

PRÁTICA 06

DESTILAÇÃO SIMPLES E FRACIONADA

Fundamentação teórica

Um processo de destilação é caracterizado pela vaporização de uma substância, seguido de sua condensação e coleta do condensado em outro frasco. Esta técnica é útil para separar uma mistura quando os componentes têm diferentes pontos de ebulição, caracterizando-se como principal método de purificação de um líquido.

Um exemplo largamente conhecido de utilização de técnicas de destilação é a produção de bebidas alcoólicas. A bebida é feita pela condensação dos vapores de álcool que escapam mediante o aquecimento de um mosto fermentado. Como o ponto de ebulição do álcool é menor que o da água presente no mosto, o álcool evapora, dando-se assim a separação da água e o álcool.

Destilação Simples: A destilação simples é uma das operações de uso mais comum na purificação de líquidos e consiste, basicamente, na vaporização de um líquido por aquecimento, seguida da condensação do vapor formado, conforme mostrado na Figura 1. Quando uma substância pura é destilada à pressão constante, a temperatura do vapor permanece constante durante toda a destilação. O mesmo comportamento é observado em misturas contendo um líquido e uma impureza não volátil, uma vez que o material condensado não está contaminado pela impureza. A destilação simples só deve ser usada na purificação de misturas líquidas onde somente um dos componentes seja volátil, ou a diferença entre os pontos de ebulição das substâncias seja maior que 30°C.



Figura 1. Aparato experimental para destilação simples.

Destilação Fracionada: A técnica de destilação é comumente usada em laboratório para separação e purificação de líquidos voláteis. Quando o líquido a ser destilado é uma mistura de solventes a serem separados, pode-se realizar uma destilação fracionada. Se as pressões de vapor de duas ou mais substâncias são tão próximas de modo que não possam ser separadas por destilação simples, deve-se usar uma coluna de fracionamento para separá-las. Considerando uma solução de dois líquidos em equilíbrio com o seu vapor, o qual contém os dois componentes, a uma determinada temperatura, evidentemente este vapor estará mais rico no componente mais volátil. Se condensarmos este vapor e deixarmos que o condensado entre em equilíbrio com o seu vapor, esse segundo vapor, apresentará maior proporção do componente mais volátil do que o seu condensado, e assim sucessivamente. Baseado neste princípio, na destilação fracionada, ao invés de fazermos destilações sucessivas das primeiras frações do destilado, utiliza-se uma coluna de fracionamento (coluna de Vigreux) à montagem da destilação simples, conforme mostrado na Figura 2.



Figura 2. Aparelhagem de destilação fracionada.

Destilação Fracionada - Sistemas com ponto de ebulição mínimo ou máximo: O diagrama de fase líquido-vapor de uma mistura de dois solventes pode apresentar composições de ponto de ebulição mínimo ou máximo. Neste ponto, o sistema destila sem variação de composição e são chamados de composição ou mistura azeotrópica. Um exemplo de mistura com ponto de ebulição mínimo é a formada por etanol (P.E. = $78,3^{\circ}\text{C}$, componente A) e tolueno (P.E. = $110,6^{\circ}\text{C}$, componente B). O ponto de ebulição da mistura azeotrópica é de $76,7^{\circ}\text{C}$ e a composição em peso tem 68% de etanol. Um exemplo de mistura com ponto de ebulição máximo é a formada por acetona (P.E. = $56,4^{\circ}\text{C}$, componente A) e clorofórmio (P.E. = $61,2^{\circ}\text{C}$, componente B). O ponto de ebulição da mistura azeotrópica é de $64,7^{\circ}\text{C}$ com composição de 80% em clorofórmio.

Em uma destilação fracionada de mistura tolueno/etanol, o vapor coletado irá ter a composição de azeótropo enquanto que o resíduo líquido irá se aproximar de etanol (A) ou tolueno (B) puro dependendo da composição inicial estar à esquerda ou direita do ponto mínimo. No caso de destilação de mistura acetona/clorofórmio, a situação se

inverte. O resíduo líquido caminha para o ponto de mistura azeotrópica enquanto que o destilado pode ser obtido puro em A ou B dependendo da posição do ponto de composição inicial. A separação de misturas azeotrópicas pode ser feita por diversas formas. Um dos artifícios utilizados é a adição de uma terceira substância que altera a razão de pressão de vapor no azeótropo. Também podem ser utilizados métodos químicos (o reagente adicionado interage com um dos componentes e, portanto, quebra a razão de composição) ou métodos de adsorção seletiva.

