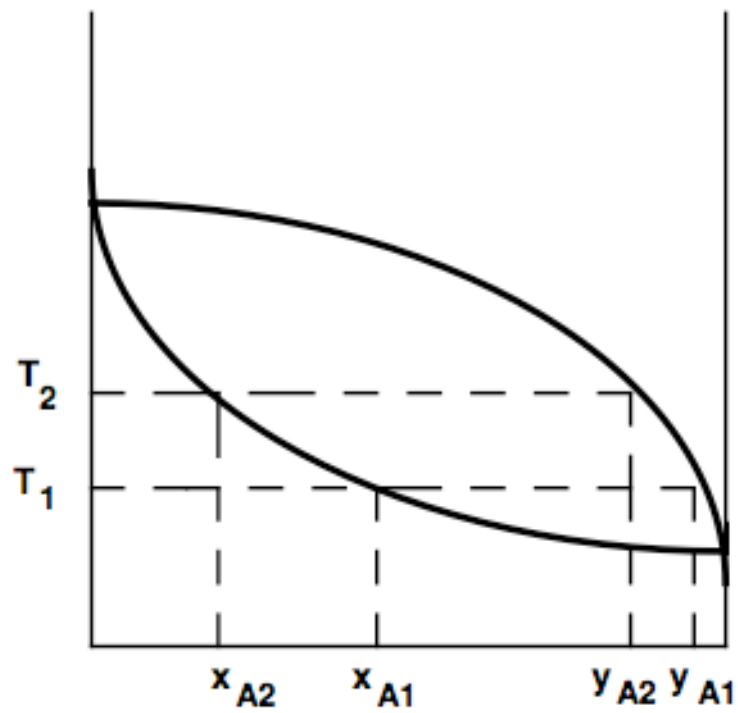


# MEMÒRIA

## *Pràctica 3 - Destil·lació*



Carles Palanca i Garcia  
Josep Garcia i Garcia  
Javier Pla i Tolos

# ÍNDEX

<i>Introducció i conceptes teòrics</i>	3
<i>Llei de Raoult</i>	3
<i>Destil·lació simple</i>	3
<i>Balanços i nomenclatura</i>	4
<i>Procediment experimental</i>	6
<i>Objectius de la Pràctica</i>	6
<i>Muntatge</i>	6
<i>Presentació dels Resultats</i>	8
<i>Càlculs previs</i>	8
<i>Comprovació del balanç total de quantitat de substància</i>	9
<i>Comprovació de les dades d'equilibri</i>	10
<i>Comprovació de l'equació de Lord Rayleigh</i>	12
<i>Resolució numèrica o gràfica</i>	12
<i>Resolució analítica</i>	13
<i>Discussió dels resultats</i>	14

# INTRODUCCIÓ I CONCEPTES TEÒRICS

## Llei de Raoult

de vapor de cada component i de la fracció molar de cada component present en la dissolució. Una vegada arribat a l'equilibri, la pressió total és igual a

$$P_{\text{solution}} = (P_1)_{\text{pure}}x_1 + (P_2)_{\text{pure}}x_2 + \dots$$

i la pressió de vapor per a cada component és

$P_i = (P_i)_{\text{pure}}x_i$ , on  $(P_i)_{\text{pure}}$  és la pressió de vapor del component pur i  $x_i$  és la fracció molar del component en dissolució.

Aquesta llei, no obstant, només es valida baix la suposició de que les interaccions químiques entre els dos líquids son iguals als enllaços entre cada líquid, és a dir, baix condicions de dissolució ideal. Així, com més es pareguen els dos líquids, millor prediurà la llei de Raoult el seu comportament.

