

# GUÍA DE LABORATORIO N° 5

## DESTILACIÓN Y CROMATOGRAFÍA DE PAPEL

### Métodos de separación de mezclas

#### 1. INTRODUCCIÓN

Algunos de los procedimientos de laboratorio más desafiantes y consumidores de tiempo implican la separación de mezclas y la purificación de los componentes. Aquí se describen varias técnicas de separación.

Dentro de las técnicas de separación frecuentemente empleadas en la separación de mezclas tanto a nivel industrial como a nivel de laboratorio se encuentra la **crystalización** para la purificación de sólidos, en la separación de sólidos y líquidos se encuentran la **filtración** y la **centrifugación; extracción líquido-líquido** donde se separan los componentes de la muestra teniendo en cuenta la solubilidad de los componentes en dos disolventes inmiscibles; y la **destilación** es la separación de mezclas de líquidos, o separación de un líquido de sus impurezas no volátiles.

##### 1.1. DESTILACIÓN

La destilación es un método de purificación empleado principalmente para separar mezclas de líquidos volátiles con diferente punto de ebullición. Esta sencilla operación permite purificar un disolvente pero no permite separar completamente dos o más líquidos volátiles. Se emplean diferentes tipos de destilación de acuerdo a la mezcla de líquidos que se va a separar y a la estabilidad térmica de sus componentes.

Dependiendo de las condiciones en las que se lleve a cabo el proceso, la destilación se clasifica como: simple, al vacío (presión reducida), fraccionada, en corriente de vapor, sublimación y microdestilación. La primera se emplea como método de separación inicial en muchos de los procesos químicos que requieren una separación rápida de una mezcla de líquidos o de una separación de líquido de sus impurezas no volátiles, sin embargo, no es un proceso muy eficiente.

La destilación al vacío se emplea; cuando las sustancias a separar son lábiles al calor y por tanto se hace necesario disminuir la presión del sistema para llevar a cabo la separación a una temperatura de ebullición inferior. En la destilación fraccionada, mediante la introducción de una columna de fraccionamiento se lleva a cabo varias destilaciones simples en un solo paso, lo que hace de ella un proceso eficiente. Es ampliamente utilizada para la separación de las fracciones del petróleo y en la industria de disolventes. La microdestilación se emplea para separar líquidos muy viscosos con altos puntos de ebullición.

##### 1.2 CROMATOGRAFIA DE PAPEL

En 1906, el botánico Ruso M. Tswett realizó un experimento que condujo al descubrimiento de lo que hoy se conoce como cromatografía. Colocó un extracto de pigmentos vegetales en la parte superior de una columna de vidrio rellena de carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ). Al agregar éter, observó que la mezcla original se separaba en diversas bandas coloridas que descendían a través de la columna a diferentes velocidades.

Un rasgo característico de la cromatografía es la presencia de dos fases; dispuestas de tal manera que mientras una permanece estacionaria dentro del sistema (fase estacionaria), la otra se

desplaza a lo largo de él (fase móvil), como se observa en la figura 1. La clave de la separación en cromatografía es que la velocidad con la que se mueve cada sustancia depende de su afinidad relativa por ambas fases (equilibrio de distribución). En el experimento de Tswett, la separación de los pigmentos vegetales se logró gracias a que cada uno de ellos tenía una afinidad diferente por las fases. En general, los componentes más afines a la fase estacionaria avanzan lentamente (más retenidos) mientras que los más afines a la fase móvil (menos retenidos) se mueven con mayor rapidez. Por consecuencia, el medio cromatográfico (columna, placa o papel) funciona como un controlador de la velocidad de cada sustancia que constituye la mezcla, logrando así su separación y mediante el uso de un detector, su caracterización química.

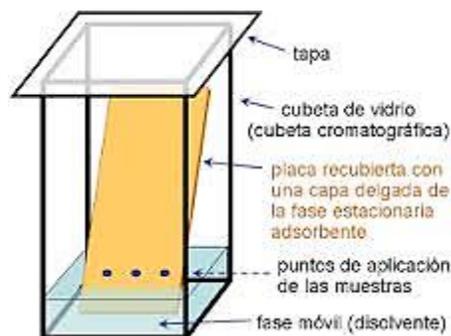


Figura 1. Cámara cromatografica

Aunque los principios fundamentales son los mismos, se acostumbra clasificar los métodos cromatográficos según el estado físico de la fase móvil:

- **Cromatografía líquida.** La fase móvil es un disolvente o mezcla de disolventes y la fase estacionaria un sólido que interactúa con las sustancias que se desea separar (cromatografía líquido-sólido), o bien un líquido inmiscible con la fase móvil, depositado en la superficie de un sólido (cromatografía líquido-líquido). Esta forma de cromatografía puede realizarse con diferentes arreglos experimentales: en columna, en capa delgada o en papel. En el primer caso, la fase estacionaria se encuentra relleno un tubo; en el segundo, se dispersa sobre una lámina de vidrio o aluminio formando un lecho de espesor uniforme; en la cromatografía en papel, la fase estacionaria es la solución acuosa contenida en el interior de las celdas formadas por las fibras de la celulosa, y es por tanto una forma de cromatografía líquido-líquido.
- **Cromatografía de gases.** En este caso la fase móvil es un gas inerte (helio o nitrógeno) y la fase estacionaria es un sólido (cromatografía gas-sólido) o un líquido "sostenido" por un sólido inerte (cromatografía gas-líquido). Este tipo de cromatografía siempre es en columna, ya que es la única manera de que la fase móvil gaseosa se mantenga fluyendo, confinada dentro del sistema. La columna puede estar rellena con la fase estacionaria, en forma semejante a la

cromatografía líquida, o bien la fase estacionaria puede depositarse sobre las paredes de un tubo muy delgado (0.25mm de diámetro) y largo (hasta 100m)

En esta práctica se realizará la separación de los pigmentos de la espinaca, usando los principios de la cromatografía de papel.

