



Séquence n° 7

Distillation



Fiches de synthèse mobilisées :

Fiche n°7 Distillation



Sommaire des activités

ACTIVITÉ 1 : Construction du diagramme binaire eau/propan-1-ol	1
ACTIVITÉ 2 : Comparaison de deux techniques de distillation	4

ACTIVITÉ 1 : Construction du diagramme binaire eau/propan-1-ol

Les diagrammes binaires sont très utilisés en **distillation** afin de prévoir la composition du **distillat**. On se propose dans cette activité de construire expérimentalement le diagramme binaire isobare d'un mélange eau/propan-1-ol. L'analyse du mélange sera effectuée avec un réfractomètre (appareil permettant de mesurer l'indice de réfraction d'un liquide). L'indice de réfraction des mélanges eau/propan-1-ol dépend de la proportion en propan-1-ol (voir courbe d'étalonnage du document 3).

Partie 1 : Étude du mélange eau/propan-1-ol

1. Réaliser le mode opératoire décrit dans le document 1.
2. Légender le schéma du montage du document 1.
3. À quoi servent les billes de verre (ou les grains de pierre ponce) ?
4. Expliquer le principe de fonctionnement du montage et préciser son intérêt dans le cadre de l'expérience.
5. Pourquoi peut-on dire que le thermomètre mesure la température d'ébullition du liquide alors qu'il est placé au-dessus de celui-ci ?
6. Compléter le tableau du document 2 en détaillant les calculs effectués et en utilisant la courbe d'étalonnage.

Donnée : le propanol est un liquide de **densité $d = 0,804$** .

7. À l'aide des résultats obtenus dans le tableau du document 2, construire le diagramme binaire expérimental du mélange sur le document 4.

Partie 2 : Exploitation des résultats

8. La température d'ébullition d'un mélange est-elle toujours la même ? De quoi dépend-t-elle ?
9. Quelle est la température d'ébullition du propan-1-ol pur ? **Justifier**.
10. Compléter le texte suivant : « si on chauffe un mélange à 30 % en masse de propan-1-ol, il commencera à bouillir à°C (la première goutte de vapeur se formera à cette température) et l'ébullition prendra fin à°C (l'intégralité du mélange sera alors transformé en vapeur, il ne restera plus de liquide).
Imaginons ensuite que l'on refroidisse ce même mélange (maintenant entièrement sous forme de vapeur) : il commencera à se condenser à°C (la première goutte de liquide se formera à cette température) et la condensation prendra fin à°C (l'intégralité du mélange sera alors transformé en liquide, il ne restera plus de vapeur).

Cela signifie donc qu'entre°C et°C, le mélange cohabite sous ces deux formes : et
En dessous de°C, il est sous forme Au-dessus de°C, il est sous forme

Conclusion : Contrairement à un corps pur, l'ébullition d'un ne s'effectue pas à une température mais dans un de température ».

11. Si on considère un mélange à 50 % en masse de propan-1-ol, indiquer ses états physiques en fonction des domaines de températures.

12. Même question pour un mélange à 90 % en masse de propan-1-ol.

13. Considérons un mélange à 10 % en masse de propan-1-ol : compléter le texte à trous ci-dessous.

« Nous chauffons le mélange (qui contient 10% de propan-1-ol et 90% d'eau) : lorsque ce mélange parvient à la température de °C, l'ébullition commence et il se **vaporise partiellement** (seule une petite partie se transforme en vapeur tandis qu'une grosse partie reste sous forme liquide dans le ballon). Cette petite portion de mélange devenue vapeur est, elle aussi, à la température de °C, et sa fraction massique en propan-1-ol est égale à %. Ces vapeurs, piégées dans la pipette Pasteur, se **condensent totalement** : redevenues liquide, elles gardent donc la même composition (..... % de propan-1-ol et % d'eau). On remarque que dans le ballon, la phase vapeur est riche en propanol que la phase liquide. Ceci est dû au fait que le propanol ($T_{eb} = 97,2^{\circ}\text{C}$) est volatil que l'eau ($T_{eb} = 100^{\circ}\text{C}$).

