el estudiante

- Aprenda los fundamentos y procedimientos de la técnica de destilación fraccionada.

Material que el estudiante debe traer:

- Corchos en cantidad y tamaño adecuados para el equipo (ver Figura No.17. 3)
- Papel aluminio
- Núcleos de ebullición
- Tela de alambre con asbestos
- 150 mL de vino tinto para cocinar

Descripción: El estudiante destilará vino, mediante la técnica de destilación fraccionada y obtendrá tres fracciones: alcoholes de cabeza (metanol y otros compuestos volátiles), alcoholes de corazón o de cuerpo (una mezcla de etanol y agua) y alcoholes de cola (alcoholes superiores como propanol y pentanol). En el residuo de la destilación, permanecerán los compuestos no volátiles.

Fundamento teórico: Para hacer las cosas más sencillas, vamos a considerar inicialmente una solución binaria ideal, que contiene dos compuestos volátiles, R y S. So recordamos el fundamento de la destilación simple, sabemos que solamente las soluciones ideales siguen la ley de Raoult en forma estricta, pero muchas soluciones orgánicas se aproximan al comportamiento ideal.

La presión de vapor de la solución de R y S, dependerá de la presión de vapor parcial de R y de S:

$$N'_R / N'_S = (P_R / P_S) = (P_R^\circ N_R) / (P_S^\circ N_S)$$

En donde N'_R / N'_S es la proporción de fracciones molares de R y S en la fase de vapor.

La fracción molar de cada componente puede calcularse por la ecuación indicada en el fundamento teórico de la destilación simple; aquí se muestra la ecuación para la sustancia R:

$$N'_R = P_R / (P_R + P_S)$$

Y las presiones de vapor parciales están determinadas por la ley de Raoult. Puesto que la solución hervirá cuando la suma de las presiones parciales de R y de S sea igual a la de la presión externa, la temperatura de ebullición de la solución estará determinada por su composición.

La relación entre la temperatura y la composición de la fase líquida y la fase de vapor en una solución binaria ideal, puede ilustrarse mejor por un diagrama como el que aparece en la Figura No. 10.1 para una mezcla de benceno (punto de ebullición normal 80° C) y tolueno (punto de ebullición normal 111° C).

