

# LC11 : Distillation et diagrammes binaires

Louis Heitz et Vincent Brémaud

# Sommaire

<b>Extrait du bulletin officiel</b>	<b>3</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>4</b>
<b>Introduction</b>	<b>5</b>
<b>I Diagrammes binaires isobares d'équilibre liquide vapeur</b>	<b>5</b>
I.1 Diagramme binaire d'un mélange miscible idéal . . . . .	5
I.2 Diagramme binaire d'un mélange miscible non idéal . . . . .	6
<b>II Distillation d'un mélange binaire</b>	<b>6</b>
II.1 Distillation simple d'un mélange binaire . . . . .	6
II.2 Distillation fractionnée d'un mélange binaire . . . . .	7
II.3 Contrôle de la pureté du distillat obtenu . . . . .	7
<b>Conclusion</b>	<b>7</b>
<b>A Liste matériel</b>	<b>8</b>
<b>B Remarques et correction oral blanc</b>	<b>9</b>

Le code couleur utilisé dans ce document est le suivant :

- → Pour des éléments de correction / des questions posées par le correcteur
- Pour les renvois vers la bibliographie
- Pour des remarques diverses des auteurs
- ⚠ Pour des points particulièrement délicats, des erreurs à ne pas commettre
- Pour des liens cliquables
- ✂ Pour les manipulations

## Extrait du bulletin officiel

Enseignement de spécialité :

Première générale : Mettre en oeuvre des dispositifs de chauffage à reflux et de distillation fractionnée.

Terminale générale : Réaliser le montage des dispositifs de chauffage à reflux et de distillation fractionnée et les mettre en oeuvre.

Enseignement de STL :

Distillation simple et recristallisation.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Expliquer le principe d'une distillation simple.</li> <li>- Expliquer le principe d'une recristallisation en justifiant le choix du solvant utilisé.</li> </ul> <p><b>Capacités expérimentales</b> : réaliser une distillation simple, une recristallisation, une filtration, une filtration sous vide, une extraction par solvant, un séchage.</p>
---	--

Sciences physiques et chimiques en laboratoire de première STL

Distillation fractionnée. Hydrodistillation. Extraction, recristallisation.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Expliquer le principe d'une distillation fractionnée.</li> <li>- Expliquer le principe d'une hydrodistillation.</li> <li>- Choisir le solvant d'extraction ou de recristallisation à partir de données tabulées.</li> </ul> <p><b>Capacité expérimentale :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Réaliser une hydrodistillation, une distillation fractionnée.</li> </ul>
<b>Distillation et diagrammes binaires</b>	
Diagrammes binaires. Distillation. Reflux.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Définir la fraction molaire et la fraction massique.</li> <li>- Identifier les courbes et les domaines d'un diagramme isobare d'équilibre liquide-vapeur dans le cas d'un mélange binaire homogène.</li> <li>- Exploiter un diagramme isobare d'équilibre liquide-vapeur d'un mélange binaire et reconnaître la présence d'un azéotrope.</li> <li>- Déterminer, à partir du diagramme, la température d'ébullition ou de rosée d'un mélange.</li> <li>- Dédire d'un diagramme isobare d'équilibre liquide-vapeur la composition des premières bulles de vapeur formées.</li> <li>- Prévoir la nature du distillat et du résidu d'une distillation fractionnée avec ou sans azéotrope.</li> <li>- Expliquer la différence entre une distillation simple et une distillation fractionnée.</li> <li>- Expliquer l'intérêt à réaliser une distillation sous pression réduite.</li> <li>- Réaliser un bilan de matière global et évaluer le rendement d'une distillation.</li> <li>- Identifier les paramètres agissant sur le pouvoir séparateur des colonnes en exploitant une documentation.</li> </ul> <p><b>Capacités expérimentales :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Choisir une technique de distillation et la mettre en œuvre pour séparer les constituants d'un mélange.</li> <li>- Évaluer le rendement d'une distillation.</li> </ul>

Sciences physiques et chimiques en laboratoire de terminale STL

## Bibliographie

- [1] [Cours distillation STL](#)
- [2] [Activité whisky STL p29 à 46, STL](#)
- [3] *Chimie, Tout-en-un PC, de boeck.*

## Introduction

**Niveau** : Lycée

**PR** : notion de phase, changements d'état, distillation simple, mélange, corps pur, fraction molaire, fraction massique, température d'ébullition, indice de réfraction.

Dans cette leçon on va chercher à créer l'éthanol le plus pur possible pour ensuite pouvoir le réutiliser, par exemple dans la production d'alcool fort comme le whisky ou la vodka, ou pour l'entretien ménager et la désinfection.