## 2. OBJETIVOS

- Familiarizarse con el método de destilación como proceso físico de separación.
- Manejar la técnica de destilación simple para separar parcialmente una mezcla de líquidos con diferentes temperaturas de ebullición.
- Determinar el grado alcohólico de una bebida a partir de la densidad del destilado.
- Adquirir experiencia en la utilización de la cromatografía de papel como método de separación e identificación de los componentes de una mezcla.
- Separar los principales componentes de la clorofila mediante cromatografía de papel.

## 3. ACTIVIDADES PRE-LABORATORIO

- a) Consultar y consignar en su cuaderno de laboratorio. Presión de vapor, punto de ebullición, propiedades de los líquidos, destilación simple, destilación fraccionada, a presión reducida, destilación por arrastre de vapor.
- b) Leer con atención la información acerca de aspectos conceptuales de la destilación (ANEXO 2)
- c) El fundamento teórico de la cromatografía en papel
- d) ¿Cómo se clasifican los colorantes?
- e) Investigue los pigmentos presentes en las hojas de espinaca
- f) Preparar en el cuaderno las tablas para recolección de datos

## 4. MATERIALES DEL ESTUDIANTE

Los estudiantes deben tener los siguientes objetos:

- Blusa de manga larga, Gafas de protección, guantes y gorro
- Dulce abrigo o un pedazo de tela que no genere pelusas
- Tijeras, Cinta de enmascarar, teflón, fósforo o encendedor
- Cronómetro, Bisturí y papel aluminio
- Cuaderno de laboratorio, Regla, Calculadora, Hoja papel cuadrado.
- **250 mL de una bebida alcohólica comercial.** Se recomienda emplear una bebida de bajo valor comercial, preferiblemente con un contenido de alcohol alto (Evite llevar cerveza). La bebida es de uso exclusivo para la práctica de laboratorio, lleve solo la cantidad necesaria. Para ello puede envasar los 250 mL en un recipiente limpio y seco y tomar una foto de la etiqueta de la bebida original en donde se aprecie la composición y el grado de alcohol de la misma. Una vez finalizada la práctica de laboratorio, la bebida sobrante se recolecta en un recipiente de residuos para ser destilada y empleada en prácticas adicionales. **NO SE PUEDE CONSUMIR.**
- 50 g de espinaca fresca

## 5. MATERIALES DE LABORATORIO

El laboratorio suministrará a cada grupo de trabajo los siguientes materiales

- Alcoholímetro
- Matraz de destilación de 250 mL
- Mortero y pistilo
- Vidrio de reloj

- Refrigerante recto
- Alargadera
- Balón aforado de 100 mL
- Termómetro
- Picnómetro
- Tapones de caucho (3)
- Mangueras (3)
- Mechero Busen o estufa
- Trípode
- Pinzas para condensador
- Soporte universal
- Erlenmeyer de 50 mL (2)
- 2 Beakers de 50 mL
- Pipeta graduada 10 mL
- Papel cromatográfico o papel de filtro (Whatman No.1 o Whatman 3 MM)
- Cámara cromatografía (probeta de 100 mL con corcho)
- Capilares de vidrio
- Mortero y pistilo
- Papel absorbente
- Baño de arena
- Frasco lavador

Para uso común

- Balanzas
- Papel indicador universal
- Hielo

Reactivos

- Etanol: 2,0%; 6,0%; 10,0%; 12,0%; 15,0%; 20,0%; 30,0%; 50,0%; 70,0%; 96,0%
- Sulfato de magnesio
- Arena Lavada
- Acetona
- Mezcla hexano:acetona (8,5:1,5 v/v)

## 6. ACTIVIDAD EXPERIMENTAL

El procedimiento puede realizarse en cualquier orden, se puede optimizar el tiempo para realizar las actividades aprovechando la disponibilidad de los implementos para el uso de todos.

### 6.1. DENSIDAD DEL ETANOL

La construcción del gráfico de densidad vs % de etanol se realiza con soluciones de etanol agua de concentración conocida. En el laboratorio encontrará preparadas soluciones de etanol – agua de diferente concentración. Determine con un picnómetro la densidad de la solución que le corresponda a su grupo se la tabla 7.1. El procedimiento para la determinación de densidad por picnómetro usado en la guía 2.

Con los resultados obtenidos, construya una gráfica de densidad en función de la composición. La que se presenta a continuación a manera de ejemplo, se obtuvo a partir de datos experimentales en una práctica previa.

