

Química Orgánica I

LABORATORIOS

DESTILACION



Objetivos de la experiencia

- Relacionar conceptos del teórico y seminario con actividades de laboratorio.
- Explicar los fenómenos con los conocimientos adquiridos.
- Identificar operaciones unitarias en ingeniería química y sus aplicaciones
- Expresarse con rigor científico
- Aprender sobre manipulación de elementos de laboratorio utilizados específicamente para compuestos orgánicos.

La destilación es un método para separar los componentes de una solución (OPERACIONES DE TRANSFERENCIA DE MASA-TREYBAL)

La operación unitaria de destilación es un método que se usa para separar los componentes de una solución líquida, el cual depende de la distribución de estos componentes entre una fase de vapor y una fase líquida.

(PROCESOS DE TRANSPORTE Y OPERACIONES UNITARIAS – Geankoplis)

El objeto de la **destilación** es separar, mediante vaporización, una mezcla líquida de sustancias miscibles y volátiles en los componentes individuales o, en algunos casos, en grupos de componentes. (OPERACIONES UNITARIAS EN INGENIERIAQUIMICA-McCabe)

La destilación es un método de purificación o separación de líquidos, basado en la diferencia de sus temperaturas de ebullición respectivas.

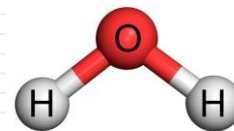
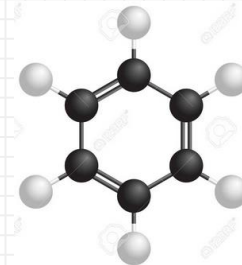
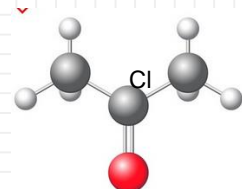
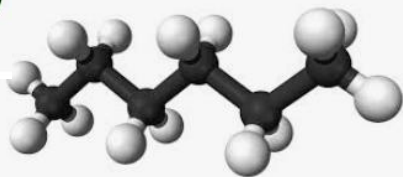
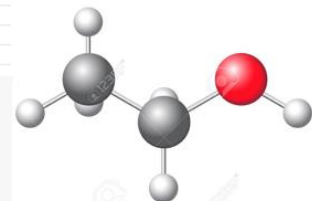
Cuando un líquido se introduce en un recipiente cerrado y vacío, se evapora hasta que dicho vapor alcanza una determinada presión que depende únicamente de la temperatura. Esta presión ejercida por el vapor en equilibrio con el líquido se denomina tensión de vapor del líquido a esa temperatura. Cuando la temperatura aumenta, la tensión de vapor también lo hace regularmente.

Se denomina punto de ebullición normal, a la temperatura, en la que la tensión de vapor de un líquido alcanza el valor de 1 atm. Y comienza a hervir. Generalmente el punto de ebullición es característico para cada sustancia y se relaciona con la masa molecular y la intensidad de sus fuerzas atractivas.

ES UNA OPERACIÓN DE TRANSFERENCIA DE MASA Y ENERGIA

Algunos términos

- Método de separación o purificación
- Sustancias miscibles...¿Qué ocurre con sustancias inmiscibles?
- Basado en diferencias de punto de ebullición...¿Hay cambio de estado?
- A que presión externa se realiza, es importante esta condición
- ¿Cuántas sustancias se pueden separar?
- ¿Es una operación que involucra cambio físico o químico?
- PROPIEDADES INVOLUCRADAS
- Se pueden predecir sistemas y separaciones por destilación viendo las estructuras moleculares