✂ **Manips** : lancer la distillation fractionnée

On va utiliser pour cela une bière peu concentrée en éthanol : le wash. L'idée est de séparer l'éthanol et l'eau contenu dans cette bière pour obtenir uniquement le composé qui nous intéresse ici : l'éthanol seul. Pour réaliser cette séparation, on va utiliser les propriétés du mélange liquide eau - éthanol lorsqu'il est chauffé et on va voir qu'il se comporte différemment d'un corps pur.

Pour étudier les propriétés du mélange liquide eau - éthanol, on va avoir besoin d'un nouvel outil : les diagrammes binaires.

## I Diagrammes binaires isobares d'équilibre liquide vapeur

### I.1 Diagramme binaire d'un mélange miscible idéal

On considère un mélange entre deux liquides,

Définitions :

-Les deux liquides sont dits miscibles si le mélange qu'il forme est homogène, c'est à dire qu'on ne peut pas distinguer l'un ou l'autre des liquides.

*Ex : l'eau et l'éthanol sont miscibles.*

*Ex : l'eau et l'huile sont non miscibles.*

-Un mélange est qualifié d'idéal si les liquides qui le composent se ressemblent et font des interactions similaires entre leurs molécules. *C'est-à-dire si  $A - A \sim B - B \sim A - B$*

Remarque : il est difficile de donner un critère permettant d'assurer qu'un mélange est idéal ou non.

Changement d'état d'un corps pur : si on chauffe de l'eau liquide, celle-ci se vaporise à une unique température d'ébullition  $T_{\text{eb}} = 100^\circ \text{C}$ .

Changement d'état d'un mélange : si on chauffe un mélange liquide, celui-ci commence à se vaporiser à  $T_{\text{eb}}$  (différent de la  $T_{\text{eb}}$  des deux liquides qui composent le mélange) et termine de se vaporiser à la température de rosée  $T_{\text{rosée}}$ .

On représente dans un diagramme binaire les deux courbes  $T_{\text{eb}}$  et  $T_{\text{rosée}}$  en fonction de la fraction

molaire d'un des composants du mélange, on appellera ces courbes respectivement courbe d'ébullition et courbe de rosée.

*Ex sur diapo : diagramme binaire miscible idéal du mélange eau - méthanol.*

*Composition phase liquide pas au programme*

**Transition :** le cas qui nous intéresse concerne un mélange miscible non idéal : celui de l'eau et de l'éthanol.

## I.2 Diagramme binaire d'un mélange miscible non idéal

On va regarder le diagramme binaire d'un mélange miscible non idéal, celui de l'eau et de l'éthanol.

*Ex sur diapo : diagramme binaire miscible non idéal du mélange eau - éthanol.*

La forme des diagrammes binaires non idéaux est plus complexe et peuvent former plusieurs fuseaux, la seule chose qu'il faut connaître est de savoir reconnaître le point entre les 2 fuseaux, appelé azéotrope, il peut s'agir d'un minimum ou d'un maximum. La particularité de ce point est que la température d'ébullition et de rosée y sont confondus bien qu'il ne s'agisse pas d'un corps pur.

**Transition :** on va maintenant exploiter ces diagrammes pour comprendre ce qu'il passe lorsque l'on chauffe un mélange à une composition en éthanol donné comme le wash à 4% en fraction molaire d'éthanol.

## II Distillation d'un mélange binaire

### II.1 Distillation simple d'un mélange binaire

Rappel sur diapo du montage de la distillation simple. Notion de résidu et de distillat.

Explication sur diapo du chauffage du mélange eau - éthanol dans le but d'obtenir de l'éthanol pur.

Bilan : lorsque l'on réalise la distillation d'une solution d'alcool à l'aide une distillation simple, le distillat obtenu aura une plus grande concentration d'alcool mais sera tout de même constitué d'eau. Il faut donc distiller de nouveau cette solution afin d'obtenir une concentration en alcool plus élevée.

Mais en distillant à nouveau le distillat, on aura une teneur en alcool dans la phase vapeur plus faible : on aura plus d'éthanol mais une concentration plus faible. Donc soit on fait une distillation rapide pour obtenir une grande teneur en éthanol mais peu de distillat. Soit on en fait une longue pour obtenir une grande quantité de matière de distillat mais faiblement concentré en éthanol.

**Transition :** comme cette méthode se révèle insuffisante on va passer à un nouveau montage qui consiste en une succession de distillation simple, la distillation fractionnée.

## II.2 Distillation fractionnée d'un mélange binaire

### ✂ Manips : présentation du montage.

Présentation du montage également sur diapo.