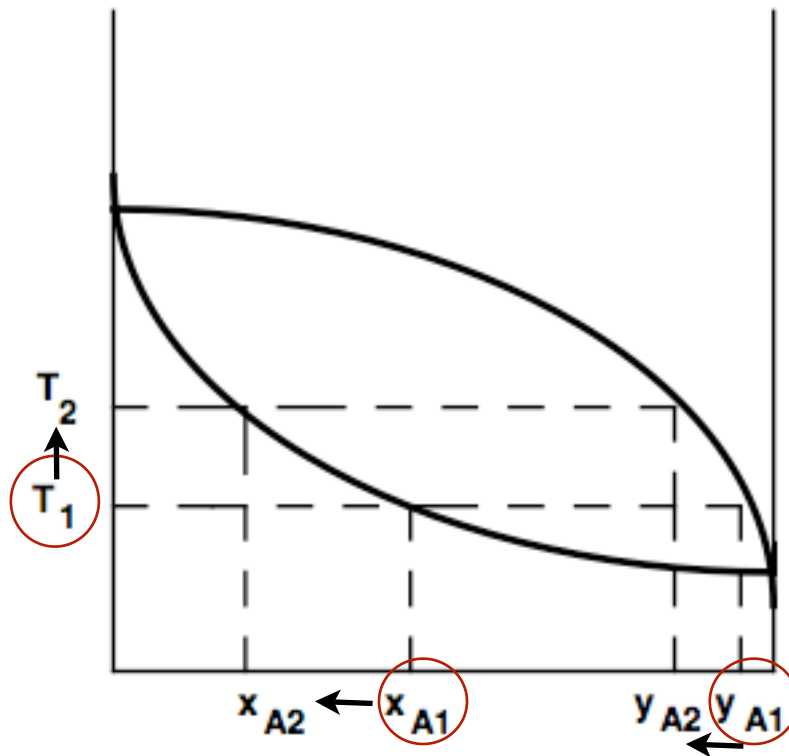
## Destil·lació simple

La destil·lació es un mètode per a separar substàncies químiques basat en la diferencia de la volatilitat d'estos en un una mescla líquida.

En una destil·lació simple, els vapors calents produïts passen immediatament a un condensador que els refreda i els condensa. Per esta raó, la destil·lació no serà mai pura, ja que la seua composició serà igual a la composició dels vapors a la seua temperatura pressió de formació.

La destil·lació simple s'utilitza per a separar líquids els punts d'ebullició dels quals difereixen en més de 25 °C o per a separar líquids de solids involàtils o olis. En estos casos, podem negligir la volatilització dels components que no ens interessen i obtenir un destilat suficientment pur per al nostre objectiu.

En el nostre cas, tindrem dos components i el diagrama vapor-líquid a pressió constant amb el component A més volàtil serà:



Quan comencem a destil·lar, si la composició del líquid és  $x_{A1}$ , ho farem a una temperatura  $T_{A1}$  i la primera composició de vapor que obtindrem serà  $y_{A1}$ . Si continuem destil·lant, trobarem menor composició d'A líquid en la mescla  $x_{A2}$  i també en el vapor  $y_{A2}$ . Si arrepleguem tot el vapor condensat en un mateix recipient, la seua composició en A es trobarà entre  $y_{A1}$  i  $y_{A2}$  i es denominarà  $x_{ADf}$ .

## Balanços i nomenclatura

L: Nombre de mols a la mescla líquida.

D: Nombre de mols al condensat.

v: Cabal molar de vapor.

Fent balanços podem arribar a les equacions:

$$L_1 - L_2 = D_f$$

i

$$L_1 \cdot x_{A1} - L_2 \cdot x_{A2} = D_f \cdot x_{ADf}$$

També podem arribar a l'equació de Lord Rayleigh:

$$\int_{L_2}^{L_1} \frac{dL}{L} = \ln \frac{L_1}{L_2} = \int_{x_{A2}}^{x_{A1}} \frac{dx_A}{y_A - x_A}$$

Integrable de forma numérica a partir de la següent taula:

$x_A$	$y_A$	$1/(y_A - x_A)$
$x_{A1}$	$y_{A1}$	$1/(y_{A1} - x_{A1})$
----	----	----
----	----	----
$x_{Ai}$	$y_{Ai}$	$1/(y_{Ai} - x_{Ai})$
----	----	----
----	----	----
$x_{A2}$	$y_{A2}$	$1/(y_{A2} - x_{A2})$

Per a obtenir la relació entre  $x_{Ai}$  i  $y_{Ai}$ , necessitem introduir el concepte de volatilitat relativa que es defineix com a:

$$\alpha_{AB} = \frac{y_A/x_A}{y_B/x_B}$$

d'on podem arribar a l'última equació, si la volatilitat relativa es manté constant:

$$\frac{L_1}{L_2} = \left[ \frac{x_{A1}}{x_{A2}} \left( \frac{1 - x_{A2}}{1 - x_{A1}} \right)^{\alpha_{AB}} \right]^{1/(\alpha_{AB} - 1)}$$