TIPOS DE DESTILACIÓN

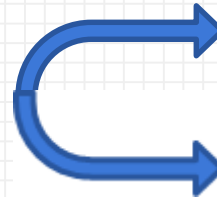
SIMPLE



MULTIPLE

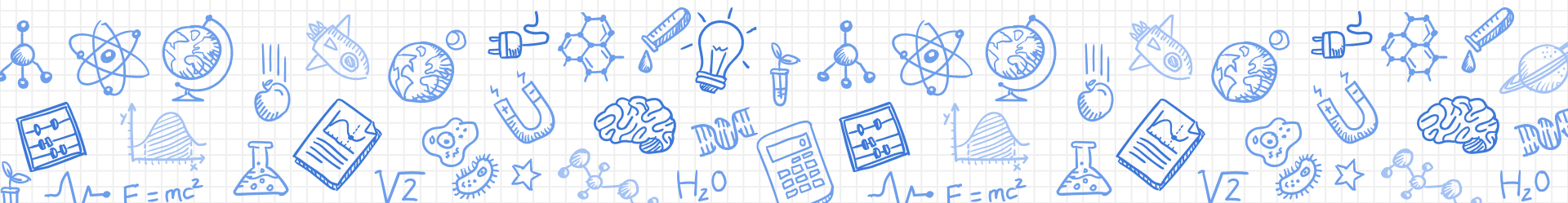
FRACCIONADA

POR ARRASTRE CON VAPOR



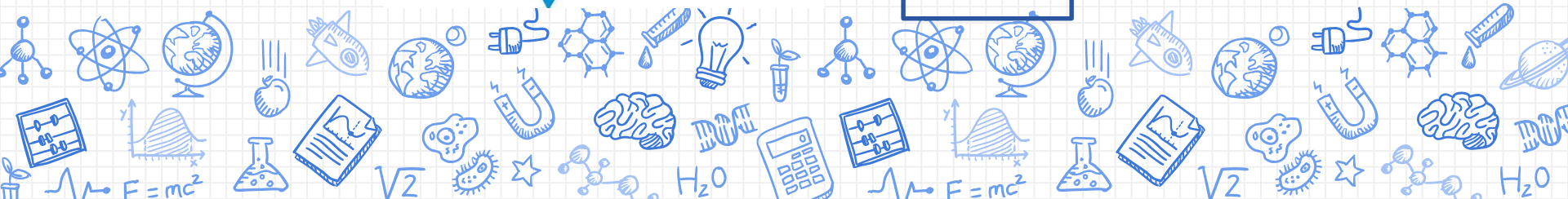
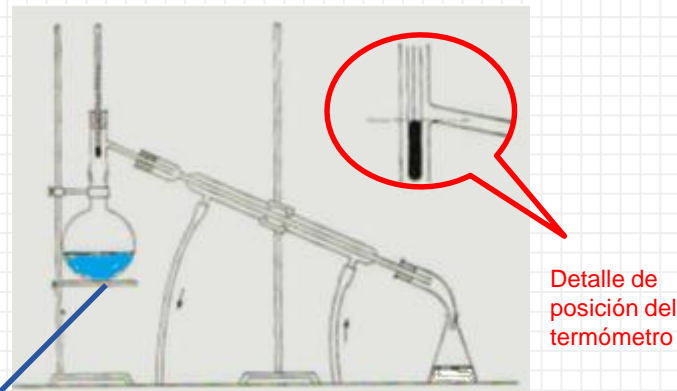
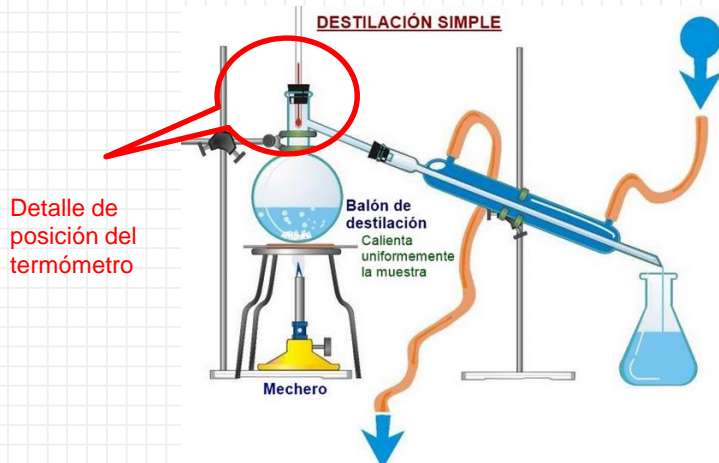
CON CONTACTO DIRECTO CON AGUA

SIN CONTACTO DIRECTO CON AGUA



DESTILACION SIMPLE

Es un método de separación generalmente utilizada para aislar un líquido de sus impurezas no volátiles, o para separar una solución de dos líquidos que presentan una diferencia mínima de 80°C en sus temperaturas de ebullición.



MATERIALES



MATERIALES



Balón o
matraz de
destilación



Balón con
junta
esmerilada

Las juntas esmeriladas en los elementos de vidrio son muy utilizadas en química orgánica para asegurar hermeticidad en el acople entre ellos. Esta precaución se debe a que en orgánica las sustancias son altamente volátiles y muchas de ellas muy peligrosas para la salud y la seguridad del manipulador

Dependiendo de la cantidad de muestra se ofrecen en el mercado balones de diferentes capacidades. También pueden diferir en su forma por ejemplo si tienen base plana o no

El matraz de destilación se utilizan para soluciones acuosas o que no son peligrosas desde ningún punto de vista



Juntas esmeriladas

Las juntas esmeriladas cónicas suelen tener una conicidad de 1:10 (correspondiente a un semiángulo α de la superficie cónica esmerilada de $2^{\circ} 51' 45''$ con una tolerancia de $\pm 2'$) y a menudo están marcadas con el símbolo ST, que consiste en una T mayúscula sobre una S mayúscula, que significa "conicidad estándar".

Símbolo Standard Taper para juntas de vidrio esmeriladas $\text{\$}$

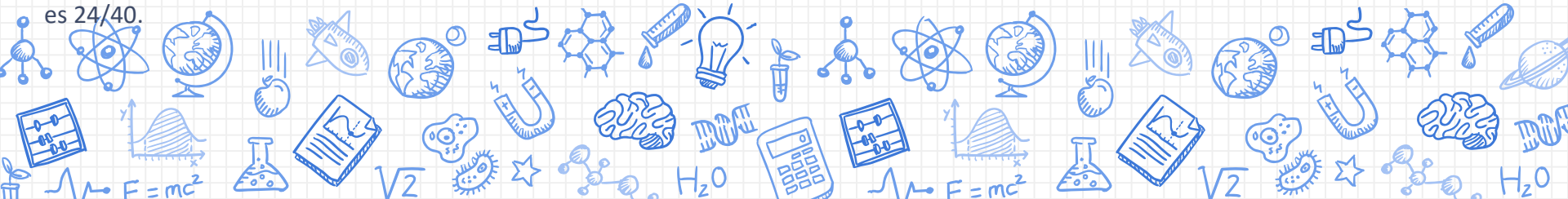
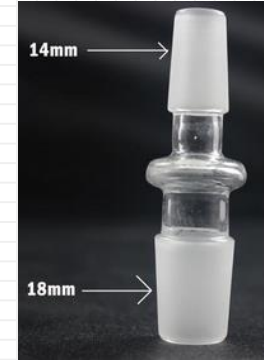
Este símbolo va seguido de un número, una barra y otro número. El primer número representa el diámetro exterior en milímetros en el punto más ancho de la articulación interna (macho) o su equivalente al diámetro interior en milímetros en el punto más ancho de una articulación externa (hembra). El segundo número representa la longitud del vidrio esmerilado de la junta en milímetros.

Internacionalmente los tamaños ISO que más se utilizan son 14/23, 19/26 y 24/29, muy comunes en los laboratorios de investigación, siendo 24/29 los más comunes. En los EE. UU. se utilizan los tamaños ASTM siendo los tamaños más comunes 14/20, 19/22, 24/40 y algo 29/42. En los EE. UU. el más expandido es el tamaño es 24/40.