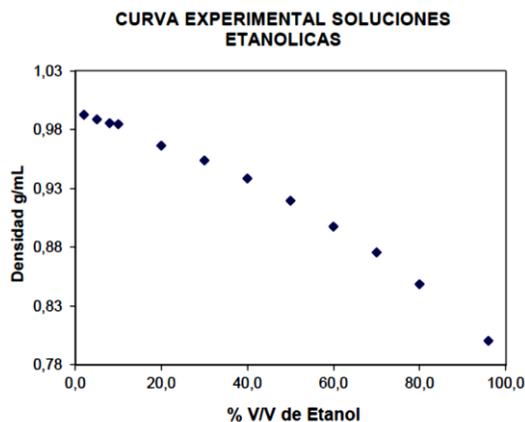


Figura 2. Diagrama de fases para una mezcla binaria de líquidos miscibles

Como se observa en la figura 1 la tendencia de la curva no es lineal, esto se debe a las fuerzas de interacción etanol – agua del tipo de puentes de hidrógeno que cambia la pendiente de la curva de acuerdo a la concentración de etanol. Por ello es necesario dividir la curva total en dos partes en el punto de inflexión, tal como se presenta a continuación en la figura 2.

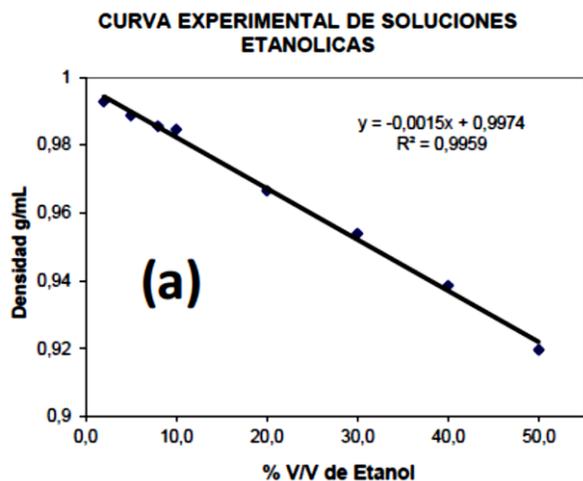


Figura 3. Muestras de los gráficos con diferentes escalas

En la figura 2(a) para la construcción del gráfico únicamente se tiene en cuenta las soluciones etanol–agua, con una composición inferior al 50%. Luego en esta curva se debe interpolar el grado alcohólico para bebidas destiladas con un contenido de etanol inferior al 50% V/V. para las bebidas con un contenido de etanol superior al 50% V/V debe emplearse la curva de la curva 6 (b). **Se realiza con los datos obtenidos en la práctica de laboratorio (tabla 7.1),** las presentadas aquí son una guía de cómo realizar las gráficas.

### 6.2. DESGASIFICACION DE LA MUESTRA

**Si su muestra es de alguna bebida espumosa,** mida aproximadamente 300 mL de la bebida alcohólica y vierta su contenido dentro de un matraz Kitazasato con tapa. Con ayuda de un agitador magnético mantenga la solución con agitación constante aproximadamente a 400 rpm durante 20 minutos. Si necesita realizar esta operación informe al laboratorista encargado, para iniciar este procedimiento mientras atiende la explicación del docente a cargo. Si se trata de un vino muy espumoso se puede requerir de una hora para la desgasificación, puede reducir el tiempo necesario empleando una bomba de vacío.

### 6.3. DESTILACIÓN SIMPLE

Mida en un balón aforado 100 mL de la bebida desgasificada y transfíralos cuantitativamente al matraz de destilación, para ello con ayuda de un frasco lavador lave las paredes del balón aforado con tres porciones de agua destilada sin sobrepasar la línea de aforo y reciba los lavados en el matraz de destilación. Ensamble el monte como se ilustra en la figura 3. Recuerde humedecer con agua la parte externa de los taponos para garantizar un sello hermético y evitar pérdidas de etanol al ambiente.

Lave repetidas veces el balón aforado de 100 mL que se empleó para medir el volumen inicial, adicione 10 o 20 mL de agua destilada y utilícelo para recibir el destilado. Encienda el

calentamiento y observara que la temperatura empieza a incrementar y posteriormente permanece constante en la temperatura de ebullición de la sustancia más volátil de mezcla.

Si la temperatura de ebullición empieza a subir hasta alcanzar la temperatura de ebullición del agua a la presión atmosférica de Pasto, quiere decir que el etanol ya ha destilado por completo, continúe destilando durante 5 minutos adicionales y suspenda el calentamiento. Retire la alargadera y lávela por dentro con pequeños volúmenes de agua destilada con ayuda de un frasco lavador. Reciba las aguas de lavado sobre el mismo matraz de 100mL, **SIN SOBREPASAR LA LINEA DE AFORO.** Complete el volumen (enrase), homogenice la solución y determine el grado alcohólico de su bebida.

