

3. Destil·lació fraccionada. Determinació del grau d'alcohol d'un vi

Objectius

- Separar una mescla d'aigua i metanol mitjançant el mètode de la destil·lació fraccionada.
- Determinar el percentatge d'alcohol d'un vi després d'haver-ne fet una destil·lació.

Introducció




La tècnica de la *destil·lació fraccionada* requereix una columna de fraccionament, la qual permet una separació eficaç de líquids de temperatura d'ebullició semblant.

Una columna de fraccionament conté petites safates distribuïdes en tota la seva longitud, de tal manera que les petites quantitats de líquid que es troben en cada una d'elles, mentre es realitza la destil·lació, contenen mescles cada vegada més riques en el líquid més volàtil com més amunt en la columna estigui situada la safata. Hi ha casos en què no és possible la separació completa dels components de mescles de líquids per destil·lació ni que sigui fraccionada. Aquestes mescles tan particulars s'anomenen *mescles azeotròpiques* i es caracteritzen per tenir una temperatura d'ebullició constant igual que les substàncies pures. Precisament l'aigua i el component principal del vi, l'etanol, en formen una que té de composició 96% d'etanol i 4% d'aigua. Per aquest motiu, no s'acostuma a tenir etanol pur a la farmaciola, sinó "alcohol de 96° ". No obstant això, es pot obtenir etanol pur d'una mescla d'aigua i etanol destil·lant a pressió reduïda.

En primer lloc destil·larem una dissolució de metanol en aigua; a pressió atmosfèrica, el metanol bull a 65°C i l'aigua a 100°C. En segon lloc destil·larem una mostra de vi per obtenir el grau d'alcohol que conté.

Primera part: Separació d'aigua i metanol per destil·lació fraccionada a pressió atmosfèrica

Material i Equipament

<p>Equipament</p> <ul style="list-style-type: none"> - Aparell de destil·lar amb columna de fraccionament - Bec de Bunsen - Gradeta amb tubs d'assaig (6) - Proveta de 100 cm³ - Espàtula 	<p>Reactius i altres materials</p> <ul style="list-style-type: none"> - metanol <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>LIQUID INFLAMABLE</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>TÒXIC</p> </div> </div> <ul style="list-style-type: none"> - sulfat de coure (II), anhidre <div style="text-align: center;">  <p>NOCIU</p> </div> <p>Ulleres de seguretat</p>
--	--

Procediment

Muntatge i execució de l'experiència

1. Munta l'aparell per fer una destil·lació fraccionada que veus a la figura 1. Observa com és la columna de fraccionament. Pren nota de les teves observacions.