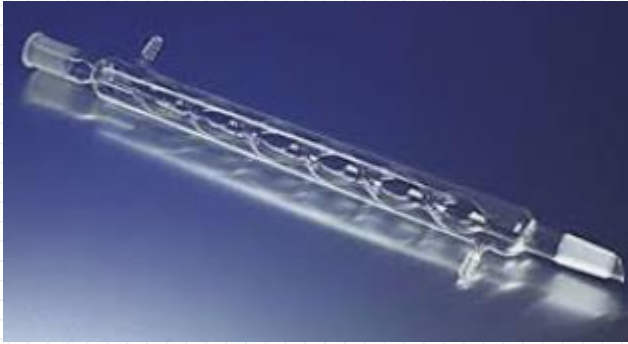
Tanto para juntas cónicas estándar como para juntas esféricas (nosotros no las vamos a usar), las juntas interiores y exteriores con los mismos números están hechas para encajar. Cuando los tamaños de las juntas son diferentes, puede haber adaptadores de vidrio esmerilado disponibles (o fabricados) para colocarlos entre ellos y conectarlos.



ACOPLE MACHO-MACHO



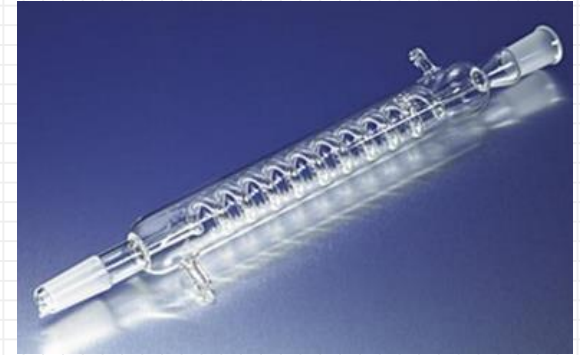
Refrigerantes o condensadores



Refrigerante Allihn o de rosario



Refrigerante West o de espada recta



Refrigerante Graham o de serpentín

¿TENDRAN DIFERENCIAS EN SU EFICIENCIA DE CONDENSACIÓN DE ACUERDO A SUS CARACTERÍSTICAS?



Armado del equipo: balón con junta hembra NO puede acoplarse al refrigerante ya que el líquido que cambie de estado en el balón retornará al mismo cuando se condense (este fenómeno se llama reflujo y se utiliza en ciertas prácticas pero no se puede aplicar aquí ya que se desea separar el líquido de menor punto de ebullición)

Al balón se conectará un cabezal T de destilación

PARA DISCUTIR

Vea este video con atención
Anote a su parecer que cosas están bien y que cosas están mal.

<https://www.youtube.com/watch?v=pJ2jm2J41bw>



El conector esmerilado es macho, así puede acoplarse al balón

Este cabezal ya tiene el pozo para colocar el termómetro

Qué tipo de conector deberá tener el refrigerante???

DESTILACION A NIVEL INDUSTRIAL

LA DESTILACIÓN ERA YA UNA TÉCNICA CONOCIDA EN **CHINA** ALREDEDOR DEL AÑO 800 A.C. EMPLEÁNDOSE PARA OBTENER ALCOHOLES PROCEDENTES DEL ARROZ. TAMBIÉN SE HAN ENCONTRADO TEXTOS EN EL **ANTIGUO EGIPCIO** QUE DESCRIBEN LA **DESTILACIÓN PARA CAPTURARESENCIAS** DE PLANTAS Y FLORES (DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR)



Seis destilaciones sucesivas para conseguir agua ardiente a partir de fermentado de manzana de 8% a 65% de etanol

Las bebidas destiladas son uno de los primeros productos de esta operación

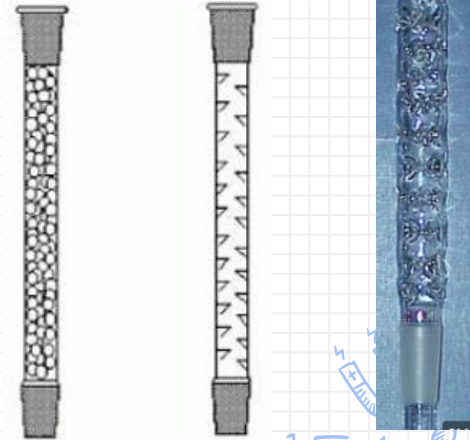
DESTILACION FRACCIONADA

En general cuando las diferencias de punto de ebullición son menos de 80°C y hasta 40°C , los líquidos pueden separarse por sucesivas destilaciones simples, esta recomendación tiene un criterio práctico de la cantidad de destilaciones que pueden realizarse (en general no deberían ser más de seis).

Quando la diferencia de puntos de ebullición es menor a 40°C se utiliza DESTILACIÓN FRACCIONADA

La operación consiste en utilizar una columna de fraccionamiento entre la solución en ebullición y el refrigerante.

En el laboratorio las columnas que se utilizan son con diferentes rellenos inertes como esferas de vidrio (imagen izquierda) o pueden usarse como columnas tubos de VIGREAU (imagen derecha)



El dispositivo se desarrolla en altura por lo que se debe tener precaución donde sujetar el sistema.

EN ESTE CASO DESTILAMOS EL ALCOHOL ETILICO DE VINO TINTO
Debe realizarse destilación fraccionada ya que la T_b del alcohol etílico es $78,37^{\circ}\text{C}$

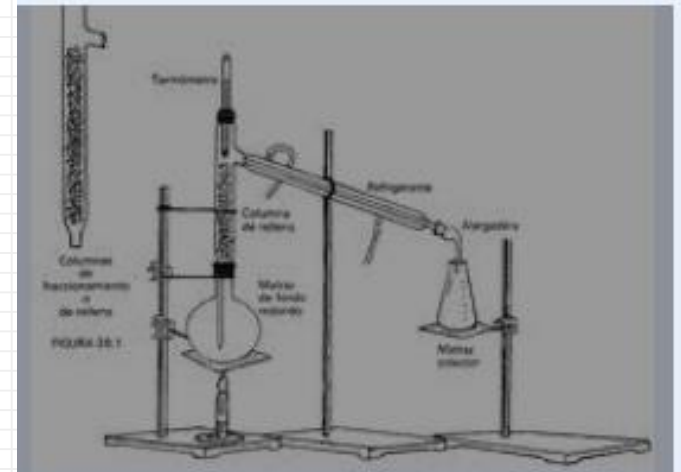
**AUNQUE SE REALICE UNA DESTILACIÓN FRACCIONADA SOLO SE LOGRA ETANOL 96%
MAS ADELANTE SE DESARROLLARÁ ESTO**

PARA DISCUTIR

Vea este video con atención

Anote a su parecer que cosas están bien y que cosas están mal.