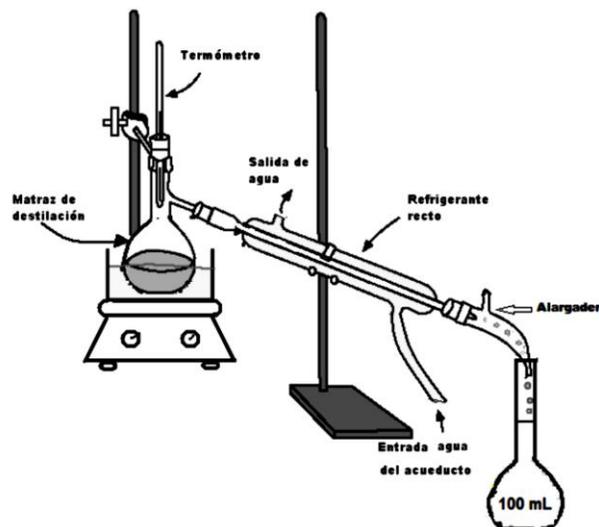


Figura 4. Montaje de destilación simple

### 6.4. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ALCOHOL

Utilizando un picnómetro determine la gravedad específica del destilado siguiendo el mismo procedimiento empleado en la Práctica No 2. Con el valor de densidad obtenido, a partir de la curva densidad en función de la composición (**numeral 6.1**) determine el grado alcohólico de la bebida que usted destiló, interpolando su valor de densidad en la curva correspondiente. También Lo puede hacer teniendo en cuenta la ecuación del gráfico. También determine el grado de alcohol utilizando el alcoholímetro. Complete los datos de la tabla 7.2.

### CROMATOGRAFIA DE PAPEL

#### 6.5. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Lavar y secar con papel absorbente las hojas de espinaca o de acelga. Retirar las nervaduras y cortar en pequeños trozos 2 gramos de hojas de espinaca y depositar en un mortero. Macerar durante pocos minutos con 2 gramos de MgSO<sub>4</sub> y 4 gramos de arena lavada.

Trasferir la pasta obtenida a un beaker de 50 mL, añadir 15 mL de acetona, envolver completamente con papel aluminio y agitar de forma intermitente durante 10 minutos. Decantar el extracto en un beaker de 50 mL, cubrir con papel aluminio dejando una pequeña

abertura en la parte superior, y evaporar a temperatura ambiente hasta obtener la mitad del volumen inicial del extracto.

¿Qué es la clorofila? ¿Para qué se utiliza MgSO<sub>4</sub> y la arena lavada? ¿Qué función cumple la acetona y por qué se deja evaporar? ¿Qué tipo de pigmentos estarían presentes en este extracto?

### 6.6. PREPARACIÓN DE LA CÁMARA CROMATOGRÁFICA

Asegure el papel cromatográfico por un extremo a la hendidura del corcho. En el otro extremo, a una distancia de 2 cm trace con lápiz una línea continua y una segunda línea punteada a 1 cm del borde. En el centro de la línea continua se colocara la muestra (inicio del recorrido) y hasta la línea punteada se sumergirá el papel en la fase móvil. Introduzca el papel cromatográfico en la probeta y determine el volumen de fase móvil que se requiera hasta alcanzar el nivel de la línea punteada. (Figura 5)

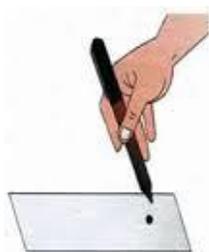


Figura 5. Impregnación de la muestra sobre papel cromatográfico

¿Qué características tiene el papel usado en cromatografía? Sumerja un capilar fino de vidrio en el extracto y aplique el extracto con todo cuidado sobre el centro del punto de muestra; deje secar y vuelva a aplicar más muestra, hasta formar una mancha nítida y bien definida de aproximadamente 0,5 cm de diámetro.

¿Por qué se tiene que realizar este procedimiento varias veces? Utilizando una pipeta graduada de 10 mL, llene la probeta con el volumen de fase móvil (mezcla hexano:acetona) requerido, tenga cuidado de no verter la fase móvil sobre las paredes internas de la probeta. Introduzca con cuidado el papel en la fase móvil hasta una altura de 1 cm del borde inferior (ver figura 6), ajuste el corcho y séllelo herméticamente para evitar la evaporación de la fase móvil. Previamente elabore una funda de papel aluminio y cubra con todo cuidado la cámara cromatográfica.

Espere el tiempo necesario para que la fase móvil ascienda hasta 1 cm bajo la base del corcho, llevando consigo los pigmentos y los separe. Cuando ha llegado a esa altura, se retira el papel de la probeta y se marca con un lápiz el punto hasta el cual llegó la fase móvil.

Seque el papel con movimientos pendulares, defina el contorno de las manchas obtenidas, mida la longitud recorrida por cada sustancia desde el centro de la mancha hasta el punto de aplicación de la mezcla. Describa lo observado en la tabla 7.3. También determine la distancia recorrida por la fase móvil. Determine los R<sub>f</sub> de cada una de las sustancias separadas. Calcule los R<sub>f</sub> de los pigmentos separados y llene los resultados en la tabla 7.4

$$R_f = \frac{\text{Distancia recorrida por la sustancia}}{\text{Distancia recorrida por el disolvente}}$$

¿Qué función cumple en la separación la fase móvil y la fase estacionaria? ¿Por qué es posible separar los componentes de esta mezcla? ¿Cuál es la utilidad de los R<sub>f</sub> en la cromatografía de papel? ¿Consulte y proponga una posible identificación para los compuestos separados de acuerdo a los R<sub>f</sub> encontrados?

