

PRÁCTICA 15

EQUILIBRIOS VAPOR-LÍQUIDO EN MEZCLAS BINARIAS

OBJETIVO

Obtención de las curvas "liquidus" y "vapor" del sistema binario etanol-agua.

MATERIAL NECESARIO

- Aparato de Othmer para destilación, con resistencia calefactora y termómetro 50-100 °C ($\pm 0.1^\circ\text{C}$)
- Refractómetro de Abbe
- Vaso de precipitados aforado de 100 mL
- Erlenmeyer de 100 mL
- Varilla para la toma de muestras
- Agua destilada
- 12 tubos de ensayo provistos de tapón
- Embudo
- Pinza de madera
- Secador de aire
- Etanol (tóxico, densidad= 0.7893 g/cm³)

INTRODUCCIÓN TEÓRICA

Inicialmente en el matraz tenemos 3 componentes: agua (1), alcohol (2) y aire (3), y dos fases (vapor y líquido); la descripción de sus estados viene dada por las variables temperatura, T , presión, p , y las concentraciones c_2 y c_3 . Si fijamos la presión en el valor de 1 atmósfera, a cada estado le corresponde un punto en el diagrama de tres ejes (T, c_2, c_3), tal como se muestra en la figura 1. En los planos Tc_2 y Tc_3 se han señalado los cortes de las superficies que limitan las regiones en donde el sistema se encuentra en fase líquida o vapor; los trazos gordos corresponden a fase sólida.

En este diagrama se puede situar el estado inicial de la disolución que vamos a estudiar. Se dan como probables valores los siguientes: $T = 22^\circ\text{C}$, $c_2^l = 45\%$ y $c_2^v = 4\%$; $c_3^v = 94\%$ y $c_3^l = 0.004\%$. A este estado le corresponden dos puntos en el diagrama, uno de ellos en la superficie de liquidus y el otro en la superficie de vapor, ambos a la misma temperatura.

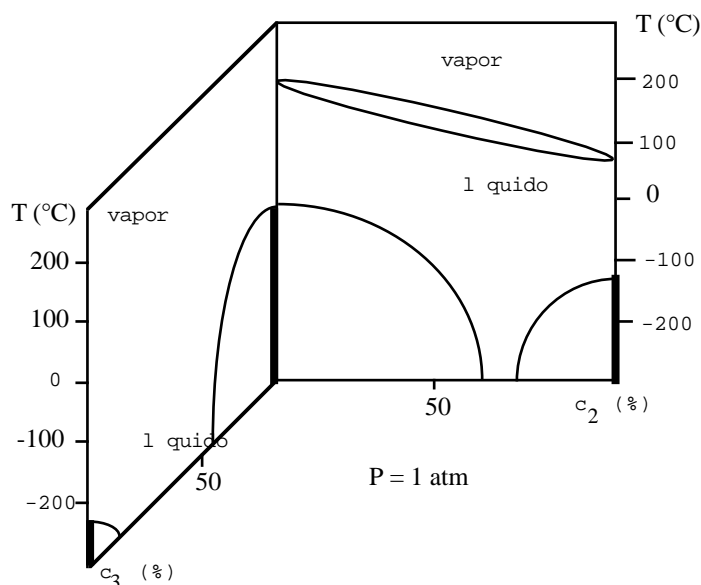


Figura 1. Diagrama de las fases del sistema agua (1) + alcohol (2) + aire (3). Sólo se indican los cortes de las superficies *liquidus* y *vapor* sobre los planos Tc_2 y Tc_3 . Las líneas *solidus* vienen representadas con trazo grueso.

Con la ebullición, uno de los componentes, el aire, es eliminado en la primeras burbujas. El sistema se queda sólo con dos componentes: agua y alcohol. Por lo tanto al hacer: $c_3^v = c_3^l = 0$ estamos en el plano T_{c2} . Los equilibrios vapor-líquido 1+2 son puntos de las líneas liquidus y vapor a la misma temperatura.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Obtención de las muestras

Primero se introduce en el aparato de Othmer (Figura 2) 100 mL de alcohol y 100 mL de agua destilada. Estas cantidades, y las que aparezcan en lo sucesivo, son valores indicativos que facilitan el desarrollo rápido y eficaz de la práctica: no se requiere medirlas con precisión.