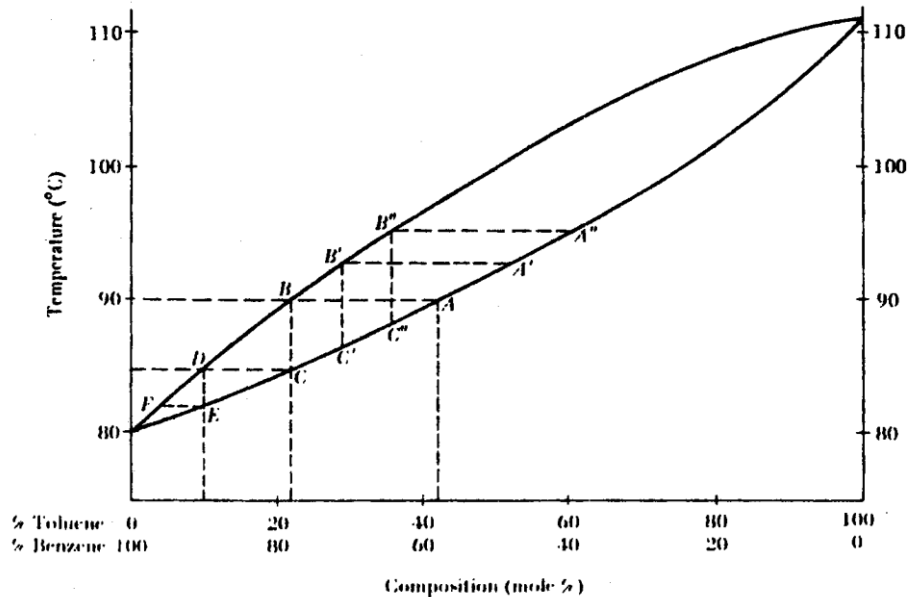


Figura 6.1: Diagrama de composición del sistema benceno-tolueno en ebullición

La **curva inferior** indica el punto de ebullición de todas las mezclas de los dos compuestos y la **curva superior**, calculada según la ley de Raoult, da la composición de la fase de vapor en equilibrio con la fase líquida en ebullición, a la misma temperatura. Por ejemplo, una mezcla con la composición de 58 % mol de benceno y 42 % mol de tolueno, va a hervir a 90° C y la fase de vapor en equilibrio con el líquido que ebulle, tendrá una composición de 78 % mol de benceno y 22 % mol de tolueno. Debe notar que **la fase de vapor es más rica en el componente más volátil que la fase líquida con la cual está en equilibrio**, a cualquier temperatura. Por ejemplo, si el componente R es más volátil que el componente S, de manera que $(P_R^o/P_S^o) > 1$, sabremos que $(N'_R/N'_S) > N_R/N_S$, y esta es la base de la destilación fraccionada.

Volvamos a la Figura No. 1. Si una mezcla de composición A se destila, las primeras gotas del destilado tendrán la composición B, mucho más ricas en benceno que la mezcla original de la cual fue destilado. El líquido que queda, entonces, habrá perdido benceno y tendrá más tolueno y en consecuencia, su punto de ebullición aumentará (de A a A'). Si se continúa la destilación, el punto de ebullición de la mezcla seguirá aumentando, hasta que se aproxime o alcance el punto de ebullición del tolueno puro. Mientras tanto, la composición del destilado cambiará de B a B', etc., hasta que al final será tolueno puro, ya que todo el benceno habrá destilado.

Si las primeras gotas del destilado obtenido, de composición B, se vuelven a destilar, el punto de ebullición se alcanzará a la temperatura de C (85° C). Si de nuevo se recolectan solamente las primeras gotas del destilado de C, se verá que tienen la composición D (90 % mol de benceno y 10 % mol de tolueno). La repetición de este proceso llevaría a obtener una muy pequeña fracción de benceno puro, pero sería un proceso impráctico. Sin embargo, repetidas destilaciones (equilibrios entre fase vapor /fase líquida) pueden lograrse de manera automática, en un solo paso, mediante el uso de una **columna de fraccionamiento**. La columna de fraccionamiento es la parte del aparato de destilación fraccionada que determinará, entonces, la eficiencia de la separación de los componentes volátiles de la mezcla a destilar.

Existe una gran variedad de diseños de columnas de fraccionamiento, pero todos pueden describirse en función de una pocas **características fundamentales**. La columna provee un camino vertical, a través del cual el vapor debe pasar del balón de destilación hacia el condensador, este camino es mucho más largo que el que debe recorrer en una destilación simple. Conforme el vapor asciende por la columna, parte de él se condensa. Si la parte baja de la columna se mantiene a una temperatura mayor que la parte superior de la misma, cuando el condensado drena hacia abajo, será parcialmente evaporado de nuevo. El vapor que no se condensó, junto con el producido por la nueva evaporación del condensado, se eleva más arriba en la columna y pasa a través de una serie de condensaciones y nuevas evaporaciones, que de hecho, reproducen muchas destilaciones simples. Puesto que un tipo de columna de fraccionamiento, llamada columna de platos, fue diseñada para que en cada plato se diera uno de estos equilibrios, **la eficiencia** de las columnas de fraccionamiento se describe en términos de los denominados **“platos teóricos”**.

Estas sucesivas destilaciones hacen que el vapor que va ascendiendo por la columna sea cada vez más rico en el componente más volátil de la mezcla, y el condensado que baja a su vez sea más rico en el componente menos volátil, de manera que cuando el vapor llega al tope de la columna, consistirá casi totalmente en el componente más volátil y se habrá logrado una buena separación. Los **requisitos más importantes** para producir esto son:

- Un buen contacto entre las fases líquida y gaseosa dentro de la columna
- Mantener un gradiente de temperatura adecuado a lo largo de la columna.
- Tener una columna de longitud apropiada.
- Suficiente diferencia entre los puntos de ebullición de los componentes de la mezcla.

Si se cumplen los primeros dos requisitos, se podrá separar satisfactoriamente compuestos que presenten pequeñas diferencias en sus puntos de ebullición, si se cuenta con una columna larga, ya que la diferencia entre puntos de ebullición

y la longitud de la columna se relacionan en forma inversa (a menor diferencia es necesaria una columna más larga).