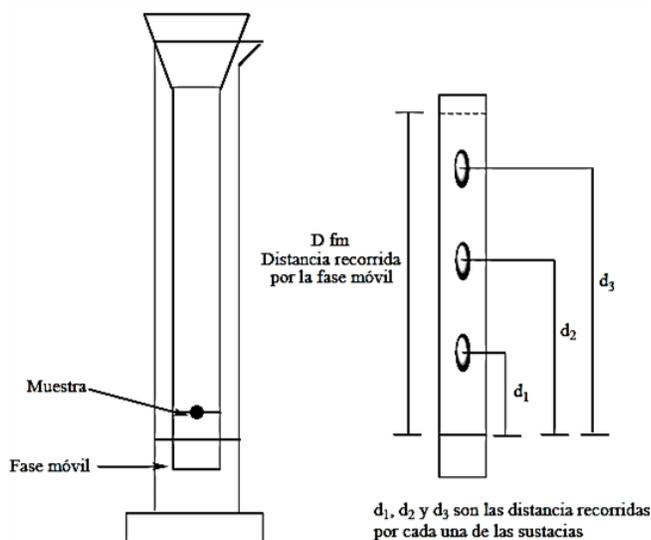


Figura 6. Cámara cromatográfica y papel cromatográfico

## 7. RESULTADOS Y TABLAS DE RECOLECCIÓN DE DATOS (revisar al final de la guía, Anexo 1)

### 8. CUESTIONARIO

- 8.1. Determine el porcentaje de error con respecto al valor reportado por el fabricante de cada una de las bebidas destiladas en el laboratorio. Si varios grupos tienen la misma bebida realice el tratamiento estadístico del resultado. Si su resultado difiere del reportado por el fabricante analice las causas que pudieron influenciar el resultado obtenido.
- 8.2. Compare los resultados obtenidos por diferentes grupos para la misma bebida comercial
- 8.3. Las bebidas alcohólicas deben tener sellos de seguridad para evitar su adulteración. Observe el envase de la bebida destilada y establezca si cumple con la norma.
- 8.4. ¿Qué es presión de vapor de un líquido? ¿Cómo varía con la temperatura?
- 8.5. ¿Qué es alcohol rectificado?
- 8.6. ¿Cuál es el método utilizado para determinar la presencia de metanol en una bebida alcohólica? ¿Por qué es importante conocer con exactitud su contenido?
- 8.7. En que consiste la cromatografía de capa delgada y la cromatografía de columna.
- 8.8. ¿Cuáles son los principales solventes y mezcla solventes utilizados en cromatografía?.
- 8.9. ¿Cómo se clasifican los métodos cromatográficos?

## 9. BIBLIOGRAFIA

- Chang, R. (2007). Química. Mc. Graw Hill. 9<sup>th</sup> edición. China. P. 15, 19-27.
- Trujillo, C, A.J Sánchez R., J. E. (2007). Técnicas y medidas básicas en el laboratorio de química. Universidad Nacional de Colombia. Unibiblos, Bogotá, Colombia. Pp. 96-97.
- Peller, J, R. (1997). Exploring Chemistry Laboratory – Experiments in general, organic and biological chemistry. Prentice Hall, USA. Pp. 15-25.
- Cubillos, I. (2014). Separación de los componentes de una mezcla: destilación Simple. Departamento de Química. Universidad Nacional de Colombia, Bogotá.
- VILLA, M. Manual de prácticas de química general, Universidad de Medellín, Medellín 2005.
- TORRISO, F., D. Separación de pigmentos fotosintéticos sobre cromatografía de papel. *Anales de Química*, 2007, 104(4), 45-51.

## TABLAS DE RESULTADOS PRACTICA 5.

**FECHA:** \_\_\_\_\_ **GRUPO:** \_\_\_\_\_

### 7.1 Tabla de densidades de etanol para la determinación del grado alcohólico

GRUPO	SOLUCIÓN DE ETANOL % V/V	MASA SOLUCIÓN ALCOHOLICA (g)	MASA SOLUCIÓN ALCOHOLICA (g)	DENSIDAD (g/mL)
1	2,0			
2	6,0			
3	10,0			
4	12,0			
5	15,0			
6	20,0			
7	30,0			
8	50,0			
9	70,0			
10	96,0			

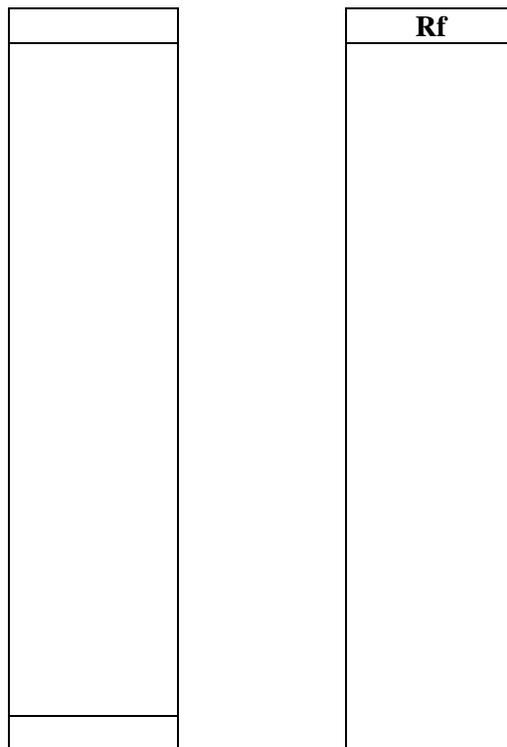
### 7.2 Resultados grupales de la destilación simple