<https://www.youtube.com/watch?v=8pU-nUtcQrs>



¿POR QUE UNA COLUMNA DE DESTILACIÓN LOGRA SEPARAR LÍQUIDOS CON DIFERENCIA DE 1°C EN SUS PUNTOS DE EBULLICIÓN?

ANALIZANDO EL FENOMENO EN UNA DESTILACIÓN SIMPLE

Condiciones de partida

La solución es binaria (dos componentes)

La solubilidad entre ellos es muy alta

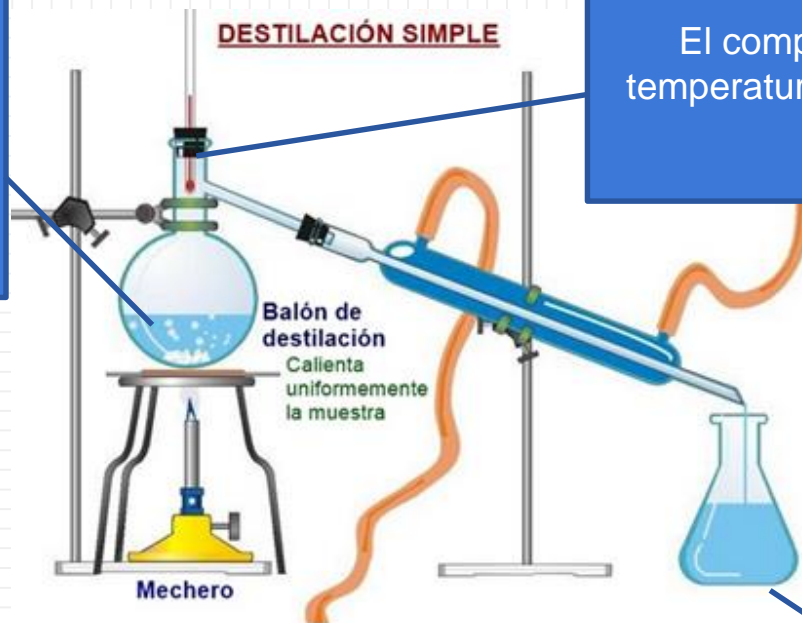
Ambos son líquidos en condiciones normales de presión y temperatura

La diferencia en sus puntos de ebullición es mayor a 80°C y el componente A será más volátil que B

La solución tiene comportamiento ideal: pueden separarse sus componentes completamente *ESTE PUNTO SERÁ DESARROLLADO MAS ADELANTE*

Tener en cuenta que la solución tendrá un punto de ebullición intermedio a los puntos de ebullición de los componentes puros y **DEPENDERA DE LA COMPOSICION**

SOLUCION A + B se calienta y comienza a recibir energía. ¿Qué componente cambia de estado?
EL MAS VOLÁTIL



El componente A se separa y la temperatura registrada es su punto de ebullición.

¿DONDE SE DAN LAS TRANSFERENCIAS DE MASA Y ENERGIA?

Cuando el calor entregado al balón es controlado, la energía la toma el componente A para cambiar de estado. Cuando A se termina el calor lo toma el componente B. Si no se entrega más energía, la destilación termina con A en el destilado o condensado y B en el balón original

Vuelve a estado líquido por condensación y se colecta

Qué ocurre si la diferencia de puntos de ebullición es menor a 40°C

Condiciones de partida

La solución es binaria (dos componentes)

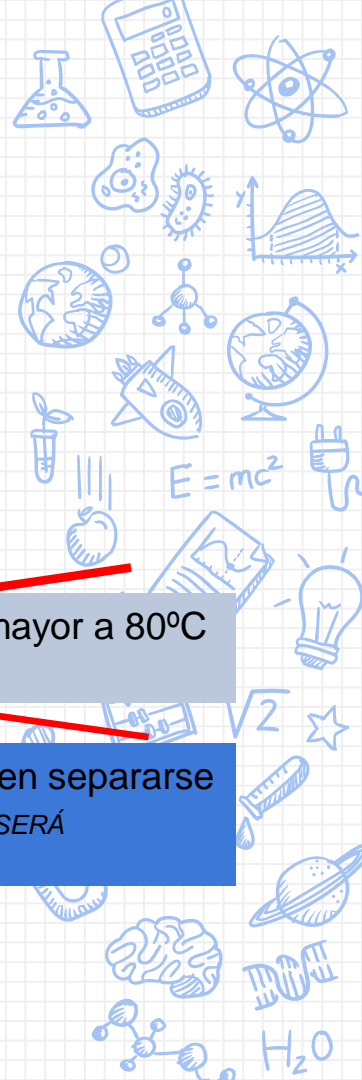
La solubilidad entre ellos es muy alta

Ambos son líquidos en condiciones normales de presión y temperatura

~~La diferencia en sus puntos de ebullición es mayor a 80°C y el componente A será más volátil que B~~

La solución tiene comportamiento ideal: pueden separarse sus componentes completamente *ESTE PUNTO SERÁ DESARROLLADO MAS ADELANTE*