Después se conectan los sistemas de refrigeración (un flujo pequeño suele ser suficiente) y calefacción. Cuando la mezcla alcance la ebullición empezará a condensarse vapor en el colector debido a la acción del refrigerante. Cuando el colector está lleno y los nuevos aportes de líquido vuelven al matraz esférico puede considerarse que se ha alcanzado un equilibrio dinámico. En esta etapa la temperatura permanecerá constante. Esperad 3 minutos y anotad la temperatura de equilibrio.

A continuación se apaga la resistencia calefactora y en dos tubos de ensayo (numerados convenientemente) se toman muestras de unos 10 mL del líquido destilado en el colector y del líquido residuo, tapando los tubos rápidamente para evitar que se desprendan vapores y varíe la composición de los líquidos.

Al recoger las muestras del colector y del residuo, se deben desechar los primeros 3 mL ya que, en las zonas más próximas a las llaves de vidrio, la concentración puede ser algo distinta de la masa del sistema. Tirad todo el líquido sobrante del colector cada vez que se recoge una muestra.

El proceso se repite varias veces, añadiendo únicamente 50 mL de agua destilada cada vez, hasta que tenemos casi agua pura (la temperatura de equilibrio es aproximadamente 100 °C).



Figura 2. Aparato de Othmer.

Medida de la concentración de alcohol en las muestras

La concentración de las muestras se determina midiendo su índice de refracción con el refractómetro (Figura 3), tras dejarlas enfriar unos 20 minutos y haciendo uso de la curva índice de refracción - concentración. Para construir la curva índice de refracción-concentración, $n = f(c_2)$, se requiere medir el índice de refracción del agua pura n^0 y reconstruir la tabla adjunta. A partir de esa tabla, por interpolación, se puede obtener la proporción de alcohol en la mezcla, una vez conocido el índice de refracción.



Tabla 1.- Índice de refracción n de las mezclas etanol-agua en función de la concentración c_2 del alcohol (en % en masa)

c_2 (%)	n
0	n^0
10	$n^0 + 0.0065$
20	$n^0 + 0.0139$
30	$n^0 + 0.0205$
40	$n^0 + 0.0253$
50	$n^0 + 0.0286$
60	$n^0 + 0.0308$
70	$n^0 + 0.0322$
80	$n^0 + 0.0328$

Figura 3. Refractómetro de Abbe.

La medida del índice de refracción en el refractómetro se realiza de la siguiente forma:

- Abrid la unidad de los prismas y depositad una gota del líquido problema en el prisma base.
- Apretad el punto rojo del interruptor POWER.REFRACTOMETRO WYA
- Girad el brazo de la lámpara hasta situarlo a 1 cm de la unidad de prismas.
- Mirad por el visor mientras giras el mando lateral derecho hasta observar dos zonas, una luminosa arriba y otra oscura abajo.
- Localizad el mando cilíndrico de aluminio situado 7 cm por debajo del visor. Volved a mirar por el visor y girando este mando podrás eliminar las bandas coloreadas que difractan los prismas. A continuación desplazad el mando lateral derecho hasta situar la línea divisoria claro-oscuro sobre el aspa del objetivo.
- Apretad el botón READ. En pantalla aparece el índice de refracción del líquido problema.
- Apretad el botón TEMP y en pantalla podéis leer la temperatura de la muestra.
- **Para secar las muestras depositadas en el prisma utilizad el secador de aire a temperatura ambiente. NUNCA se debe usar papel de filtro, ni paños, ya que lo rayan.**

PRESENTACIÓN DE RESULTADOS

a) Tabla con los valores c_2^l , c_2^v y temperatura de ebullición obtenida para cada mezcla (siendo c_2^l y c_2^v la concentración en % en masa de etanol en el residuo y en el colector, respectivamente).

b) Representación de las curvas “liquidus” y “vapor”, es decir, las curvas $t = f(c_2^l)$ y $t = f(c_2^v)$, y comentarios.

PRÁCTICA 15

EQUILIBRIOS VAPOR-LÍQUIDO EN MEZCLAS BINARIAS

OBJETIVO

Obtención de las curvas "líquido" y "vapor" del sistema binario etanol-agua.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Utilizaremos un sistema con tres componentes: agua, alcohol y aire. Para ello nos valdremos del aparato de Othmer que destila, calienta un líquido y mide su temperatura mediante un termómetro de vidrio.

