

TP24

La distillation

- La distillation est une technique de **séparation** importante utilisée à chaque fois que les constituants à séparer peuvent être transformés en **composés volatils**

► La distillation simple

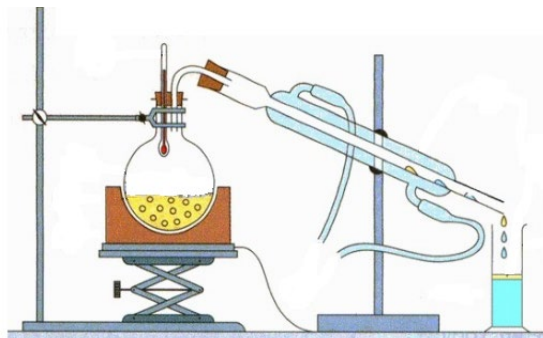
- La distillation simple est utilisée :
 - lorsque l'on a besoin de purifier des solvants volatils,
 - lorsque l'on désire séparer deux liquides contenus dans un même mélange et **ayant des températures d'ébullition très différentes**

Le distillat obtenu après condensation des vapeurs est alors un mélange plus riche en composé le plus volatil mais qui demeure un mélange. Pour améliorer la pureté du distillat en composé le plus volatil il faudrait recueillir le distillat et répéter la distillation simple un grand nombre de fois.

→ lorsque l'on désire obtenir un solvant (le plus souvent l'eau) dans lequel est dissous un soluté (obtention d'eau distillée).

Au cours du chauffage, seul le solvant s'évapore : en refroidissant les vapeurs on recueille le solvant pur.

→ lorsque l'on désire obtenir des huiles essentielles à partir de produits naturels odorants.

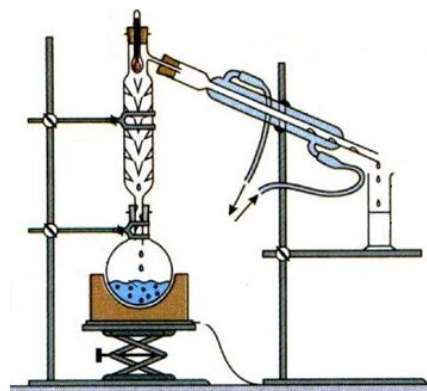


► La distillation fractionnée

- Elle met en œuvre une colonne de Vigreux dont l'intérieur est hérissé de piques, orientées vers le bas, et dont la température décroît vers le haut de la colonne. **Elles permettent des condensations successives des vapeurs.**

- Les vapeurs qui proviennent du mélange en ébullition se condensent sur les piques de la colonne et forment des gouttes. Les gouttes sont elles-mêmes chauffées par les vapeurs ascendantes et se vaporisent à nouveau. **Au sein de la colonne se produit une succession de cycles de vaporisation-condensation.**

Si la longueur de la colonne est suffisante, les vapeurs situées au sommet sont pratiquement pures en composé le plus volatil.



Corps pur	Température d'ébullition à la pression atmosphérique	Masse volumique	Densité	Masse molaire
Acétone	56 °C	$\rho = 0,791 \text{ g.mL}^{-1}$	$d = 0,791$	$M = 58,0 \text{ g.mol}^{-1}$
Ethanol	78 °C	$\rho = 0,789 \text{ g.mL}^{-1}$	$d = 0,789$	$M = 46,0 \text{ g.mol}^{-1}$
Eau	100 °C	$\rho = 1,000 \text{ g.mL}^{-1}$	$d = 1,000$	$M = 18,0 \text{ g.mol}^{-1}$

La moitié de la classe utilisera le montage de distillation simple et l'autre groupe le montage de distillation fractionnée

Principe de la distillation simple

▪ **Objectif :** On désire étudier le principe de la distillation simple à travers la distillation d'une solution de sulfate de cuivre

Lors de la distillation du mélange, il faudra suivre régulièrement l'évolution de la température au cours du temps.

- Dans un tube à essai contenant une solution de sulfate de cuivre (Cu^{2+} ; SO_4^{2-}), verser quelques gouttes d'une solution d'hydroxyde de sodium (Na^+ , OH^-)

→ Qu'observe-t-on ?

→ Ecrire l'équation de la formation du précipité ; donner le nom du précipité

- Dans un tube à essai contenant une solution de sulfate de cuivre (Cu^{2+} ; SO_4^{2-}), verser quelques gouttes d'une solution de chlorure de baryum (Ba^{2+} , 2 Cl)

→ Qu'observe-t-on ?

→ Ecrire l'équation de la formation du précipité ; donner le nom du précipité

- Après avoir réalisé le montage de distillation simple, introduire dans le ballon une solution de sulfate de cuivre et des grains de pierre ponce.

- Alimenter le réfrigérant.

- Chauffer en réglant le thermostat au maximum; dès que les premières gouttes de distillat tombent, baisser de moitié le thermostat afin qu'il ne tombe que 1 à 2 gouttes par seconde.

- Relever toutes les minutes la température en tête de colonne

→ Comparer la couleur du distillat à la couleur de la solution introduite dans le ballon.

→ Comment peut-on vérifier la présence ou non des ions cuivre Cu^{2+} et sulfate SO_4^{2-} dans le distillat, Réaliser les expériences, et interpréter les résultats obtenus.

→ Donner l'allure de la courbe représentant les variations de la température en tête de colonne en fonction du temps. Que peut-on dire de la température au cours d'un changement d'état ?

Principe de la distillation fractionnée

▪ **Objectif :** On désire étudier le principe de la distillation fractionnée à travers la distillation d'un mélange acétone-eau

Lors de la distillation du mélange, il faudra suivre régulièrement l'évolution de la température au cours du temps.