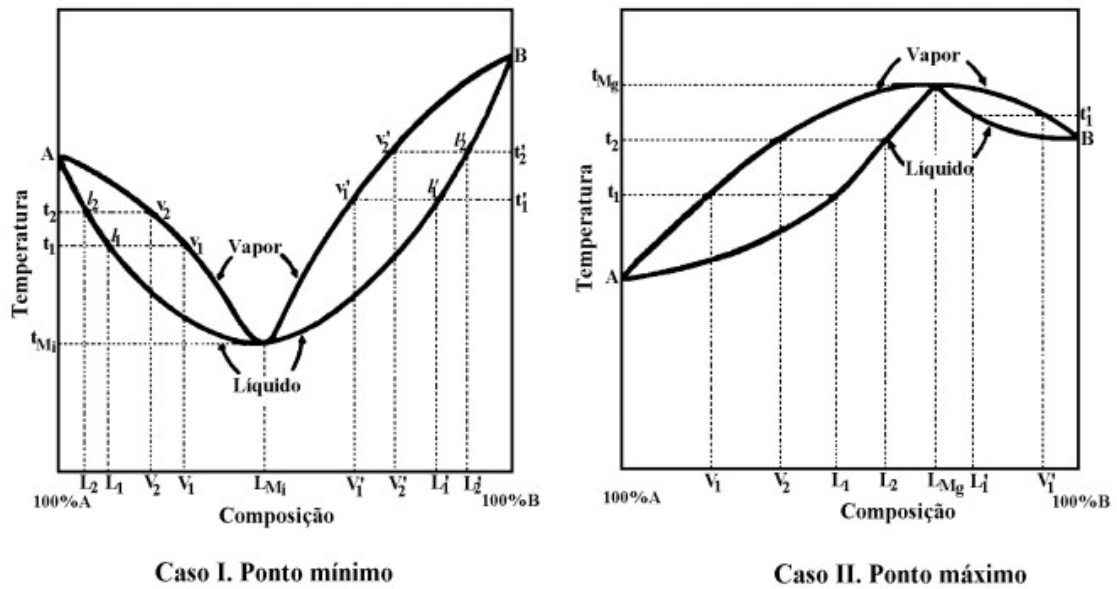


Figura 3. Diagrama temperatura-composição da mistura de dois líquidos A e B. Caso I: ponto de ebulição mínimo e Caso II: ponto de ebulição máximo.

Segundo a Lei de Raoult, a pressão de vapor de um solvente é proporcional à sua fração molar em solução:

$$P_{mistura} = x_{solvente} P_{solvente} \quad (1)$$

Soluções que obedecem a essa relação em qualquer faixa de concentração são chamadas de soluções ideais. Quando a solução é formada por uma mistura binária de dois líquidos voláteis, A e B, cada componente tem a pressão de vapor dada pela Lei de Raoult:

$$P_A = x_{A,líquido} P_{A,puro} \text{ e } P_B = x_{B,líquido} P_{B,puro} \quad (2)$$

Por outro lado, a Lei de Dalton das pressões parciais afirma que a pressão total do vapor é a soma das pressões parciais:

$$P_{Total} = P_A + P_B \quad (3)$$

$$P_A = x_{A,líquido} P_{A,puro} + x_{B,líquido} P_{B,puro} \quad (4)$$

Pela expressão da Eq. (4), nota-se que o vapor da mistura é mais rico no componente mais volátil (componente com maior pressão de vapor) que o líquido. Assim,

na mistura etanol/tolueno, espera-se que o vapor em equilíbrio com a mistura líquida seja mais rico em etanol que o líquido. Com o aumento da temperatura, espera-se ainda, que a composição do vapor fique cada vez mais rica no componente com maior pressão de vapor.

Objetivo

Purificação de líquidos e familiarização com as técnicas de destilação.

Materiais

Colunas de vidro (condensador reto e coluna de Vigreux), balão de fundo redondo, condensador, Erlenmeyer, béquer, rolha de borracha, proveta, pedras de ebulição e manta aquecedora.

Reagentes

Amostras/misturas de interesse.

Procedimento

Destilação simples

- a) Adicione ao balão de destilação as pedras de ebulição e a mistura a ser destilada.
- b) Monte um sistema de destilação simples como mostrado na Figura 1.
- c) Inicie o aquecimento do sistema.
- d) Observe atentamente o sistema enquanto ocorre o aquecimento, constantemente observando a temperatura que é registrada no termômetro.
- e) Observe a temperatura de ebulição do primeiro componente da mistura. Ele vai destilar por algum tempo e a temperatura vai permanecer constante; **anote esta temperatura.**
- f) Quando a temperatura começar a subir rapidamente, troque o Erlenmeyer imediatamente; esta fração vai conter uma mistura dos dois líquidos.
- g) Quando a temperatura estabilizar de novo, troque novamente o Erlenmeyer e recolha o segundo líquido; **anote a temperatura (Não deixe que o balão fique completamente seco).**
- h) Faça os testes necessários para avaliar se a destilação foi bem sucedida.

Destilação fracionada

- a) Transfira a mistura de líquidos ao balão de fundo redondo e adicione algumas pedras de ebulição.
- b) Monte o sistema de destilação fracionada, de acordo com a Figura 2, e ligue o aquecimento (monte em seu caderno uma planilha relacionando o volume destilado contra a temperatura de ebulição).
- c) Observe a ebulição do primeiro componente. Ele vai destilar por algum tempo e a temperatura vai permanecer constante por algum tempo; **anote esta temperatura.**
- d) Quando a temperatura começar a subir, troque o Erlenmeyer imediatamente; ele vai conter uma mistura dos líquidos.

- e) Quando a temperatura estabilizar de novo, **anote a temperatura e** troque novamente o Erlenmeyer, recolhendo o segundo líquido.
- f) Repita os passos “d” e ”e” (se necessário) até que todos os componentes da mistura tenham sido coletados (**Não deixe que o balão fique completamente seco**).

Questões:

- 1- Quais os possíveis tipos de interações que levam um par de líquidos a formarem azeótropo de máximo? E de mínimo?