En primer lugar, introduciremos en el matraz del aparato de Othmer 100 ml de alcohol y 100 ml de agua aproximadamente (alosis iguales). Conectaremos la resistencia calefactora y el sistema de refrigeración de forma que la muestra entrará en ebullición y se condensará en el recipiente que se encuentra al lado del matraz. Cuando esto ^{se} tomaremos dos muestras, una procedente directamente del matraz y otra del líquido que da lugar la acción del sistema de refrigeración y anotaremos la temperatura a la que esto sucede (teóricamente se ha debido obtener un equilibrio térmico). A continuación añadiremos 50 ml de agua en el matraz, volviendo nuevamente a repetir el procedimiento anterior.

En total tomaremos seis muestras de cada lugar con sus seis temperaturas asociadas de forma que la concentración de agua en el matraz ha sido cada vez mayor.

Posteriormente, una vez que se haya estabilizado la ~~conce~~ temperatura de las muestras, determinaremos su concentración de alcohol mediante la utilización del refractómetro de Abbe y una tabla que indique el índice de refracción n de las mezclas etanol-agua en función de la concentración de alcohol (mediante la correspondiente interpolación). Para esto se necesita medir previamente el valor del índice de refracción del agua pura (destilada) en ^{un} el refractómetro de Abbe.

$$n_0 = 1,3334 + 0,0001 \quad (\text{tomada a } 15,7^\circ\text{C})$$

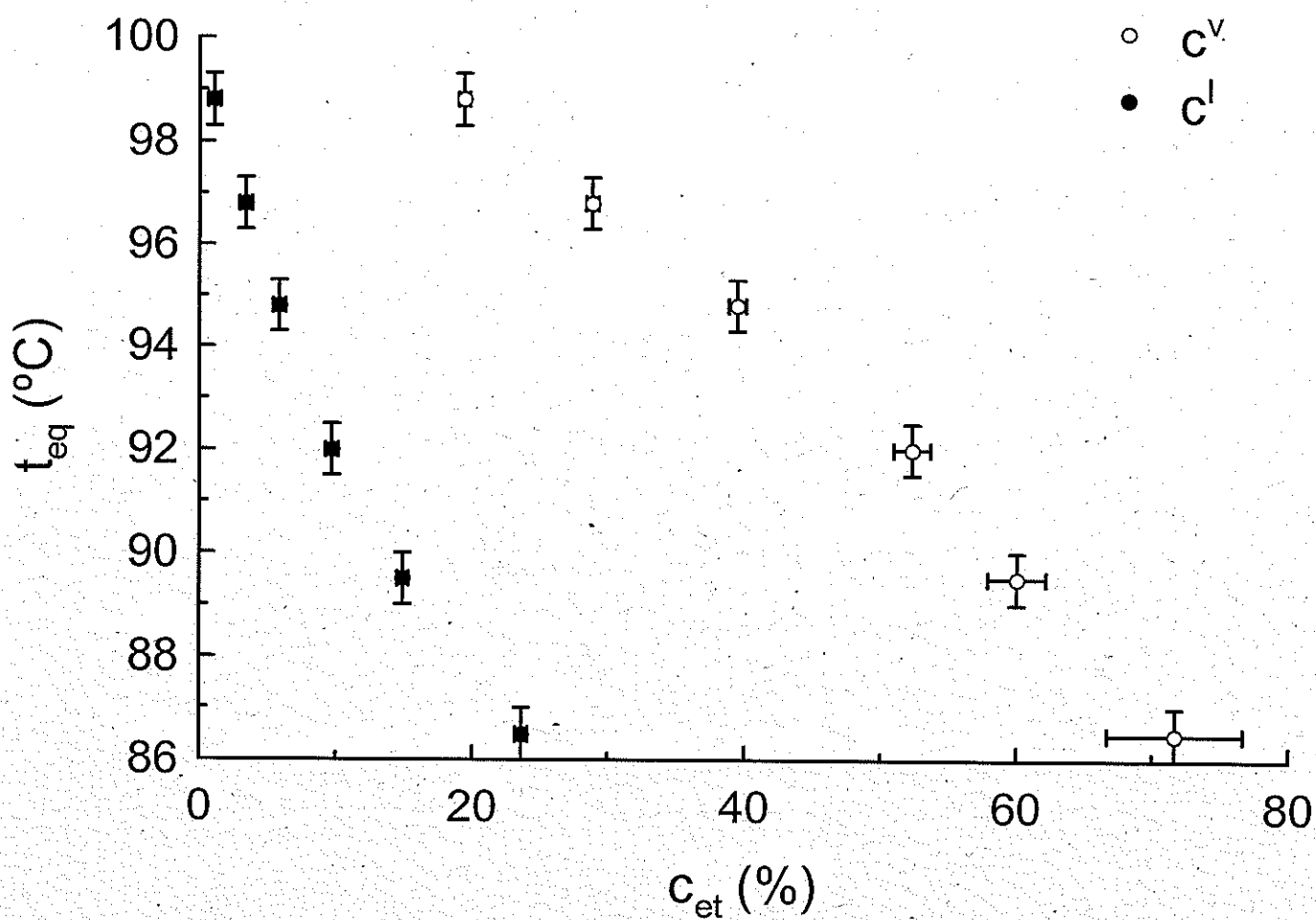
El error lo estimamos realizando tres medidas y comprobando con el de sensibilidad en ^{un} el refractómetro de Abbe.