# PROCEDIMENT EXPERIMENTAL

## Objectius de la Pràctica

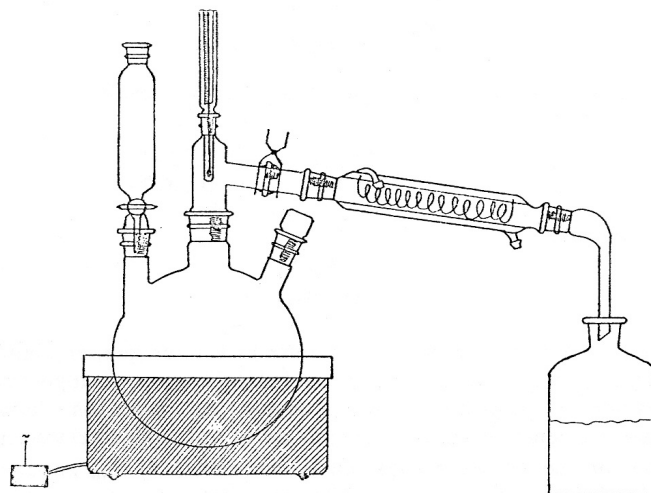
L'objectiu primordial d'aquesta pràctica és comprovar com, a través de la destil·lació, podem arribar a separar o purificar una mescla formada per dos líquids miscibles, com són el metanol i l'aigua, aprofitant els diferents punts d'ebullició que presenten aquests.

Un altre aspecte important a tindre en compte és observar com el destil·lat serà més ric en el component més volàtil, mentre que el residu ho serà del menys.

Per últim, també li donarem una importància especial a la interpretació dels diagrames d'equilibri vapor-líquid T-x-y, a pressió constant, per a una mescla binària de líquids.

## Muntatge

El dispositiu utilitzat per a realitzar la pràctica és el que es mostra en la figura que adjuntem a continuació:



Consta, bàsicament, d'un matràç de fons rodó de 5 litres de capacitat, una manta calefactora de potència regulable, un sistema de refrigeració per corrent d'aigua i recipients per tal de recollir les diferents mostres.

- En primer lloc, agafem l'ampolla que conté la mescla que hem de destil·lar i, amb l'ajuda d'un recipient i una balança, en mesurem, aproximadament, 2 kg.
- Prenem una petita mostra de la l'ampolla (mostra inicial) i, posteriorment, aboquem els 2 kg de la dissolució dins del matraç.
- Quan ja estiga tot llest, muntem el sistema de destil·lació, tenint en compte que les peces encaixen bé i no hi haja tensions, tal i com es veu en la figura mostrada anteriorment.
- Per tal d'evitar pèrdues de calor, cobrirem el matraç i el cap de destil·lació amb aïllants, procurant deixar al descobert la menor superfície possible.
- Connectem el sistema de refrigeració amb un cabal adequat i li donem a la manta calefactora la potència desitjada per tal de que l'ebullició es duga a terme correctament.
- Una vegada l'operació s'haja posat en marxa, recollim una mostra del primer destil·lat amb un vial i anotem la temperatura en què es troba el sistema.
- Posteriorment, deixem que el procés continue fins arribar a recollir uns 600-700 ml, que depositarem a un erlenmeyer.
- Quan haguem recollit el volum desitjat, apaguem la manta i prenem nota de la temperatura que registra el termòmetre en aquest moment.
- Retirem l'erlenmeyer i prenem una altra mostra (últim destil·lat).
- Col·loquem un recipient per tal d'arreplegar el que es vaja destil·lant.
- Amb l'ajuda del refractòmetre, analitzem les tres mostres preses fins al moment.
- Introduïm les mostres del primer i l'últim destil·lat a l'erlenmeyer on es troben els 600-700 ml de destil·lat.
- Mesurem la seva massa, agafem una mostra i l'analitzem amb el refractòmetre (destil·lat mitjà).
- Aboquem el líquid recollit després de l'últim destil·lat dins del matraç de fons redó i el deixem refredar fins a temperatura ambient.
- Determinem la seua massa i prenem una mostra que analitzarem, posteriorment, amb el refractòmetre (composició del residu).
- Finalitzada la pràctica, recollim tot el líquid utilitzat i l'aboquem al recipient d'on l'havíem agafat inicialment, deixant-ho així tot llest i preparat per a pràctiques posteriors.

# PRESENTACIÓ DELS RESULTATS

## Càlculs previs

A partir de la gràfica de la figura 4 obtenim les composicions, expressades en fracció molar de A (etanol), per a cadascuna de les 5 mostres realitzades.