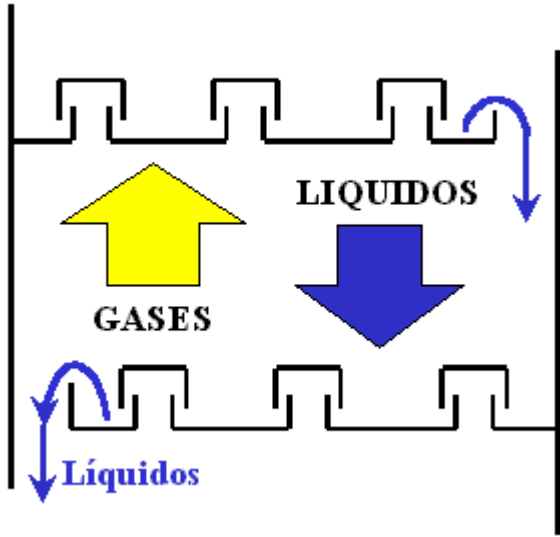
Cuando A cambia de estado, el calor entregado es suficiente para que comience a cambiar de esta B. EL DESTILADO ES UNA NUEVA SOLUCIÓN CON UN POCO MAS CONCENTRADA EN A (el componente más volátil)



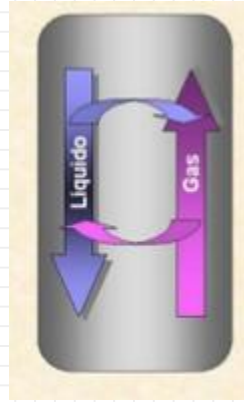
PENSEMOS EN NUESTRA COLUMNA

Debido a que el componente más volátil (A) tiende a cambiar de estado con menos calor que B en este caso; es A el que avanza en la columna. Deja calor a la columna pero avanza hacia el extremo superior. Como B tiene un punto de ebullición mayor pero cercano comienza también a cambiar de estado, pero si la temperatura de la columna es menor a su punto de ebullición, este tiende a condensar y caer al balón, así a lo largo de la columna. Hay que recordar que las soluciones formadas por A y B tienen sus puntos de ebullición intermedio a los componentes puros y dependen de la composición, es decir que soluciones con mayor proporción de B se encontrarán en el extremo inferior de la columna y soluciones más concentradas en A en el extremo superior. Por ello se expresa que una destilación fraccionada se compone de infinitésimas destilaciones simples.

Las columnas de destilación son estructuras dentro de las cuales los componentes de la solución se encuentran en equilibrio tanto de composición (proporciones) como de materia con dos estados físicos (líquido y vapor).



Las columnas industriales contienen platos perforados y cazoletas para favorecer el equilibrio de fases y la transferencia



En las columnas de laboratorio cierta porción corresponde a una destilación simple que será cada vez mejor empacado se encuentre su relleno inerte

GRADIENTE DE TEMPERATURA

ANALICE ESTOS GRADIENTES



REFRIGERANTE

GRADIENTE DE CONCENTRACION DE A



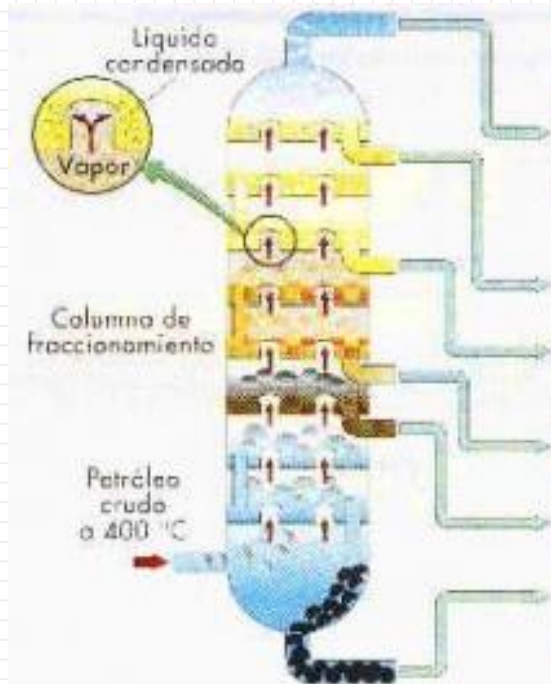
De acuerdo a los componentes de la solución, diámetro de la columna y características del relleno (cantidad de platos teóricos o destilaciones simples ideales) se define el largo de la columna tal que en su cabeza sólo se obtenga A



BALON

Destilaciones fraccionadas

Petróleo Crudo



Fración	Intervalo de ebullición (°C)	Número de carbonos	Principales aplicaciones
Gas	< 20	$C_1 - C_4$	Combustible
Éter de petróleo y lignina	20-90	$C_5 - C_7$	Disolventes
Gasolina	40-180	$C_7 - C_{12}$	Automóviles
Queroseno	175-275	$C_{10} - C_{16}$	Aviación Calentamiento
Gasóleo (diésel) y fuel	250-375	$C_{15} - C_{25}$	Camiones Calentamiento
Aceite lubricante	> 300	$C_{20} - C_{30}$	Lubricantes
Asfalto	No volátil	$C_{30} - \dots$	Carreteras Techos

EQUIPO DESTILADOR PARA OBTENER ALCOHOL A BAJA ESCALA A PARTIR DE FERMENTADOS (OFRECIDO COMERCIALEMENTE)



POR QUE EL ALCOHOL ETILICO NO ES 100%

Hasta ahora consideramos una condición: que ambos componentes pueden separarse en todas sus proporciones. Esto ocurre cuando las interacciones intermoleculares de ambos compuestos en solución tienen aproximadamente la misma fuerza que las interacciones intermoleculares de cada componente puro.

Este comportamiento lo tiene una solución de METANOL y AGUA

SOLUCION IDEAL

Cuando las interacciones intermoleculares entre componentes son diferentes fuerza que los componentes puros A CIERTA CONCENTRACIÓN, los componentes no pueden separarse

SOLUCIONES REALES

Este comportamiento lo tiene una solución de ETANOL y AGUA

Este comportamiento lo tiene una solución ACETONA Y CLOROFORMO

- Que interacciones se presentan entre las moléculas de metanol
- Que interacciones se presentan entre las moléculas de agua
- Que interacciones se presentan entre las moléculas de metanol y agua

- Que interacciones se presentan entre las moléculas de etanol
- Que interacciones se presentan entre las moléculas de agua
- Que interacciones se presentan entre las moléculas de etanol y agua
- Que interacciones se presentan entre las moléculas de acetona
- Que interacciones se presentan entre las moléculas de cloroformo
- Que interacciones se presentan entre las moléculas de acetona y cloroformo

Una solución de composición 95,67% de etanol y agua NO PUEDE SEPARARSE, esta solución se comporta como un compuesto puro AZEOTROPO y tiene un punto de ebullición de 78,2°C (menor que el punto de ebullición del etanol puro), es decir que en una columna de destilación el componente que se consigue en la cabeza de la columna es el azeotropo.