se cuando bien los prismas entre cada muestra.

valor de la concentración C de etanol en la muestra.

$t_f (\pm 0.4^\circ)$	n_1^l (± 0.0003)	n_2^l (± 0.0003)	$C_1 (\%)$	$C_2 (\%)$	$T_m \pm 0.1^\circ$	$T_m \pm 0.1^\circ$
86.5	1.3657	1.3497	72 ± 5	23.6 ± 0.5	16.9	17.1
89.5	1.3642	1.3435	60 ± 2	14.9 ± 0.4	17.2	17.3
92.0	1.3625	1.3397	52.3 ± 1.4	9.7 ± 0.5	17.5	17.8
94.8	1.3584	1.3372	39.4 ± 0.6	5.8 ± 0.5	17.8	17.6
96.8	1.3531	1.3356	28.8 ± 0.5	3.4 ± 0.5	17.8	18.1
98.8	1.3468	1.3341	19.3 ± 0.4	1.1 ± 0.5	18.1	18.8

El subíndice 1 se refiere al colector y 2 al residuo.
 T_m es la temperatura a la que se mide el índice de refracción. Como se ve las variaciones no son significativas y podemos despreciar dicho error, pues el estudio que hacemos es más cualitativo que no la obtención de un valor concreto para comparar con lo esperado.



Gráfica 1- Curvas del sistema binario líquido-vapor de etanol-agua.
 La línea superior (vapor) corresponde a C^v y la inferior (líquido) a C^l .

CONCLUSIONES

El objetivo de la práctica ha consistido en obtener las curvas "líquido" y "vapor" del sistema binario etanol-agua.

El etanol tiene una temperatura de ebullición de 78°C y, mientras que el agua la tiene de 100°C . Como se observa en la tabla 1, la temperatura de ebullición va creciendo a medida que aumenta la concentración de agua en la mezcla, lo que se corresponde plenamente con lo esperado. Paralelamente, el índice de refracción medido en el refractómetro también se va acercando al índice de refracción del agua a medida que disminuye la concentración de etanol, cuyo índice de refracción es necesariamente mayor que el del agua.

Los errores en la temperatura y el índice de refracción se estimaron tomando en cuenta las variaciones e intervalo de incertidumbre en el que se podía considerar una misma medida. En la temperatura, pese a tener una sensibilidad de $0,2^{\circ}\text{C}$, al fluctuar el valor de la temperatura de equilibrio, doblamos el error. En el refractómetro tomábamos varias medidas y asignamos un error de dispersión similar en todas.

Como se observa en la columna de concentraciones, la concentración de etanol es mayor siempre en la fase vapor que en la líquida, ya que se evapora antes que el agua. Esto se observa visualmente en la gráfica 1, donde las curvas están bastante separadas y tienen aspectos distintos, la superior convexa y la inferior cóncava (vista desde arriba).

Estas dos curvas coinciden aproximadamente con las que se observan en el plano a presión normal (1 atm) para concentraciones entre 0% y 80% de etanol y 0% de aire (ver gráficas de prócticas). El hecho de que tan sólo podamos comparar aproximadamente las dos curvas se debe a que en el procedimiento experimental ^(experimental y esperado) errores sistemáticos importantes, como puede ser el que la temperatura fuese algo menor en los conductos, o el tiempo que tardas en tapar la muestra, ^(se evapora algo) posibles nuevos equilibrios líquido-vapor dentro del tubo del tubo de ensayo, falta de hermeticidad en el montaje, etc. Por ello tampoco se mide con precisión la mezcla exacta de agua y alcohol. No obstante