Una forma más común de **asegurar el contacto** necesario entre las fases líquida y vapor, es llenar la columna con algún material inerte que proporcione una gran superficie, por ejemplo, piezas de vidrio, cerámica o acero que pueden tener diversas formas (hélices, mallas, anillos, etc.)

Mantener el **gradiente de temperatura** en la columna es muy importante para lograr una destilación fraccionada que sea efectiva. Idealmente, la temperatura en la parte inferior de la columna es aproximadamente igual a la temperatura de ebullición de la mezcla que se encuentra en el balón, y disminuye continuamente en la columna hasta que en el tope (cabeza) de la columna, alcanza el punto de ebullición del componente más volátil. Este gradiente se establece automáticamente, por los sucesivos equilibrios de vaporización y condensación, siempre y cuando la velocidad de destilación sea apropiada. El gradiente puede mantenerse si se coloca un aislante a la columna, que puede ser lana de vidrio, por ejemplo. Este aislante impide pérdidas de calor hacia la atmósfera. Algunas veces, si la columna es muy larga o el método de aislamiento es poco eficiente, puede ser necesario colocar una chaqueta de calentamiento en la columna.

Otros **factores que afectan el gradiente** de temperatura son: el calentamiento del balón y la velocidad a la cual el vapor se elimina de la cabeza de la columna. Si el calentamiento es vigoroso y el vapor se elimina rápidamente, la columna entera se calentará de manera uniforme y no habrá fraccionamiento (¿por qué?). Si el calentamiento es vigoroso, pero el vapor se elimina muy lentamente, la columna se "inundará" con el condensado que regresa.

Aunque la mayoría de mezclas líquidas homogéneas se comportan como soluciones ideales, existen muchos ejemplos conocidos en los cuales el comportamiento no es ideal. En estas soluciones no ideales, las moléculas que no son iguales no son indiferentes a la presencia de otras moléculas y esto resulta en desviaciones de la ley de Raoult: una soluciones muestran presiones de vapor **mayores** que las esperadas y se dice que exhiben una **desviación positiva** y otras soluciones muestran presiones de vapor **menores** que las esperadas y exhiben una **desviación negativa**.

En los casos de soluciones que muestran desviaciones positivas, las fuerzas de atracción entre las moléculas diferentes de los dos componentes son más débiles que las fuerzas de atracción entre moléculas iguales de cada componente, con el resultado, en la práctica, de mostrar un punto de ebullición **menor** que la temperatura de ebullición de cada componente. Estas soluciones presentan un punto de ebullición mínimo, correspondiente a una mezcla de composición definida, que en realidad se comporta como un tercer compuesto, ya que presenta un punto de ebullición constante, porque el vapor en equilibrio con el líquido tiene la misma composición que el líquido. Tal mezcla se conoce como una mezcla azeotrópica de punto de ebullición mínimo, o simplemente **azeótropo**. Estas mezclas azeotrópicas no pueden ser separadas por destilación fraccionada y un ejemplo de ellas es la mezcla etanol-agua, en proporción 95.57% etanol y 4.43 % agua. El punto de ebullición de esta mezcla es apenas 0.15° C menor que el punto de ebullición del etanol puro. Esta mezcla azeotrópica es la que se usa comúnmente y se conoce como "alcohol al 95" o "alcohol 95°".

En la Figura 6.2, se muestra el diagrama de fase correspondiente a un azeótropo binario de punto de ebullición mínimo.

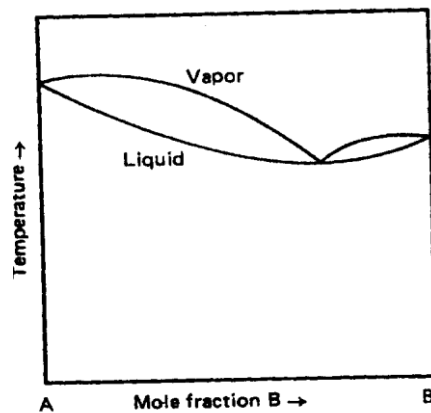


Figura 6.2:

Cuestionario:

1. ¿Qué factores afectan la efectividad de una columna de destilación fraccionada?