Conclusion :

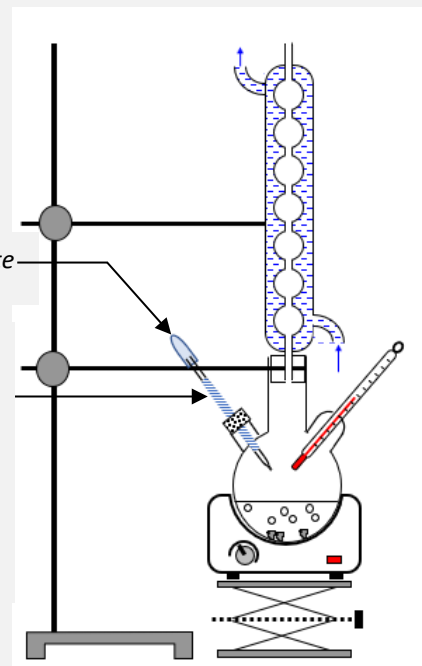
- La température d'ébullition commençante d'un mélange dépend de sa
- Contrairement à un corps pur, l'ébullition d'un ne s'effectue pas à une température mais dans un de température.
- Dans un mélange liquide-vapeur, la phase vapeur est riche en composé le plus volatil que la phase liquide : ceci a une application directe en distillation.

DOCUMENT 1 : Mode opératoire

- **Réaliser** le montage de chauffage à reflux représenté ci-contre.
- À l'aide d'une éprouvette graduée, **ajouter** dans le ballon les volumes d'eau et de propan-1-ol correspondant à votre n° de groupe indiqué dans le tableau du document 2.
- **Homogénéiser** par agitation légère et **ajouter** 3 billes de verre (ou grains de pierre ponce) dans le ballon.
- **Placer** le thermomètre (sans toucher le liquide) et la pipette simple **humidifiée** pour la refroidir.
- **Ajouter** une petite poire d'aspiration sur la pipette simple.
- **Mettre en route** l'eau du réfrigérant et **démarrer** le chauffage (maximum).
- **Attendre l'ébullition** et **relever** dans le tableau du document 2 la température de début d'ébullition $T_{eb\text{ expérience}}$.

Poire aspirante

Bande de coton ou de papier filtre humidifié ($\approx 5 \times 3$ cm) enroulée autour de la pipette simple pour la refroidir



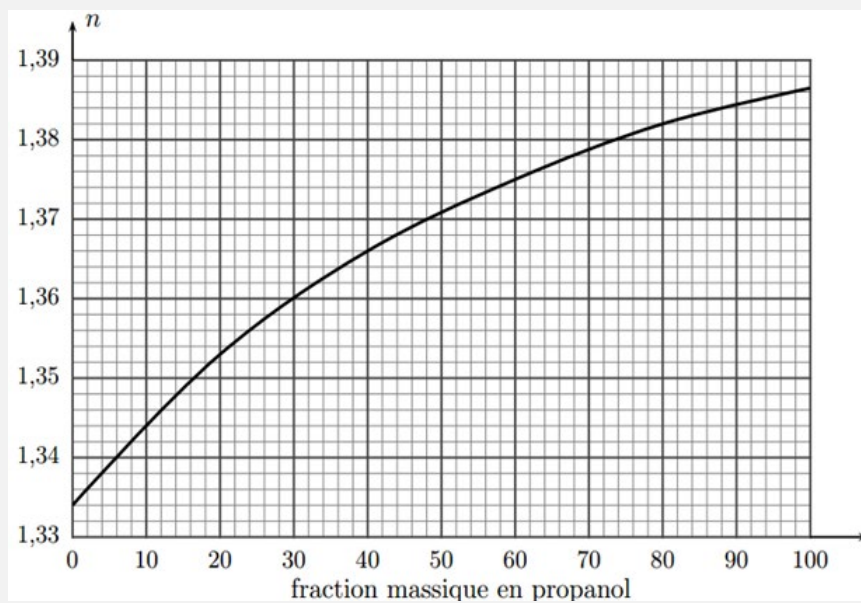
- **Presser** plusieurs fois la poire aspirante pour « rincer » la pipette avec la vapeur liquéfiée.
- Lorsque la pipette Pasteur contient suffisamment de vapeur liquéfiée, **arrêter le chauffage** et **refroidir**.
- Pendant le refroidissement, enlever la pipette Pasteur et **placer aussitôt** un bouchon (en verre) sur le tricol.
- **Analyser** le mélange prélevé au réfractomètre et reporter le résultat d'analyse dans le tableau du document 2.