En una destilación fraccionada se tendrá al final agua o acetona en el condensado y el azeótropo en el balón

Una mezcla de acetona-cloroformo con un 21,5 % de acetona da lugar a un azeótropo de ebullición máxima, que ebulle a 64,43 °C, como si fuese una sustancia pura, cuando la acetona pura ebulle a 56,1 °C y el cloroformo lo hace a 61,2 °C.

En una destilación fraccionada se tendrá al final el azeótropo en el condensado y agua en el balón

LAS SOLUCIONES IDEALES CUMPLEN CON LA LEY DE RAOULT

Establece que la presión de vapor parcial de cada componente de una mezcla ideal de líquidos es igual a la presión de vapor del componente puro multiplicado por su fracción molar en la mezcla

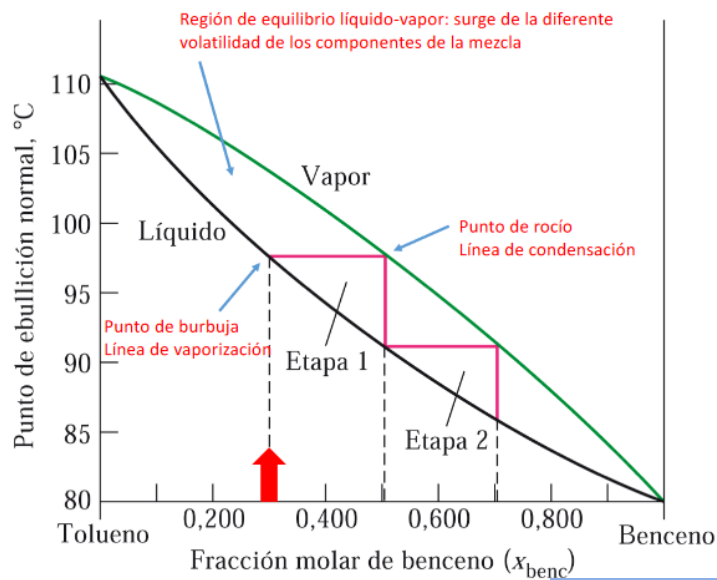
$$p_i = p_i^* x_i$$

Material de complemento de destilación <https://slideplayer.es/slide/3139736/>

Diagrama temperatura-composición

Si se determinan empíricamente las temperaturas de ebullición de soluciones de los componentes A y B y también se determinan las temperaturas de CONDENSACIÓN de los vapores de estas soluciones, las temperaturas no coinciden como sería en los líquidos puros.

Este diagrama corresponde al sistema benceno-tolueno, en ordenadas se explicita la temperatura y los puntos donde las curvas se juntan son los puntos de ebullición de los componentes puros: izquierda 100% o 1 (fracción molar) de tolueno, a la derecha el punto de ebullición del benceno. En ordenadas se expresan las concentraciones en solución de ambos componentes (en porcentaje o fracción molar).

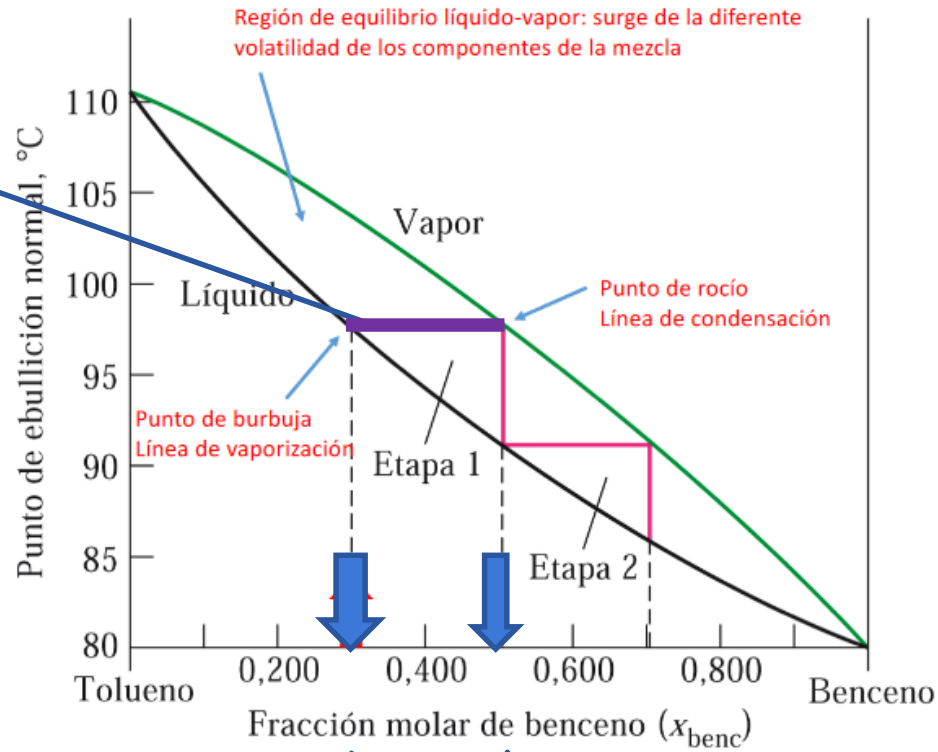


La curva explicitada como punto burbuja es la formada por los puntos de ebullición de todas las posibles composiciones.

La curva explicitada como punto de rocío es la formada por los puntos de condensación de todas las posibles composiciones.