2. ¿Qué es un plato teórico?

3. ¿Cómo será el diagrama de fase correspondiente a un azeótropo binario de punto de ebullición máximo?

4. Explique por qué no puede separarse un azeótropo por destilación fraccionada y cómo puede obtenerse el etanol absoluto (etanol 100%)?

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

1. Arme el aparato para destilación fraccionada, siguiendo las instrucciones del instructor. Vea la Figura 3.
2. Colocar con cuidado la columna para destilación fraccionada. Fórrala con papel aluminio, para lograr un poco de aislamiento térmico.
3. Siga las mismas instrucciones de la destilación simple, pasos 3 a 11.
4. Una vez terminada la destilación, deje enfriar el equipo antes de desarmarlo. Mida el volumen que quedó en el balón, anotando su olor, color y aspecto, y descártelo. Puede hacerlo en el lavatrastos.

destiló cada fracción.

4. Una vez terminada la destilación, deje enfriar desarmarlo. Mida el volumen que quedó en el b... color y aspecto, y descártelo. Puede hacerlo en el le

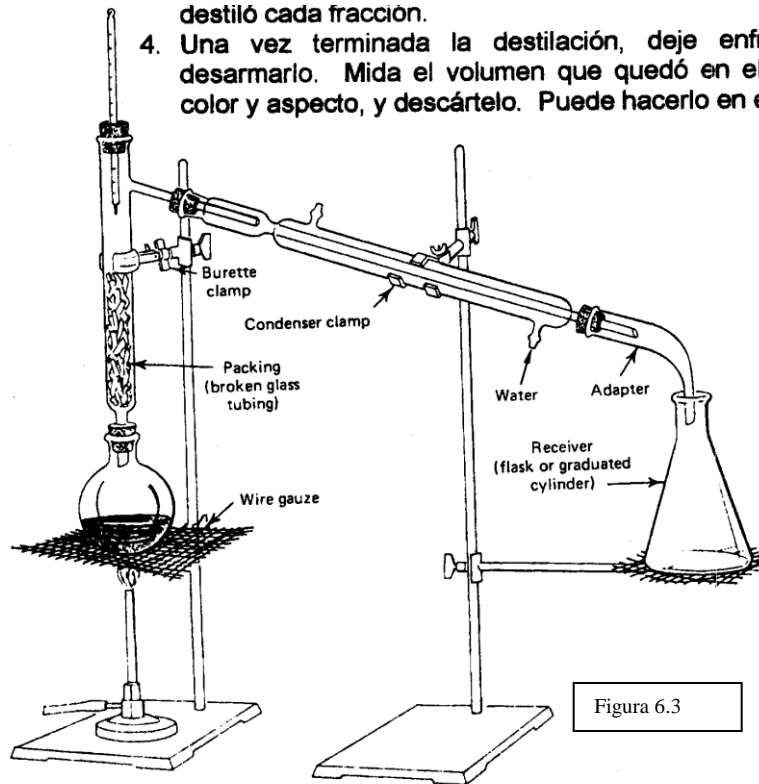


Figura 6.3

Anotaciones durante la práctica:

Anotaciones durante la explicación:

Anotaciones durante la práctica:

Propiedades de las sustancias:

	Color	Olor (Precaución!)
Muestra antes de destilar		
Fracción 1		
Fracción 2		
Fracción 3		
Residuo		

	Temperatura experimental		Temperatura corregida (por presión y calibración)		Volum en mL
	Inicial °C	Final °C	Inicial °C	Final °C	
Muestra antes de destilar	<i>No aplica</i>	<i>No aplica</i>	<i>No aplica</i>	<i>No aplica</i>	
Fracción 1					
Fracción 2					
Fracción 3					
Residuo					

Tiempo después del inicio del calentamiento para que se colecte

	Intervalo de tiempo, en minutos
Primera gota del destilado	
Totalidad de fracción 1	
Totalidad del fracción 2	
Totalidad de fracción 3	

Descripción del clima el día de la práctica:

Observaciones experimentales:

Fecha: _____ Firma instructor: _____