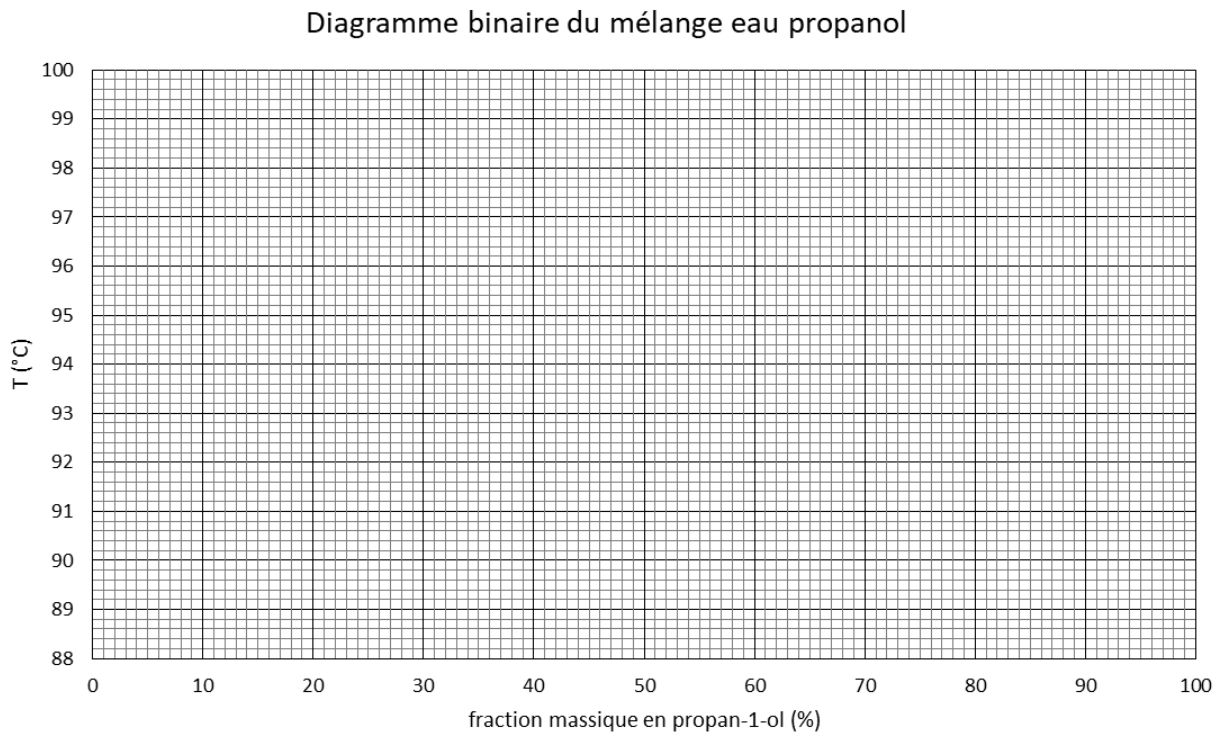


DOCUMENT 2 : Tableaux de résultats

Groupe n°		1	2	3	4	5	6	7	8	9	
V _{eau} (mL)	50	50	50	50	50	50	16	8	3	1	0
V _{prop} (mL)	0	2	4	8	25	50	50	50	50	50	50
m _{eau} (g)	50										0
m _{prop} (g)	0										40
m _{totale} (g)	50										40
ω _{prop} (liq)	0										100 %
T _{éb expérience} (°C)	100										97,2
Indice n											
ω _{prop} (vap) _{exp}	0 %										100 %