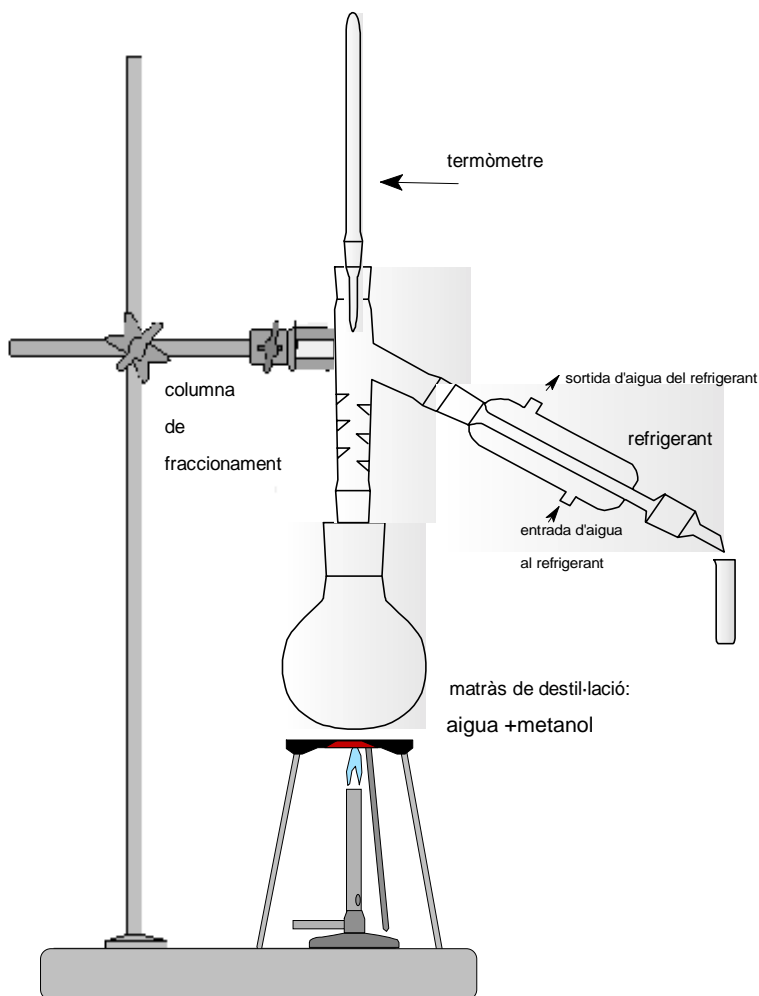


Figura 1: aparell de destil·lació amb columna de fraccionament



2. Col·loca en el matràs de destil·lació una mescla de 90 cm³ d'aigua i 10 cm³ de metanol. Tapa el matràs i assegura't que tot el conjunt està ben muntat. No comencis a escalfar fins que no tinguis el vist-i-plau del professor.

3. Abans d'encendre el bec de Bunsen, fes circular l'aigua de refrigeració. Observa que l'aigua es fa circular a contracorrent dels vapors.

4. Un cop hagi encès el bec de Bunsen, has de controlar la temperatura del termòmetre, de manera que no sobrepassi els 65°C (el metanol bull a 65°C a pressió atmosfèrica). Per fer-ho redueix, si cal, la flama del Bunsen, o, fins i tot, retira'l del matràs. Quan s'hagi assolit una temperatura entorn dels 70°C i hagi recollit un volum

aproximat de 2 cm³ de líquid en el tub d'assaig que fa de col·lector, retira'l col·locant immediatament un altre tub. Aquesta serà la primera fracció del destil·lat.

5. Recull uns altres 2 cm³ de destil·lat. Anota la temperatura cada cop que canviïs de tub. Repeteix aquesta operació fins a tenir uns 5 o 6 tubs d'assaig. Numera cada tub per recordar l'ordre en què has anat recollint les fraccions.

6. Apaga el bec de gas i deixa refredar els components de l'aparell abans de desmuntar-lo.

Observacions qualitatives

1. Per reconèixer si el destil·lat conté o no aigua, usarem sulfat de coure (II) anhidre, com a "detector d'humitat". Aquest sòlid blanc canvia a color blau quan s'hidrata. A cada un dels tubs d'assaig, afegeix una punta d'espàtula o, si pots, un petit cristall de sulfat de coure (II) anhidre. Observa si el cristall agafa un color blavós. Escribeix les teves observacions en una taula com la següent:


Fracció de destil·lat	Temperatura a què ha destil·lat / °C	Color del cristall de sulfat de coure (II)	Deducció de la composició de la fracció destil·lada
1			
2			

2. Prepara dos tubs d'assaig més: un amb 2 cm³ d'aigua destil·lada i l'altre amb 2 cm³ de metanol. Afegeix a cada un d'ells una punta d'espàtula de sulfat de coure (II) anhidre i observa el color que agafa. Això et servirà per decidir sobre la composició de les fraccions que has recollit.