GRUPO	DEBIDA	Densidad (g/mL)	GRADO ALCOHÓLICO ALCOHOLIMETRO	GRADO ALCOHÓLICO EXPERIMENTAL	GRADO ALCOHÓLICO FABRICANTE	% DE ERROR
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						

### 7.3 Tabla de resultados de cromatografía de papel

	Descripción
Papel	

7.4. Figura que representa los pigmentos extraídos en la cromatografía de papel y cálculo de Rf



## ANEXO 2.

### 2.1 ASPECTOS CONCEPTUALES ACERCA DE LA DESTILACIÓN

A medida que se calienta un líquido la energía cinética de las moléculas incrementa hasta causar la ruptura de las fuerzas de atracción intermoleculares favoreciendo el proceso de evaporación. El incremento de la temperatura aumenta la presión de vapor de líquido hasta que iguala la presión atmosférica, en este momento el líquido entra en ebullición. Sustancias químicas diferentes poseen distintas fuerzas de cohesión, difieren en su presión de vapor y por tanto entran en ebullición a diferentes temperaturas. Si se continúa calentando un líquido en ebullición, la temperatura se mantiene constante por que la energía calórica suministrada se consume en la ruptura de sus fuerzas intermoleculares hasta que se transforme por completo en vapor.

Mientras que para una sustancia pura, la temperatura de ebullición permanece constante durante toda la evaporación, para una solución de dos o más sustancias volátiles, la temperatura a la cual la presión de vapor alcance el valor de la presión exterior, dependerán de la composición de la mezcla. Normalmente, es el compuesto más volátil el que se evapora más rápido y el líquido se enriquece con el compuesto menos volátil. La temperatura de ebullición entonces aumenta progresivamente.

Cuando una mezcla de líquidos volátiles contenidos dentro de un recipiente se calienta hasta alcanzar un estado de equilibrio líquido-vapor a una determinada temperatura, la presión total del sistema es la suma de las presiones parciales de los componentes de la mezcla. Para líquidos volátiles y miscibles, la presión de vapor de cada líquido es proporcional a la fracción molar del líquido en la mezcla. Esta relación se conoce como la ley de Raoult y se expresa como:

$$P = P_0 X \quad \text{Temperatura constante}$$

P = presión total de la mezcla

P<sub>0</sub> = presión de vapor de la sustancia pura a la temperatura dada

X = fracción molar de la sustancia en la mezcla

La relación lineal involucrada en la ley de Raoult no siempre se cumple. La presión de vapor para una mezcla de líquidos se desvía de la línea recta, siendo más frecuentemente esta desviación si se presentan interacciones moleculares fuertes, tipo puentes de hidrógeno, como es el caso de mezcla etanol-agua.

En el proceso de destilación se aprovecha las propiedades de los líquidos como evaporación, condensación, presión de vapor y temperatura de ebullición para separar los componentes de una mezcla. Una vez se inicia el proceso de evaporación-condensación la primera porción del destilado será más rica en el componente más volátil (el de menor punto de ebullición y mayor presión de vapor) y a medida que avanza la destilación el producto evaporado se va empobreciendo y el residuo se enriquece en la sustancia menos volátil.

En una mezcla, puede ocurrir que debido a fuertes interacciones intermoleculares, se forme lo que se denomina azeótropos. Se define un azeótropo como la mezcla líquida de dos o más componentes que se comporta como una sustancia pura. Cuando se destila el vapor producido por la evaporación parcial del líquido tiene la misma composición que el líquido. Un azeótropo, puede ebullicir a una temperatura superior, intermedia o inferior a la de los constituyentes de la mezcla, por lo que no es posible separarlos por destilación simple. El agua y el etanol a 1,0 atm de presión, forman un azeótropo con una composición en peso de 96% de etanol que entra en ebullición a 78,2 °C.

La figura 1 muestra la formación de un azeótropo para el sistema binario Metanol-Acetato de Metilo a 580 mmHg, a esta presión el líquido y el vapor presentan la misma composición 31,59% de metanol 68,41% de agua y su temperatura de ebullición es 46,55 °C,

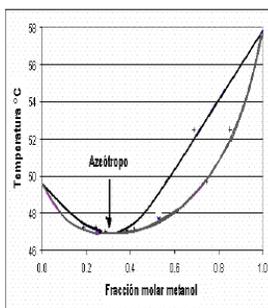


Figura 1. Sistema binario Metanol - Acetato de Metilo a 580 mmHg.

#### 2.1.1 Diagrama de fases

Un diagrama de fases es la representación gráfica de las fases que coexisten en equilibrio de las sustancias químicas. En un diagrama de presión vs temperatura para una sustancia pura (Fig. 2), se observaran tres regiones: sólido, líquido y vapor. La línea que separa la zona sólido- líquido es la línea de equilibrio sólido-líquido y a través de ella se realizaran los procesos de fusión y congelación; la línea que separa la región líquido gas es la línea de equilibrio líquido-gas y a través de ella se llevaran a cabo procesos de evaporación y condensación y por último sobre la línea de equilibrio sólido-gas se llevará a cabo la sublimación y sublimación inversa.