DOCUMENT 3 : Évolution de l'indice de réfraction n en fonction du titre massique en propan-1-ol



**DOCUMENT 4 : Construction du diagramme binaire expérimental**

Un diagramme binaire est composé de deux courbes :

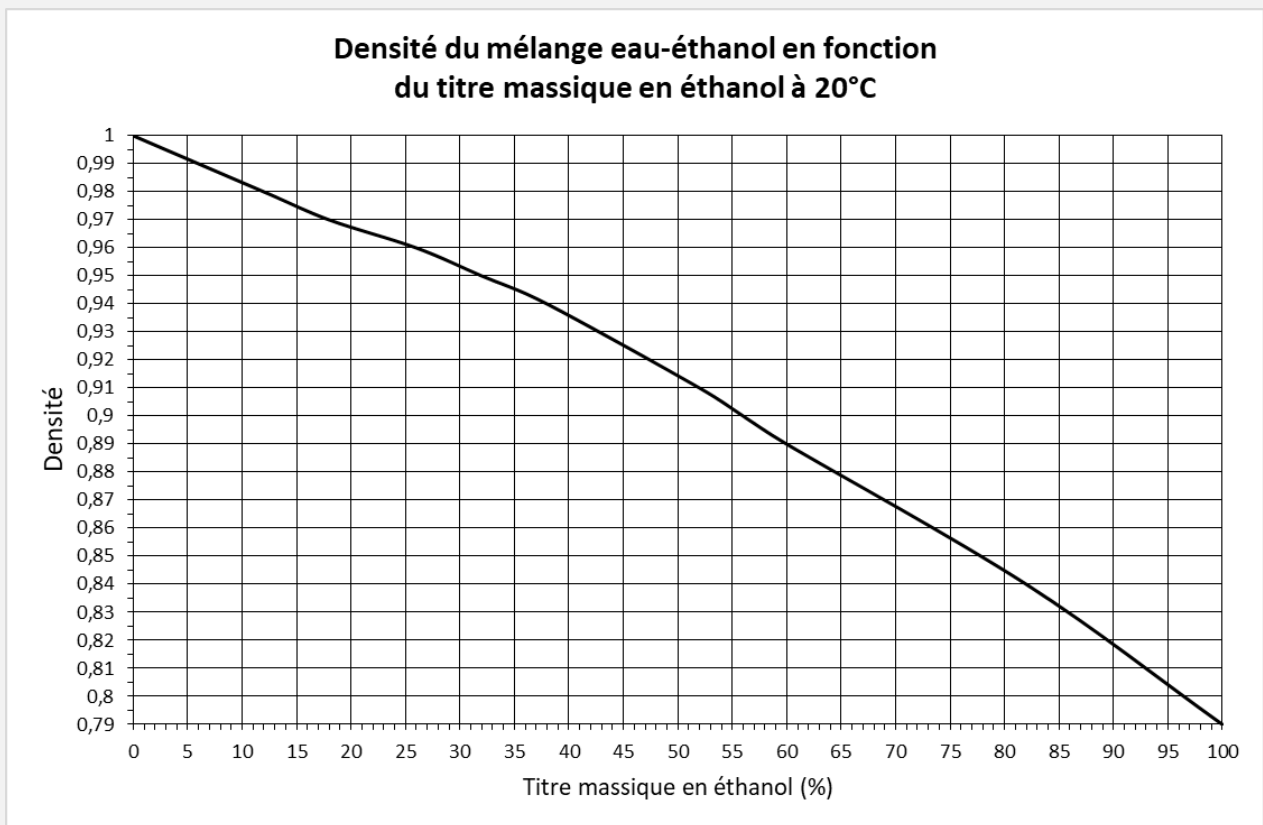
- La **courbe d'ébullition** qui est la courbe représentant la température d'ébullition $T_{éb}$ du mélange en fonction du titre massique en propan-1-ol ω_{prop} (**liq**) dans la phase liquide.
- La **courbe de rosée** qui est la courbe représentant la température d'ébullition $T_{éb}$ du mélange en fonction du titre massique en propan-1-ol ω_{prop} (**vap**) dans la phase vapeur.