Segona part: Determinació del grau d'alcohol d'un vi

Per determinar quantitativament el grau d'alcohol o percentatge en etanol d'un vi, cal mesurar la seva densitat mitjançant un *alcohòmetre*, que és un densímetre calibrat en graus d'alcohol. Com que un vi a més d'etanol conté sucres, tanins i altres substàncies, cal eliminar-los prèviament. Per aconseguir-ho el procés més eficaç és fer una destil·lació, que ens proporcionarà una dissolució d'etanol i aigua

Material i Equipament

Equipament <ul style="list-style-type: none"> - Aparell de destil·lar amb columna de fraccionament - Bec de Bunsen - Proveta de 100 cm³ - Alcohòmetre 	Reactius i altres materials <ul style="list-style-type: none"> - Vi negre  Ulleres de seguretat
---	---

Procediment

Muntatge i execució de l'experiència

1. Munta l'aparell de destil·lació fraccionada que has fet servir en la primera part.
2. Col·loca 100 cm³ de vi en el matràs de destil·lació. Tapa el matràs i assegura't que tot el conjunt està ben muntat. No comencis a escalfar fins que no tinguis el vist-i-plau del professor.
3. Abans d'encendre el bec de Bunsen, fes circular l'aigua de refrigeració. Observa que l'aigua es fa circular a contracorrent dels vapors. Col·loca una proveta de 100 cm³ per recollir el líquid destil·lat.
4. Un cop hagis encès el bec de Bunsen, fixa't i pren nota de la temperatura que marca el termòmetre quan comencin a destil·lar les primeres gotes de líquid. Continua destil·lant fins a recollir en la proveta un total de 60 cm³ de líquid. Apaga el bec de Bunsen.
5. Retira la proveta, la qual contindrà tot l'etanol del vi que hi havia en el matràs i també una certa quantitat d'aigua. Acaba d'omplir la proveta fins als 100 cm³ amb aigua destil·lada.
6. Fes servir ara l'alcohòmetre, submergint-lo dins la proveta, per llegir directament el grau alcohòlic del vi.

Qüestionari

1. Per què és important controlar que la temperatura es mantingui entorn dels 70°C, quan es fa la destil·lació de la mescla de metanol i aigua?
2. Escribeu possibles explicacions per al cas que en cap de les fraccions recollides aconseguieu que el sulfat de coure (II) anhidre conservi el seu color blanc.
3. Al laboratori hi ha etanol "absolut" (és a dir, etanol pur, sense aigua). Suggeriu de quina manera s'ha obtingut.
4. A quina temperatura bull l'etanol pur? És aquesta la temperatura que marcava el termòmetre quan ha començat a destil·lar el vi?
5. Si no disposem d'una columna de fraccionament, amb un aparell de destil·lació simple, seria també possible fer una bona determinació del grau alcohòlic d'un vi?
6. Fes un esquema de l'alcohòmetre emprat. Aquest aparell determina la densitat del líquid, encara que està calibrat de tal manera que ens indica directament el grau d'alcohol. Quin és el procediment que cal seguir per calibrar un d'aquests aparells?

Destil·lació fraccionada. Determinació del grau d'alcohol d'un vi Material per al professorat

Orientacions didàctiques

Temporització

- Si l'aparell de destil·lació ja el troben els alumnes muntat, cal 1 hora per a l'experimentació de cada una de les parts
- 30 minuts per al qüestionari

Alumnes als quals s'adreça l'experiència

Alumnes de batxillerat

Orientacions metodològiques

És probable que només es disposi d'un únic aparell de destil·lació fraccionada. En aquest cas es munta com a demostració per a tot el grup. Això disminueix els riscos en la manipulació del metanol per part de l'alumnat. Vegeu l'apartat "Orientacions tècniques".

És probable que es puguin muntar dos o tres aparells de destil·lació simple, amb la qual cosa es pot fer la determinació del grau alcohòlic d'un vi, ja que la columna de fraccionament no és indispensable.

El sulfat de coure anhidre es pot comprar a les cases habituals de productes químics. Una alternativa més econòmica, si es disposa d'una estufa que escalfi a 110°C, és deshidratar sulfat de coure pentahidratat. Es posen petites quantitats de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en càpsules i es deixen 24 h o més a l'estufa. Cal guardar-lo en recipients hermètics per evitar que la humitat ambiental l'hidrati.