Per a transformar les dades de massa en mols cal dividir entre el pes molecular mitjà de cadascuna d'aquestes fraccions. El pes molecular per a una mescla binària es calcula mitjançant la següent expressió:

$$M_m = x_A \cdot M_A + x_B \cdot M_B = x_A \cdot M_A + (1-x_A) \cdot M_B$$

On:

$x_A$  = Fracció molar de A

$x_B$  = Fracció molar de B

$M_A$  = Pes molecular de A

$M_B$  = Pes molecular de B

D'aquesta manera es poden obtenir els mols inicials de la mescla ( $L_1$ ), els mols del residu ( $L_2$ ) i els mols del destil·lat recollit ( $D_f$ ). Amb aquestes dades podem construir una la següent taula:

Taula I	Massa (g)	Index de refracció	Fracció molar	Quantitat de substància
Mescla Inicial	2000	1,3347	0,73	70,87172218
Primer Destil·lat		1,3296	0,905	
Últim Destil·lat		1,3308	0,865	
Residu	1327,07	1,336	0,68	48,22202035
Destil·lat	642,48	1,3302	0,885	21,14116486

Mm(metanol)(g/mol)=	32
Mm(aigua)(g/mol)=	18

## Comprovació del balanç total de quantitat de substància

Per tal de que es compleixca el balanç total i de component entre el moment inicial i el final, es necessari comparar els valors experimentals obtinguts. Així es poden comparar els valors de la composició i numero de mols del residu aplicant les equacions següents:

$$[L_2]_{\text{calc}} = L_I + D_f$$
$$x_{A_2} = x_{A_I} \cdot L_I - x_{A Df} \cdot D_f / [L_2]_{\text{calc}}$$

I aquests resultats es poden comparar en la següent taula:

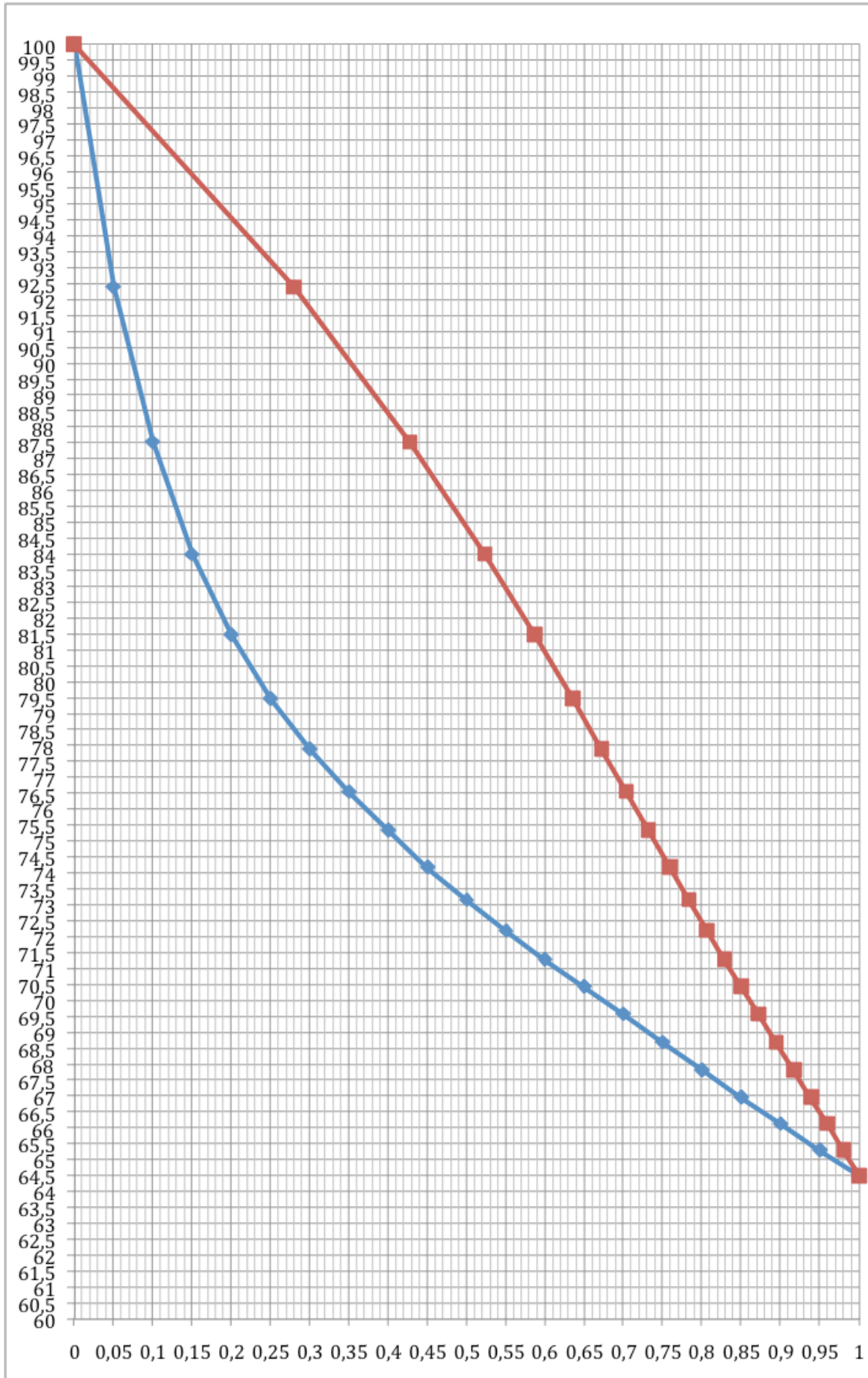
Taula II	Experimental	Calculat
Mols de residu	48,22202035	49,73055733
Composició residu	0,68	0,664107303