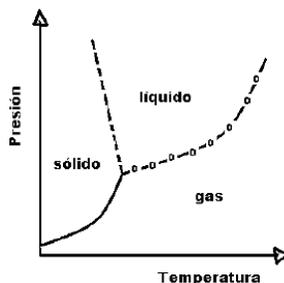


Figura 2. Diagrama de fases para una sustancia pura

Si se trata de una mezcla de dos sustancias, se hace necesario superponer el diagrama de presión – temperatura de cada sustancia en la mezcla separados por una composición adicional que indique la variación de la concentración de cada sustancia. La figura 3, ilustra la representación del diagrama de fases para un equilibrio binario líquido-vapor (únicamente se está esquematizando la línea de equilibrio líquido – vapor para cada uno de los componentes), cartesiano de la misma y en negro continuo la correspondiente a la sustancia Z. El plano cartesiano presión vs temperatura constante (ver corte a temperatura constante fig. 3ª) para obtener un diagrama simplificado como se muestra en la figura 3b, en el que la separación de los dos líquidos puede realizarse a temperatura constante controlando las variables presión y temperatura.

En la práctica resulta mucho más fácil trabajar a presión atmosférica; es decir, manteniendo la presión constante. De manera que si se tiene una mezcla binaria de líquidos miscible a presión constante, se puede obtener el diagrama de fases para el sistema en equilibrio líquido–vapor de temperatura en función de la composición, tal como se observa en la figura 4. En estas condiciones se realizará la separación de etanol durante la práctica de laboratorio.

Se aprecia a la izquierda en el diagrama, que Q tiene una fracción molar de 1,0 ( $X_Z=0,0$ ) y por tanto la temperatura corresponde a la temperatura de ebullición de Q puro. En el extremo derecho se presenta el caso contrario, la fracción molar de Z es 1,0 ( $X_Q=0,0$ ) y en este punto aparece la temperatura de ebullición de Z, que es el componente menos volátil de la mezcla. Para composiciones diferentes aparecen tres zonas claramente diferenciadas, sobre la curva superior únicamente se tiene vapor (línea punteada), por debajo de la curva inferior se encuentra la zona de líquido y entre las dos coexisten en equilibrio las dos fases líquido y vapor.

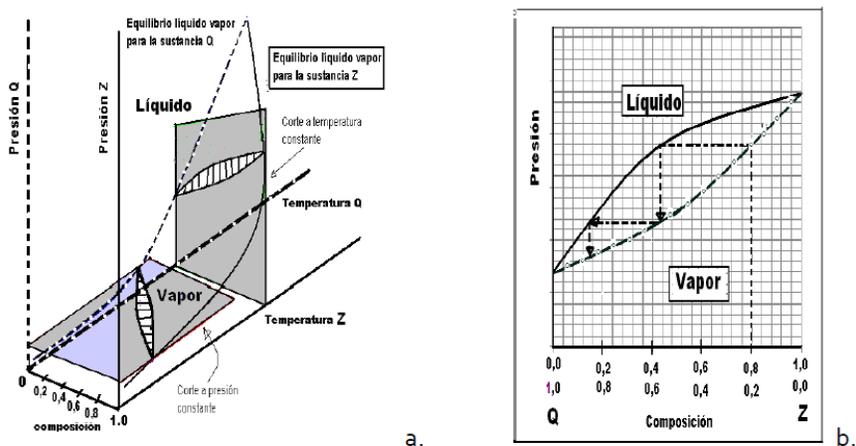


Figura 3. (a) Equilibrio binario Líquido vapor para las sustancias Q y Z. (b) A T constante

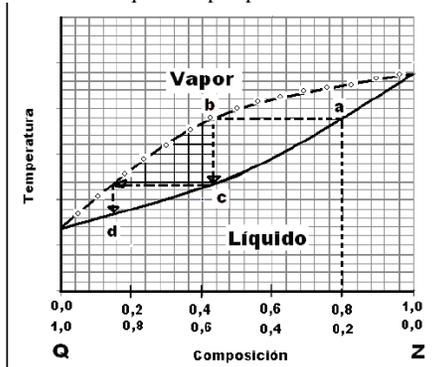


Figura 4. Diagrama de fases para una mezcla binaria de líquidos miscibles Q y Z a presión constante

Si se quiere separar una mezcla con un contenido de 80 % de Z y de 20 % de Q, se eleva la temperatura hasta el punto de ebullición **a** y al desplazarse sobre la horizontal desde el punto **a** hacia la izquierda hasta tocar la línea de vapor en el punto **b**, se obtendrá un vapor de composición **b**, 44% del solvente Z y 56% de Q. Es decir que la primera etapa de evaporación permite obtener una fase de vapor enriquecida en el solvente más volátil, en éste caso Q. Al condensar éste vapor, bajando una vertical desde el punto **b** hasta tocar la línea del líquido se obtendrá un líquido con composición **c**.

Si se vuelve a destilar el líquido obtenido en **c**, el nuevo destilado tendrá la composición **d**, 16% de Z y 84% de Q. Destilaciones sucesivas permiten obtener un líquido cada vez más rico en el solvente más volátil.

### 2.1.2 Bebidas alcohólicas

La destilación de una bebidas alcohólica puede aproximarse a la destilación de una mezcla etanol-agua a presión constante en la que hay formación de un azeótropo.