ENTRE LAS CURVAS HAY DOS FASES

La línea marcada equivale a una situación de equilibrio de un líquido y un vapor a 97,5°C ¿Qué composiciones tienen estas fracciones? La composición en el líquido se lee en la intersección con la línea de punto de burbuja, la composición del vapor se lee en la intersección con la línea de punto de rocío bajando en forma vertical hacia abscisas



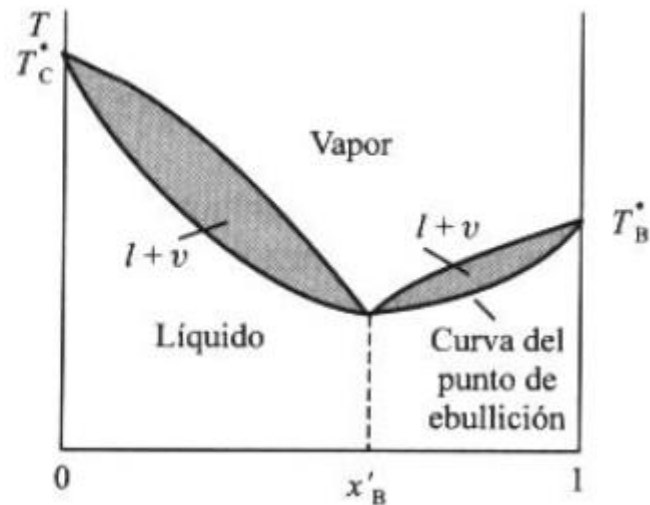
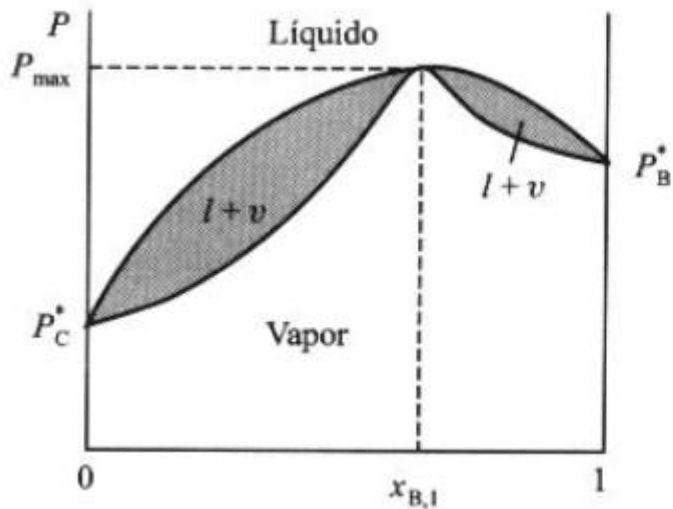
EN ESTE DIAGRAMA SE MUESTRAN DOS DESTILACIONES SUCESIVAS

Com p en el liqu

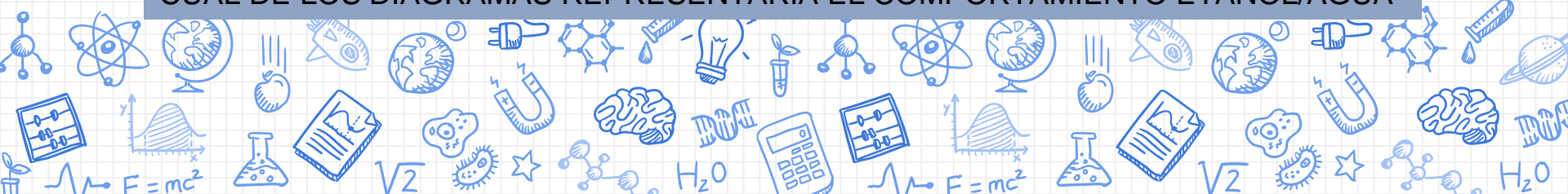
Com p en el vapor



SOLUCIONES REALES



CUAL DE LOS DIAGRAMAS REPRESENTARIA EL COMPORTAMIENTO ETANOL/AGUA

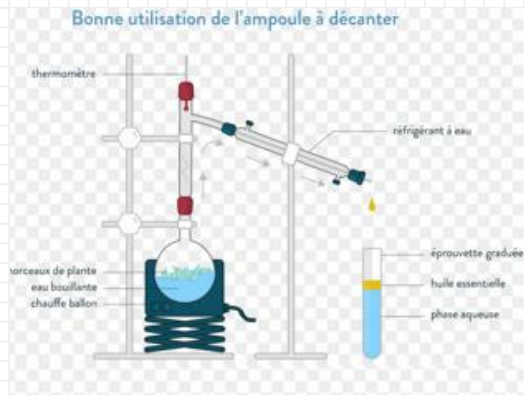


DESTILACION POR ARRASTRE CON VAPOR

Dicha técnica se aplica para la separación de sustancias insolubles en agua y ligeramente volátiles, de otros productos no volátiles mezclados con ellas. La destilación por arrastre de vapor es muy utilizada para la separación de una cantidad relativamente pequeña de una sustancia que se encuentra mezclada con gran cantidad de sólidos o productos alquitranosos.

La condición de la experiencia es que la sustancia a extraer de una matriz sea insoluble en agua y relativamente volátil para ser arrastrada por el vapor de agua

COMO PUEDE SEPARARSE ALGO INSOLUBLE EN AGUA CON AGUA



QUE DIFERENCIA ENCUENTRA EN LOS ESQUEMAS ANTERIORES

<https://www.youtube.com/watch?v=kHhqbMuqE0k>

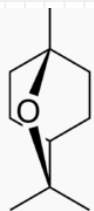
<https://www.youtube.com/watch?v=IC0qYhQ2XNg>

https://www.youtube.com/watch?v=bGIMDt1cT_4

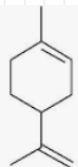
<https://www.youtube.com/watch?v=-EVTkx3RhZg>

Vea los videos para luego discutir

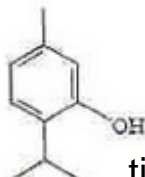
ALGUNAS SUSTANCIAS QUE PUEDEN OBTENERSE POR ARRASTRE CON VAPOR



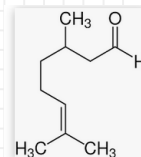
eucaliptol



limoneno



timol



citronelal

Que tienen en común
todos estos
compuestos

EJERCICIOS



GUIA

1- Un proceso industrial produjo una mezcla de un compuesto A y un compuesto B, investigándose la presión de vapor de la mezcla con el fin de diseñar una planta de separación. A 1 atm. Se obtuvieron los siguientes datos de temperatura y composición:

T (°C)	112	115	118	122	127	130
Xa	0,29	0,52	0,67	0,81	0,93	0,97
Yb	0,95	0,89	0,82	0,70	0,48	0,30

X es la fracción molar en el líquido; Y es la fracción molar en el vapor.
Ambos en equilibrio. Las temperaturas de ebullición son 110°C para B y 132°C para A.
Dibujar el diagrama temperatura-composición.