- Après avoir réalisé le montage de distillation fractionnée, introduire dans le ballon un mélange contenant **30 mL d'eau** et **30 mL d'acétone** et des grains de pierre ponce.

- Chauffer doucement et observer l'ascension de la limite liquide-vapeur dans la colonne. Quand cette zone atteint le réservoir du thermomètre ralentir le chauffage et observer le thermomètre.

- L'écoulement du distillat doit se faire au rythme de 1 à 2 gouttes par seconde. Continuer à observer le thermomètre.

- Relever toutes les minutes la température en tête de colonne

Remarquer que dans la colonne, il existe un double mouvement de fluides : la vapeur monte et du liquide redescend : c'est un reflux.

- Quand la température indiquée varie, changer le récipient permettant de recueillir le distillat.

- Quand la température indiquée stagne, changer le récipient permettant de recueillir le distillat.

- Arrêter le chauffage avant que la solution introduite dans le ballon soit totalement évaporé.

- verser un peu du 1^{er} distillat et du dernier distillat sur un peu de sulfate de cuivre anhydre, ou sur du chlorure de cobalt anhydre

→ Qu'observe-t-on et que peut-on en conclure ?

→ Donner l'allure de la courbe représentant les variations de la température en tête de colonne en fonction du temps. Quelle serait la courbe d'une distillation idéale ?

Distillation du vin blanc

▪ **Objectif :** On désire obtenir de l'éthanol en réalisant la distillation d'un vin blanc ; on réalisera les deux techniques de distillation (simple et fractionnée) afin d'étudier leur efficacité dans la séparation de l'éthanol.

- Numéroté les 2 petites éprouvettes puis les peser.

→ Relever précisément les masses m_1 et m_2 des éprouvettes

- Après avoir réalisé le montage de distillation (simple ou fractionnée), introduire dans le ballon environ 100 mL de vin et des grains de pierre ponce.

- Alimenter le réfrigérant.

- Chauffer en réglant le thermostat au maximum; dès que les premières gouttes de distillat tombent, baisser de moitié le thermostat afin qu'il ne tombe que 1 à 2 gouttes par seconde.

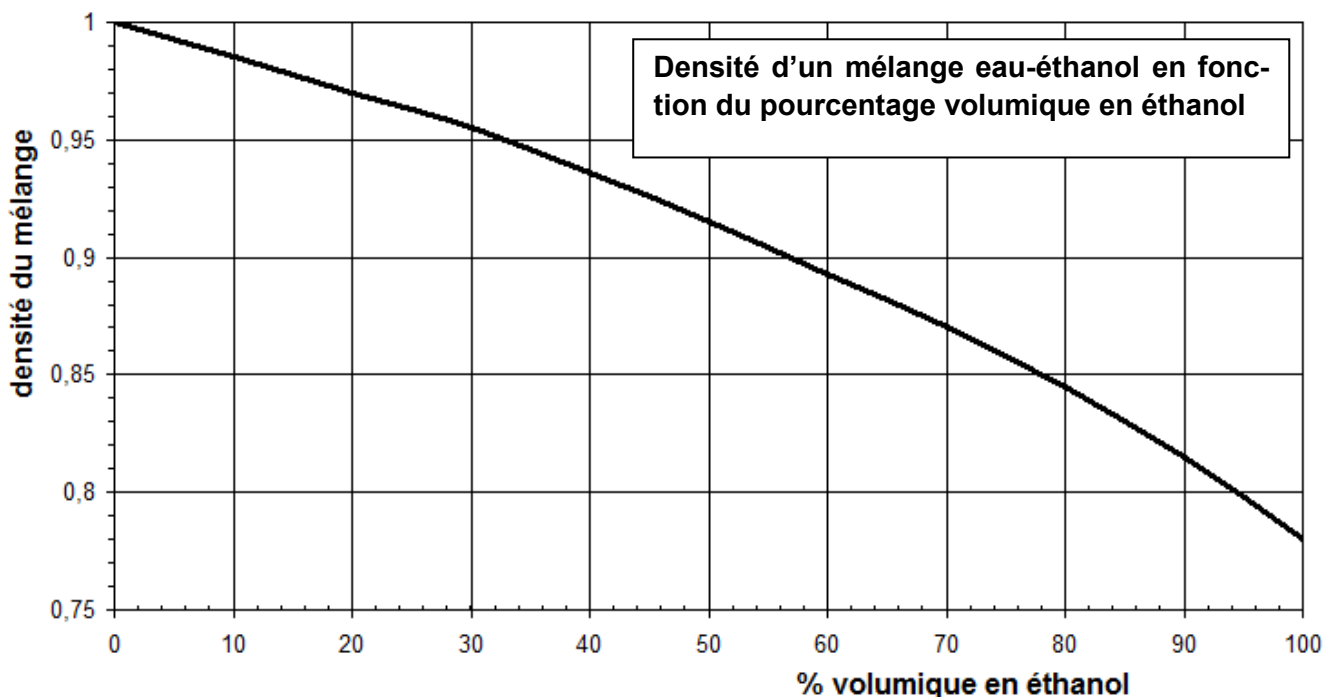
- Recueillir environ $V_1 \approx 5$ mL du distillat, dans la première éprouvette graduée.

- Remplacer l'éprouvette 1 par un bécher ; pendant environ 5 minutes recueillir un distillat intermédiaire »

- Remplacer le bécher par la seconde éprouvette, puis recueillir environ $V_2 \approx 5$ mL du distillat.

→ A partir des mesures expérimentales, calculer la masse des deux distillats, puis en déduire leur masse volumique.

→ Utiliser la courbe d'étalonnage donnée ci-dessous, pour déterminer le pourcentage volumique en éthanol des distillats



→ Comparer l'efficacité des 2 techniques de distillation dans la séparation de l'éthanol du vin blanc.