Cada bebida alcohólica debe cumplir con una serie de requisitos para ser considerada apta para consumo humano y poderse comercializar. El organismo de control encargado en Colombia es el ICONTEC (Instituto de Normas Técnicas y Certificación), es el organismo nacional de normalización según el decreto 2269 de 1993. Algunas de las normas técnicas relacionadas con bebidas alcohólicas aparecen en la tabla 1.

Las bebidas alcohólicas pueden clasificarse según su proceso de elaboración en dos grandes grupos: las que se obtienen mediante fermentación directa de frutas frescas y sanas seleccionadas sin ningún tipo de tratamiento adicional o las que incluyen destilación fraccionada en su proceso de elaboración. Al primer grupo pertenecen principalmente los vinos y cidras; dentro del segundo grupo encontramos bebidas como el vodka, whisky, ron. Sin importar el grupo al cual pertenecen se parte de un sustrato de origen natural fermentable que recibe el nombre de mosto.

Se conoce como mosto a todo sustrato fermentable, obtenido a partir de frutas, cereales u otros productos naturales ricos en carbohidratos susceptibles de transformarse en etanol mediante procesos fisicoquímicos o bioquímicos. A continuación se indican algunas de las características que diferencian una bebida alcohólica de otra.

NORMA TECNICA	ULTIMA REVISIÓN	BEBIDA ALCOHÓLICA
NTC 278	1998	Ron
NTC 293	1998	Vino
NTC 300	1998	Ginebra
NTC 305	1991	Vodka
NTC 410	1998	Aguardiente
NTC 411	1997	Aguardiente de caña anisado
NTC 634	1997	Brandy
NTC 708	1998	Vinos de frutas
NTC 917	1996	Whisky
NTC 1035	1998	Crema
NTC 1245	1998	Aperitivos
NTC 1444	1998	Vino de mesa
NTC 1588	1998	Vinos espumosos
NTC 2972	1998	Sabajón
NTC 2974	1991	Cócteles
NTC 3854	1996	Cerveza

Tabla 1. Normas técnicas relacionadas con bebidas alcohólicas

**Vino:** producto obtenido por la fermentación alcohólica normal del mosto de uvas frescas y sanas sin adición de otras sustancias, ni el empleo de manipulaciones técnicas diferentes. Debe tener un mínimo de 6° alcohólicos. Se conoce como vino burbujeante aquel que ha sido adicionado con anhídrido carbónico puro (CO<sub>2</sub>) al ser embotellado. A 20 °C debe tener una presión inferior a 4,053 × 10<sup>5</sup> Pa.

**Vodka:** en Europa oriental y báltica proviene del mosto a base de para y cereales; en Occidente proviene únicamente de cereales. El producto final se genera a partir de alcohol etílico rectificado o filtrado a través de carbón activado, seguido de una destilación simple o un tratamiento similar que ayude a atenuar las características organolépticas inherentes a las materias primas empleadas en su elaboración. Se caracteriza por su sabor suave.

**Whisky:** aguardiente obtenido por destilación especial del mosto de malta de cebada fermentado, adicionado o no de otros cereales con un grado alcohométrico inferior a los 95°. Sin importar su procedencia (fermento de cereales, cerveza o malta), se somete a un proceso de añejamiento mínimo de tres años en recipientes de roble que le confieren el aroma y el sabor característicos.

**Tequila:** bebida alcohólica originaria de la región de Tequila en el estado de Jalisco (México). Se obtiene por destilación de mostos de agave tequila weber variedad azul. Su proceso de elaboración parte de una destilación simple del mosto de agave, obteniéndose el denominado tequila ordinario; éste destilado posteriormente es rectificado y añejado en barriles de roble blanco durante un periodo de tiempo que puede variar desde un mínimo de 10 meses, hasta cinco años. Se comercializa con graduaciones alcohólicas de 37° a 55°.

**Brandy o Cognac:** bebida que se obtiene mediante destilación de vino o del mosto de frutas fermentadas y añejados en toneles de madera. Los más conocidos son los de origen francés bajo el nombre de Cognac. Las materias primas más empleadas son manzana, cereza, albaricoque y ciruela. Los compuestos aromáticos remanentes después de la destilación del vino, le confieren al Brandy sus características organolépticas. El grado alcohólico de un Brandy se encuentra alrededor de 42°, pero se considera aceptable una bebida que no sobrepase los 70°.

### 2.1.3 Método para Determinar el contenido de alcohol etílico en una bebida alcohólica

El **Grado alcohólico** de un licor se define como el tanto por ciento en volumen de alcohol etílico expresado a 20°.

$$\text{Grado alcohólico} = \frac{\text{mL etanol}}{\text{mL de solución}} \times 100$$

La norma técnica del ICONTEC NTC 5113 establece tres métodos diferentes para la determinación del grado alcoholimétrico de una bebida. El punto de partida de los tres métodos es una destilación simple de la bebida, seguida por la determinación del contenido de alcohol, que puede llevarse a cabo mediante el uso de un alcoholímetro, a partir de la gravedad específica o mediante la determinación del índice de refracción.

En el desarrollo de este experimento se determinara el grado de alcoholimétrico a partir de la gravedad específica.