

DESTILACIÓN SIMPLE Y FRACCIONADA

I. OBJETIVOS

- a) Conocer una destilación simple, sus principales características y factores que en ella intervienen.
- b) Conocer una destilación fraccionada, sus principales características y factores que en ella intervienen.
- c) Elegir la técnica de destilación, simple o fraccionada, más adecuada en función de la naturaleza del líquido o mezcla de líquidos que se va a destilar.

II. MATERIAL

(Equipo para dos alumnos)

Matraz redondo fondo plano 125 ml	2	Vaso de pp. de 250 ml *	2
T de destilación	2	Embudo de vidrio	1
Columna Vigreux	1	Probeta de 25 ml *	2
Refrigerante p/agua c/mangueras	2	Espátula	2
Colectores	2	Barra magnética	1
Termómetro de -20 a 150° C	2	Parrilla con agitación	1
Portatermómetro con rosca	2	Pinza de 3 dedos con nuez	6
Matraz Erlenmeyer de 50 ml *	4	Recipiente de peltre	2
		Recipiente eléctrico para B.M.	2
* graduado			

III. SUSTANCIAS.

Prob. No. 1	Prob. No. 2
Etanol desnaturalizado	Etanol desnaturalizado
Propilenglicol	Agua
Azul Índigo-Carmín	Azul Índigo-Carmín

IV. INFORMACION

- a) Existen sustancias líquidas que se encuentran contaminadas con impurezas en pequeña cantidad, éstas pueden ser eliminadas por algún tipo de destilación. Se dice entonces que se efectúa una *purificación*.
- a) **La destilación** es una de las principales técnicas para separar mezclas de líquidos. La separación se fundamenta en la diferencia de la presión de vapor de los diferentes componentes de la mezcla. Al calentar la mezcla los componentes se evaporan para

condensarse posteriormente y durante el proceso el vapor se enriquece con los componentes más volátiles.

- b) **Destilación simple.** Se usa cuando la diferencia entre los puntos de ebullición de los componentes es grande, mayor de 80° C , o cuando las impurezas son sólidos disueltos en el líquido a purificar.
- c) **Destilación fraccionada.** Si la diferencia que hay entre los puntos de ebullición es demasiado pequeña para que una destilación simple resulte eficiente, es necesario recurrir a destilaciones repetidas. En la práctica se emplea una columna fraccionadora, a través de la cual la fase de vapor y la fase condensada fluyen en direcciones opuestas. La eficiencia de tales columnas se expresa en platos teóricos, Un plato teórico se define como; la unidad de la columna que tiene la misma eficacia en la separación que una destilación simple y se expresa a menudo en cm de altura de la columna.

V. PROCEDIMIENTO

Experimento 1.- Destilación Simple

Se le proporcionará una mezcla líquida (Problema 1) que deberá destilar por la técnica de destilación simple.

Utilice 25 ml del problema 1 y el equipo de destilación simple que esté montado como muestra en la mesa del laboratorio (Notas 1 y 2) El calentamiento de la muestra se puede hacer con una parrilla eléctrica, o bien, con un baño de aceite o un baño de aire (Nota 3).

Anote la temperatura a la cual empieza a destilar y reciba todo lo que destile hasta antes de que la temperatura llegue a ser constante. (*Cabeza*).

Al permanecer constante la temperatura, cambie inmediatamente de probeta, para recibir ahora todo lo que destile a esa temperatura. (*Cuerpo*). Luego, deje en el matraz lo que ya no destila (*Cola* de la destilación).

Coloque en sus respectivos frascos las fracciones separadas.

Todos los datos se anotarán en su tabla correspondiente. Anote los resultados de la destilación simple en la siguiente tabla:

Volumen (ml)	Temperatura (°C)	Volumen (ml)	Temperatura (°C)
1		11	
2		12	

3		13	
4		14	
5		15	
6		16	
7		17	
8		18	
9		19	
10		20	

Experimento 2.- Destilación fraccionada.

Se le proporcionará una mezcla líquida (Problema 2) que deberá destilar comparativamente por destilación simple y por destilación fraccionada.

Experimento 2a.- Destile 25 ml de la muestra 2, utilizando la técnica de destilación simple. Anote las variaciones de la temperatura de destilación por cada 2 ml de destilado (Nota 3).

Con base en estas variaciones, separe las fracciones de la destilación: cabeza, cuerpo y cola (lo que queda en el matraz).

Experimento 2b.- Destile otros 25 ml de la muestra 2, ahora utilizando la técnica de destilación fraccionada con un equipo como el que se muestra en la figura 2 (Nota 4).