Propostes de recerca

La determinació del grau alcohòlic d'un vi pot suggerir diversos treballs de recerca en l'àmbit de l'anàlisi d'aliments basat en destil·lacions simples, fraccionades o per arrossegament amb vapor. Per exemple:

- Determinació del grau alcohòlic de vins de taula que es venen a granel.
- Obtenció del limonè a partir de la pell de taronja i de la pell de llimona. *Nuffield Advanced Science: Chemistry Students's Book 1*. Longman.
- Obtenció d'olis essencials de plantes aromàtiques. Grup Martí i Franquès *¿Eso es química?* Alhambra. Madrid.1986.
- Determinació de l'aigua i del greix en carn picada. B. Selinger: *Chemistry in the market place*. John Murray. London.1985

Orientacions tècniques

Si el centre no té aparell de destil·lació fraccionada, es pot demanar en préstec al CDECT.

Una alternativa és muntar una columna de fraccionament senzilla de la següent manera: es farceix un tub de vidre d'uns 2 cm de diàmetre intern i d'entre 25 i 30 cm de longitud de petites peces d'un material inert i, a ser possible, de gran superfície de contacte. Van molt bé els cilindres de ceràmica porosa, que es poden trobar en comerços de material d'aquaris. També es poden emprar bales de vidre.



Els dos extrems del tub es tapen amb taps per on s'insereixen tubs de vidre per connectar amb el matràs de destil·lació i amb el refrigerant. El tub superior ha de tenir a més un forat per al termòmetre.

Gestió dels residus: el contingut dels tubs d'assaig amb petites quantitats de metanol i sulfat de coure es buida en un recipient especial per a residus orgànics, que es manté tapat. Les deixalleries i punts verds admeten aquests residus com a dissolvents orgànics no clorats.

Conclusions

Resultats esperats

La destil·lació fraccionada, si es controla la temperatura, proporciona una bona separació del metanol i l'aigua.

Respostes al qüestionari

1. Per què és important controlar que la temperatura es mantingui entorn dels 70°C, quan es fa la destil·lació de la mescla de metanol i aigua?

Mentre la temperatura es manté entorn dels 70°C, només destil·la el metanol.

2. Escriu possibles explicacions per al cas que en cap de les fraccions recollides aconseguies que el sulfat de coure (II) anhidre conservi el seu color blanc.

No s'ha controlat bé la temperatura i s'ha arribat prop dels 100°C, destil·lant aigua junt amb el metanol.

3. Al laboratori hi ha etanol "absolut" (és a dir, etanol pur, sense aigua). Suggerix de quina manera s'ha obtingut.

S'obté per destil·lació al buit. L'aparell és hermètic i està connectat a una bomba de buit. Quan la pressió arriba a la dècima part de l'atmosfèrica, la mescla comença a bullir a 35°C i s'obté etanol pràcticament pur.

4. A quina temperatura bull l'etanol pur? És aquesta la temperatura que marcava el termòmetre quan ha començat a destil·lar el vi?

L'etanol bull a 78,6°C. El termòmetre marcarà entorn dels 80°C, una temperatura molt propera a la d'ebullició de la mescla azeotròpica. Això pot confondre l'alumnat fent-lo pensar que el que està destil·lant és només etanol.

5. Si no disposem d'una columna de fraccionament, amb un aparell de destil·lació simple, també seria possible fer una bona determinació del grau alcohòlic d'un vi?

Sí, si es destil·la un volum de líquid molt superior al volum d'etanol present en els 100 cm³ de vi.

6. Fes un esquema de l'alcohòmetre emprat. Aquest aparell determina la densitat del líquid, encara que està calibrat de tal manera que ens indica directament el grau d'alcohol. Quin és el procediment que cal seguir per calibrar un d'aquests aparells?

Funciona com un densímetre. Se submergeix en dissolucions d'aigua i etanol de composició coneguda.

Criteris d'avaluació

Si aquesta experiència s'ha fet únicament amb caràcter il·lustratiu, l'avaluació cal fer-la sobre les respostes a les qüestions. Si són els alumnes els que munten l'aparell de destil·lació es tindrà en compte, a més, la correcció del muntatge en relació amb l'ajuda que ha estat demanada.