ACTIVITÉ 2 : Comparaison de deux techniques de distillation

On souhaite séparer l'éthanol présent dans un mélange eau-éthanol contenant 12 % volumique d'alcool (proportion typique d'un vin) par deux techniques de distillation différentes. L'analyse des distillats obtenus se fera à l'aide d'un densimètre (appareil permettant de mesurer la densité d'un liquide) et permettra de comparer ces deux techniques. La densité des mélanges eau/éthanol dépend de la proportion d'éthanol (voir courbe d'étalonnage du document 1).

Partie 1 : Préparation du mélange

1. On souhaite préparer 250 mL d'un mélange eau-éthanol à 12 % vol (ce qui veut dire contenant 12 % en volume d'éthanol) : déterminer les volumes d'eau et d'éthanol nécessaires.
 - **Préparer** ce mélange à partir d'éthanol pur et d'eau distillée et **l'introduire soigneusement dans le ballon**.
2. Calculer la fraction massique en éthanol de ce mélange.
Données : $\rho(\text{éthanol}) = 789 \text{ g.L}^{-1}$ et $\rho(\text{eau}) = 1000 \text{ g.L}^{-1}$.
 - **Mesurer** la densité du mélange initial avec le densimètre.
3. À l'aide de la courbe d'étalonnage donnée dans le document 1, déterminer le titre massique en éthanol dans le mélange préparé et le comparer à la valeur calculée à la question 2.

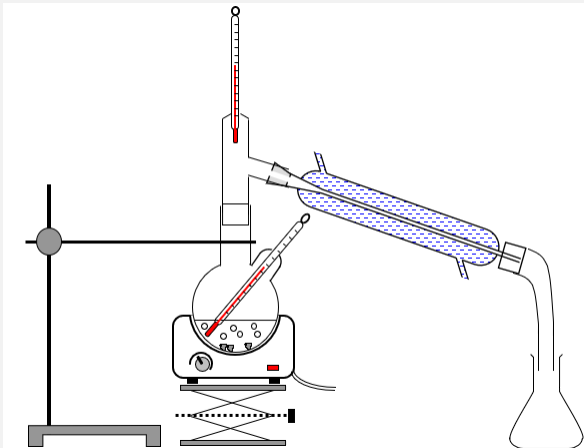
**DOCUMENT 1 : Courbe d'étalonnage****Partie 2 : Distillation du mélange**

Nous effectuerons la distillation (sous P_{atm}) du mélange préparé dans la partie précédente avec deux types de montages présentés dans le document 2. La mesure de la densité du distillat permettra de comparer les titres massiques en éthanol dans le mélange initial et dans le distillat à l'aide de la courbe d'étalonnage du document 1.