Anote las variaciones de la temperatura de destilación por cada 2 ml de destilado.

Con base en estas variaciones, separe cabeza, 1er. componente, 2º componente, 3º componente y cola de la destilación. Entregue al profesor las fracciones separadas.

Anote sus resultados en las siguientes tablas y mida los volúmenes obtenidos:

Problema 2a.- Destilación Simple.

Volumen ml	Temperatura (°C)	Volumen ml	Temperatura (°C)
1		11	

2		12	
3		13	
4		14	
5		15	
6		16	
7		17	
8		18	
9		19	
10		20	

Fracción de la destilación	Temperaturas de destilación: °C	Volumen (ml)
Cabeza		
Cuerpo		
Cola	-----	

Problema 2b.- Destilación fraccionada.

Volumen ml	Temperatura (°C)	Volumen ml	Temperatura (°C)
1		11	
2		12	
3		13	
4		14	
5		15	
6		16	
7		17	
8		18	
9		19	
10		20	

Fracción de la destilación		Temperaturas de destilación: (°C)	Volumen (ml)
Cabeza			
Cuerpo	Fracción A		
	Fracción B		
	Fracción C		
Cola		-----	

Finalmente, trace dos gráficas en el papel milimétrico, una para cada tipo de destilación, colocando en las *abscisas* los volúmenes del destilado y en las *ordenadas* las temperaturas de destilación.

Con base en los resultados obtenidos (aspecto del destilado, volumen del mismo, variaciones de la temperatura de destilación, etc.) así como en la interpretación de las gráficas correspondientes, deduzca, de las dos técnicas de destilación, cuál es mejor.

NOTAS

- (1) Deberá engrasar las juntas esmeriladas.
- (2) Si calienta con mechero, no olvide agregar cuerpos porosos al matraz antes de iniciar el calentamiento.
- (3) El profesor le indicará la forma más adecuada de calentamiento, dependiendo de la naturaleza de la sustancia de que se trate. Si va a utilizar baño de aceite, cerciórese de que el vaso esté limpio y seco, evitando llenarlo demasiado pues puede derramarse e incendiarse.
- (4) Las columnas de fraccionamiento pueden ser: vigreux; tubo de vidrio relleno de fibra de vidrio o de pedacería de vidrio, o bien, sin rellenar.

VI. ANTECEDENTES.

- a) Destilación simple y fraccionada. Presión de vapor. Punto de ebullición. Azeótropos.
- b) Concepto de plato teórico y número de platos teóricos en una columna de destilación fraccionada.
- c) Eficiencia de la columna de destilación fraccionada. Factores que intervienen en una destilación.
- d) Interpretación de gráficas de destilación.

VII. CUESTIONARIO

- a) ¿Qué criterio siguió para separar las diferentes fracciones durante las destilaciones? Explique.
- b) ¿Qué finalidad tiene conectar el agua a contracorriente en el refrigerante?
- c) Copie sus tablas de resultados, indicando cómo separó sus fracciones.
- d) Dibuje sus gráficas de las destilaciones.

- e) Compare entre sí los resultados experimentales de las dos destilaciones del problema 2 y dé tres razones de aquélla que le pareció más eficaz.
- f) ¿En qué casos es recomendable utilizar la destilación simple y en cuáles la destilación fraccionada?

VIII. BIBLIOGRAFIA

- Adams R., Johnson J. R. and Wilcox, C. F. Jr. Laboratory Experiments in Organic Chemistry, 7^a ed.. MacMillan, (USA), 1979.
- Bates R.B., Schaefer J.P. Técnicas de Investigación en Química Orgánica, Prentice-Hall Internacional, Madrid, 1977.
- Brewster R.Q., Vanderwerf, C.A.y McEwen, W. E. Curso de Química Orgánica Experimental, Alhambra, Madrid, 1974.
- Campbell B.N. Jr.and McCarthy Ali, M. Organic Chemistry Experiments, microscale and semi-microscale, Brooks/Cole , USA., 1994.
- Fessenden R.J. and Fessenden J.S. Organic Laboratory Techniques. Brooks/Cole , USA., 1993.
- Moore J.A. and Dalrymple D.L. Experimental Methods in Organic Chemistry. W. B. Saunders, (USA), 1976.
- Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S. Jr., Introduction to Organic Laboratory Techniques, a Contemporary Approach. Saunders, USA., 1976.
- Roberts R.M., Gilbert J.C., Rodewald L.B. and Wingrove A.S. An Introduction to Modern Experimental Organic Chemistry. Holt, Rinehart & Winston, USA., 1969.