2- En el diagrama del ítem anterior:

- 1) ¿Cuál de las dos curvas representa la composición del líquido?
- 2) ¿A qué temperatura hierve una solución que presente una fracción molar de A de 0,85?
- 3) ¿Cuáles son las fracciones molares de A y B en el vapor en equilibrio con el líquido que contiene la fracción molar de B de 0,40?
- 4) Si el vapor de c) se condensa. ¿Cuál será la composición del líquido?
- 5) ¿Un líquido de qué composición iniciará su ebullición a 120°C? ¿Qué composición presentará el vapor en equilibrio con dicho líquido?

2- En el diagrama del ítem anterior:

- 1) ¿Cuál de las dos curvas representa la composición del líquido?
- 2) ¿A qué temperatura hierve una solución que presente una fracción molar de A de 0,85?
- 3) ¿Cuáles son las fracciones molares de A y B en el vapor en equilibrio con el líquido que contiene la fracción molar de B de 0,40?
- 4) Si el vapor de c) se condensa. ¿Cuál será la composición del líquido?
- 5) ¿Un líquido de qué composición iniciará su ebullición a 120°C ? ¿Qué composición presentará el vapor en equilibrio con dicho líquido?

3- Dos líquidos volátiles miscibles se mezclan a 40°C . A dicha temperatura, la presión de vapor de A puro es 100 torr. Y la de B puro es de 240 mmHg. ¿Cuál es la fracción molar de A en el vapor en equilibrio con una solución "ideal" de 2,5 moles de A y 8 moles de B?

COMPLEMENTARIOS

Observe la siguiente curva de destilación y responda:

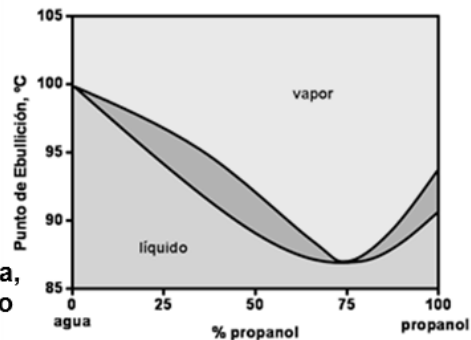
a- Por debajo de $85\text{ }^{\circ}\text{C}$ sólo existe el azeótropo puro.

b- Podría separarse formando otro azeótropo de punto de ebullición superior a $90\text{ }^{\circ}\text{C}$

c- **Si se parte de una solución que contiene 75% de agua, se destila una solución de propanol al 75% y un residuo de agua pura.**

d- Una mezcla de propanol al 85% destila propanol puro.

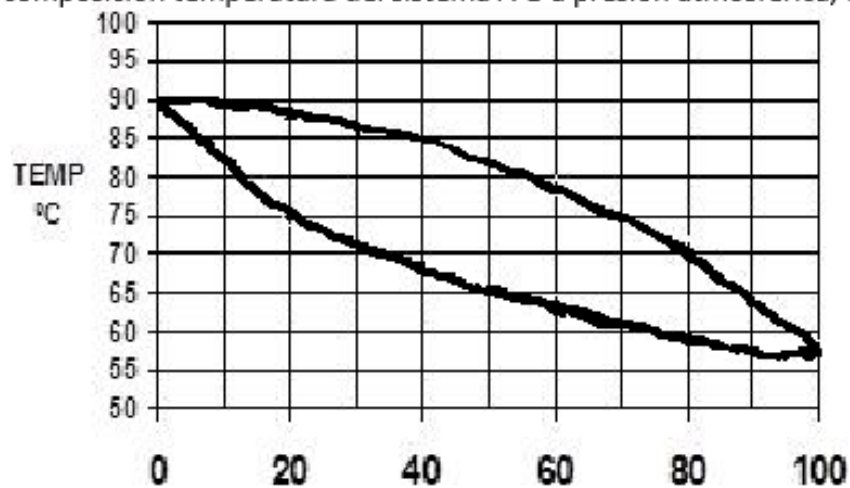
e- Una mezcla al 50% en propanol dará un destilado con una concentración de propanol al 75% y un residuo de propanol al 25%.



Respecto a la destilación defina verdadero o falso:

- Permite la separación de cualquier mezcla líquida
- El uso de vacío se restringe sólo a sustancias que descomponen con la temperatura
- La destilación fraccionada es necesaria para separar líquidos con puntos de ebullición muy diferentes.
- La temperatura de los vapores del destilado debe permanecer constante mientras se destila una sustancia pura.
- La destilación por arrastre con vapor es útil sólo para aceites solubles en agua.

Dado el diagrama composición temperatura del sistema A-B a presión atmosférica, determinar:



- a - La temperatura de ebullición de una solución con 80% de B es 60°C.
- b - El vapor que condensa a 85°C tiene una composición de 40% de B.
- c - Si una solución con 50% de ambos componentes se calienta, en ebullición estará en equilibrio con vapor cuya composición es de 70% de A.
- d - Una solución con 40% de A si se calienta 75°C el líquido tendrá una concentración de 20% de A y el condensado 70% de A.
- e - Si una solución con 30% de A se destila en una columna de fraccionamiento, se obtiene en el balón del condensado una solución con 80% de A.