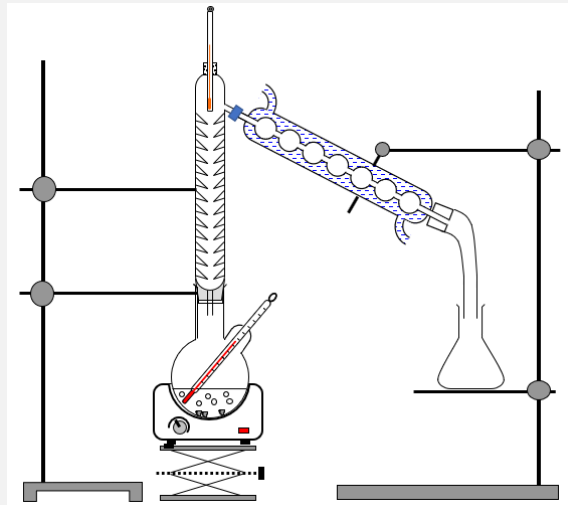
4. Réaliser le mode opératoire décrit dans le document 2.
5. Légender les schémas des montages du document 2.
6. Indiquer le sens de circulation de l'eau dans le réfrigérant.
7. À quoi servent les billes de verre (ou la pierre ponce) ?
8. Comment varie la température quand on s'élève dans le montage ou la colonne de distillation ?
9. Quel est le rôle du réfrigérant ?
10. Que mesure le thermomètre placé en haut de la colonne ?
11. À l'aide des outils du tableur-grapheur, tracer sur un même graphique, les courbes d'évolution temporelle des températures du liquide dans le ballon et de la vapeur en tête du montage de distillation.
12. Déterminer graphiquement la température d'ébullition du mélange et la température des vapeurs donnant les premières gouttes de distillat.
13. Pourquoi la température d'ébullition du liquide dans le ballon n'est-elle pas constante ?

DOCUMENT 2 : Mode opératoire

- **Réaliser** le montage de distillation correspondant à votre poste.
- **Peser** le récipient de récupération du distillat et **noter la valeur obtenue**.
- **Mettre** en marche le chauffage au maximum et **le contrôler régulièrement pour éviter une ébullition trop forte**.
- **Réaliser** l'expérience jusqu'à l'obtention **d'environ 20 mL de distillat**, tout en mesurant :
 - La température du liquide dans le ballon toutes les 1 min (à reporter directement dans un tableur-grapheur) ;
 - La température des vapeurs en tête du montage toutes les 1 min (à reporter dans un tableur-grapheur) ;
 - L'instant ou les premières gouttes de distillat passent.
- Après l'obtention d'au moins 20 mL de distillat, **arrêter** le chauffage, **refroidir** le distillat, **le peser** et **mesurer** sa densité avec le densimètre.
- **Compléter** le tableau du document 3 avec les résultats obtenus dans votre groupe.



Une distillation **simple** correspond à une vaporisation d'une partie du mélange suivie d'une condensation.



Dans une distillation **fractionnée**, la colonne de distillation met en contact les vapeurs montantes avec le liquide descendant. La colonne est formée de petits « pics » qui convergent vers l'intérieur et sur lesquels la vapeur se condense. Le liquide formé sur chaque pic est alors à nouveau vaporisé par les vapeurs chaudes qui remontent. **Tout se passe comme s'il y avait une succession de distillations simples sur chaque pic.**

DOCUMENT 3 : Résultats obtenus dans chaque groupe

	Mélange initial	Distillation simple				Distillation fractionnée			
		①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧
Densité d (analyse au densimètre)									
Détermination graphique* du titre massique ω									
Température en tête de colonne $T_{\text{tête}}$ pour les premières gouttes de distillat									