## Comprovació de les dades d'equilibri

A partir de les dades de la taula III podem construir el diagrama d'equilibri  $T = f(x_A, y_A)$

Taula III

T (°C)	x(A)	y(A)
100	0	0
92,39	0,05	0,2797
87,53	0,1	0,4277
84,01	0,15	0,5233
81,48	0,2	0,587
79,48	0,25	0,6352
77,9	0,3	0,6723
76,56	0,35	0,7036
75,36	0,4	0,7317
74,19	0,45	0,7592
73,16	0,5	0,7834
72,2	0,55	0,8065
71,29	0,6	0,8287
70,45	0,65	0,8496
69,58	0,7	0,8718
68,69	0,75	0,8946
67,83	0,8	0,9167
66,97	0,85	0,9387
66,14	0,9	0,9597
65,31	0,95	0,9806
64,5	1	1



Fent us d'aquesta gràfica (o si volem obtenir millors resultat interpolant entre els valors de la taula III) podem obtenir els valors de  $[y_{A1}]_{\text{teor}}$  (composició del vapor que està en equilibri amb la mescla inicial,  $x_{A1}$ ), i la temperatura teòrica a la que comença la destil·lació,  $[T_1]_{\text{teor}}$ , així com la temperatura  $[T_2]_{\text{teor}}$  i la composició teòrica de l'últim destil·lat obtingut  $[y_{A2}]_{\text{teor}}$ .

Aquests valors els podem recollir en la següent taula:

Taula IV	Experimental	Teòric
Composició primer destil·lat	0,905	0,88548
Composició últim destil·lat	0,865	0,86292
Temperatura inicial destil·lació (°C)	68	69,046
Temperatura final destil·lació (°C)	70,5	69,928

## Comprovació de l'equació de Lord Rayleigh

Aquesta equació ens diu que:

$$\int_{L_2}^{L_1} \frac{dL}{L} = \ln \frac{L_1}{L_2} = \int_{x_{A2}}^{x_{A1}} \frac{dx_A}{y_A - x_A}$$

Donat que els valors de  $L_i$  (experimentals) són coneguts (en taula I), hi ha que obtenir el valor de la integral. La resolució de la integral es deu fer per 2 mètodes diferents:

## Resolució numèrica o gràfica

Amb les dades d'equilibri, i entre els límits d'operació  $x_{A1}$  i  $x_{A2}$  es contrueix la següent taula:

$x(A)$	$y(A)$	$y(A) - x(A)$	$1/(y(A) - x(A))$	
0,68	0,86292	0,18292	5,46687076	<b>E</b>
0,685	0,86514	0,18014	5,55123793	<b>I</b>
0,69	0,86736	0,17736	5,63824989	<b>P</b>
0,695	0,86958	0,17458	5,72803299	<b>I</b>
0,7	0,8718	0,1718	5,82072177	<b>P</b>
0,705	0,87408	0,16908	5,91436007	<b>I</b>
0,71	0,87636	0,16636	6,01106035	<b>P</b>
0,715	0,87864	0,16364	6,11097531	<b>I</b>
0,72	0,88092	0,16092	6,21426796	<b>P</b>
0,725	0,8832	0,1582	6,32111252	<b>I</b>
0,73	0,88548	0,15548	6,43169539	<b>E</b>

Amplitud subintervalos (h) = 0,005

Amb els valors obtinguts de l'última columna podem aplicar directament el mètode de Simpson d'integració numèrica o també podem evaluar gràficament la integral representant  $y(A) - x(A) = f(x(A))$  i medint l'àrea tancada entre la corba, l'eix de abscisses i els límits d'integració.

En el nostre cas hem utilitzat el mètode de Simpson.

## Resolució analítica

En aquest cas utilitzarem una resolució analítica per a calcular el valor de,  $\frac{L1}{L2}$ . Caldrà gastar l'expressió següent:

$$\frac{L1}{L2} = \left[ \frac{x_{A1}}{x_{A2}} \left( \frac{1 - x_{A2}}{1 - x_{A1}} \right)^{\alpha(AB)} \right]^{\left[ \frac{1}{(\alpha(AB) - 1)} \right]}$$

Per a poder aplicar l'equació anterior cal obtenir valors de la volatilitat relativa de la mescla binària en diferents moments de l'operació, i després obtenir una mitja d'ells. Els valors de  $\alpha(AB)$  es calculen utilitzant l'equació:

$$\alpha(AB) = \frac{y_A(1 - x_A)}{x_A(1 - y_A)}$$

Per tant podem construir una taula on  $\alpha(AB)_m$  es la mitjana aritmètica de  $\alpha(AB)$ .

x(A)	y(A)	1 - x(A)	$\alpha(AB)$	TAULA VI
0,68	0,86292	0,32	2,962358	
0,685	0,86514	0,315	2,950008	
0,69	0,86736	0,31	2,937903	
0,695	0,86958	0,305	2,926041	
0,7	0,8718	0,3	2,914419	
0,705	0,87408	0,295	2,90462	
0,71	0,87636	0,29	2,895098	
0,715	0,87864	0,285	2,885853	
0,72	0,88092	0,28	2,876889	
0,725	0,8832	0,275	2,86821	
0,73	0,88548	0,27	2,859818	
			<b>2,90462</b>	<b><math>\alpha(AB)_m</math></b>

Finalment, obtingut el valor de  $\alpha$  (AB)m podem construir una última taula per a comparar els resultats:

$$\ln(L_1/L_2) = 0,385056$$

$$\text{Integral per Simpson} = 0,296283$$

$$\text{Valor calculat analíticament} = 0,296355$$

## Discussió dels resultats

**a)** Observant els valors de la taula II es veu que la diferència entre els mols obtinguts experimentalment i els calculats és de aproximadament 1,5 mols que es tradueix a un error del 3,13 %. Aquest error pot estar justificat per la pèrdua de destil·lat pel transvasament del líquid d'un recipient a un altre.

En la taula IV els valors obtinguts són prou pareguts entre ells encara que observem una xicoteta diferència entre els valors de la composició del primer destil·lat que deuen ser deguts al moment de la presa de la mostra o a la precisió en la lectura de la mostra. També es veuen unes xicotetes diferències entre les temperatures que deuen ser degudes a la poca precisió en la lectura de la temperatura en el termòmetre.

En la taula VII es veu una diferència prou clara. Al agafar els valors obtinguts experimentalment dels mols inicials i mols del residu, aquests van arrastrant uns errors (presa de dades, poc temps de destil·lació, aïllament tèrmic, ....) que es tradueixen en un gran error final. En canvi els resultats obtinguts analíticament sols es diferencien a partir de la quarta xifra decimal indicant que els 2 mètodes són adequats.

**b)** La rapidesa en la que realitzem la pràctica és una que s'observa en el valor obtingut de la taula VII. El poc temps dedicat a la pràctica és un factor molt important a l'hora d'obtenir els resultats. Un altre factor prou important és l'aïllament tèrmic. Al no tenir un material adequat per a fer la pràctica amb un bon aïllament tèrmic fa que els errors vagin augmentant.

Aquests problemes es podrien solucionar amb un bon laboratori on els materials de treball tinguin una molt bona qualitat i amb més temps per a realitzar la pràctica. Per tant aquests problemes en el nostre cas no els podem resoldre donat el cas de que estem en un laboratori de pràctiques i el temps i els materials són els adequats per a la formació bàsica necessària. Segurament en un bon laboratori industrial aquests factors es minimitzen al màxim i obtinguen uns millors resultats.