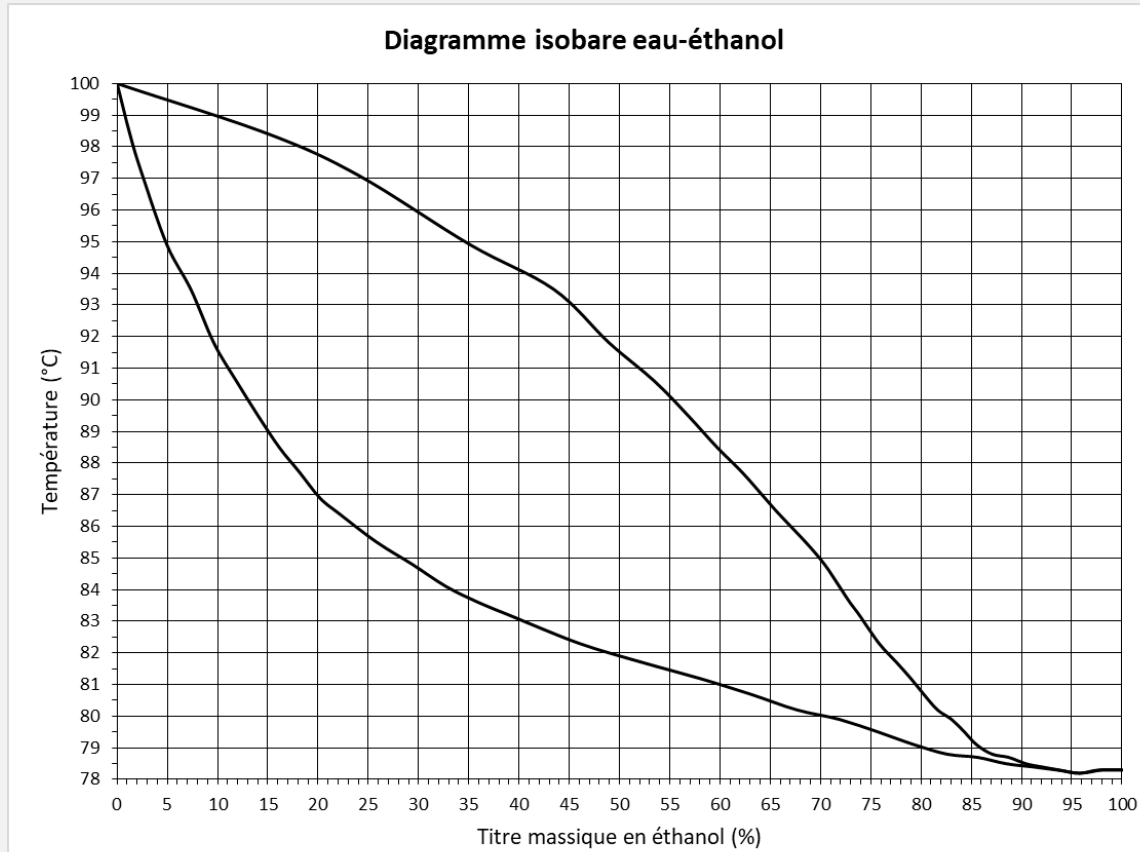
* : à l'aide de la courbe d'étalonnage du document 1.



Partie 3 : Exploitation des résultats

On s'aidera du diagramme binaire isobare sous pression atmosphérique du mélange eau/éthanol donné dans le document 4 pour répondre aux questions qui suivent.

DOCUMENT 4 : Diagramme isobare eau/éthanol à pression atmosphérique



14. Comparer les résultats obtenus dans chaque technique de distillation. Quelle est la technique la plus efficace pour obtenir un distillat le plus riche possible en éthanol ?
15. Prévoir, à l'aide du diagramme binaire, la température d'ébullition du mélange et comparer avec la valeur obtenue expérimentalement.
16. Pour chaque montage, prévoir à l'aide du diagramme binaire la composition massique attendue pour les premières gouttes de distillat et tracer proprement les « chemins » suivis par le mélange lors des deux distillations sur le document 4. Distinguer les phases de vaporisation et de condensation sur le graphique.
17. Comparer avec les compositions massiques obtenues expérimentalement et formuler des hypothèses pour expliquer les différences.
18. À partir de la température $T_{\text{tête}}$ obtenue en tête du montage de distillation fractionnée pour les premières gouttes de distillat, déterminer la composition attendue du distillat à l'aide du diagramme binaire et valider ou invalider les hypothèses précédentes.
19. Calculer le rendement de la distillation effectuée avec chaque montage.
20. Proposer des solutions pour améliorer le rendement, en discutant également de l'influence sur le titre massique final en éthanol dans le distillat.