On va chercher à obtenir de l'éthanol le plus pur possible maintenant avec une distillation fractionnée, on raisonne une nouvelle fois sur le diagramme binaire eau - éthanol.

Diapo : composition de la 1ère bulle, puis de la 2e... jusqu'à la composition de l'azéotrope.

Bilan : la distillation fractionnée permet, quand elle est assez grande, d'obtenir un composé pur ou d'un mélange à la composition de l'azéotrope dans le distillat. Dans le cas du mélange binaire eau - éthanol, au mieux on obtient donc de l'éthanol à 89.5% en fraction molaire et à près de 96% en volume (éventuellement faire le calcul). C'est cette raison qui explique la difficulté industrielle d'obtenir de l'alcool à plus de 96 %.

Transition : on va maintenant mettre en évidence cette différence attendu entre la distillation simple et la distillation fractionnée en terme de pureté de l'alcool à travers une mesure de l'indice de réfraction du distillat.

## II.3 Contrôle de la pureté du distillat obtenu

### ✂ Manips : récupération du distillat obtenu lors de la distillation fractionnée. Attention on contrôle ici que la température en tête de colonne correspond à celle de l'azéotrope pour être sûr que l'on ne récupère pas que de l'eau.

Pour contrôler la pureté du distillat en éthanol on va utiliser un réfractomètre qui permet de mesurer l'indice de réfraction d'un liquide.

### ✂ Manips : mesure de l'indice de réfraction avec le distillat de la distillation fractionnée.

Cela nous permet, à partir d'une courbe d'étalonnage réalisée en préparation, de conclure sur le gain qu'apporte la distillation fractionnée par rapport à la distillation simple.

## Conclusion

Dans cette leçon nous avons vu un nouvel outil permettant de caractériser les mélanges à travers un exemple qui est celui de la séparation de l'eau et de l'éthanol. Il est également possible d'établir ce type de diagramme pour la transition solide - liquide, pour des solides qui ne se mélangent pas. On obtient alors des diagrammes binaires à eutectique qui nous permettent d'expliquer, par exemple, pourquoi on sale les routes en hiver pour éviter le verglas.

## A Liste matériel

Distillations simple et fractionnée :

- Quatre plateau élévateur
- Deux ballons rodés de 250 ml.
- Deux chauffe-ballon électrique avec agitation magnétique et barreau ovoïde.
- Une tête de distillation (pour la distillation simple)
- Une colonne de vigreux (+ raccord avec le réfrigérant)
- Deux thermomètres (pour aller en tête de colonne)
- Deux réfrigérants à eau qui condensent les vapeurs
- Deux allonges à distiller
- Des éprouvettes de récupération du distillat (100ml)
- Quatre « pinces »
- Deux potences
- Deux Séparateurs de Pauli
- Aluminium pour calorifuger
- Eau
- Ethanol absolu

Pour le réfractomètre :

- éprouvette graduée
- pipettes plastiques
- petits béchers (25 ml)
- réfractomètre
- coton
- Eau
- Ethanol absolu



## B Remarques et correction oral blanc

Correcteur : AlHe

→ Est-ce que la distillation fractionnée a vraiment mieux marcher ? Fraction molaire qui correspond à 60 % en volume ? C'est plus que ce qu'on a sur la courbe du binaire max c'est 35% normalement pour distillation simple? Les vapeurs peuvent se recondenser sur le bord du ballon.

→ Bière à 4% en fraction molaire à montrer ? Rapport avec degré d'alcool. 11% d'éthanol c'est beaucoup pour une bière. → Faire lien fraction volumique et fraction molaire. On a pas un gain le

→ Le plus volatil ou l'azéotrope obtenu. Toujours vrai ? Pour un mélange idéal, oui. Pour non idéal il faut azéotrope en bas. → Mentionner le fait que l'azéotrope peut être un maximum, sinon ça force à écrire des choses fausses. Attention rigueur.

→ Pour mélange azéotrope.  $T_{eb} = T_{rosée}$ . Comment faire différence entre azéotrope et corps pur ? On change la pression, compo azéotrope change.

→ Obtention expérimentale des diagrammes binaires ? Courbe d'analyse thermique et rupture de pente.

→ Rupture de pente toujours dans le même sens ? A quelle condition droites ? Puissance constante et capacité thermique dépend pas température. Rupture de pente : on fournit de l'énergie pour vaporiser, toujours même rupture de pente. → Ici on fait une liquéfaction, c'est exothermique : on libère de l'énergie, donc on refroidit moins vite.

→ Justification du théorème de l'horizontale ? Calcul de variance au sein du fuseau, démonstration théorème de l'horizontale.

→ Quel type de public pour leçon ? Terminale STL qui fait physique chimie

→ Attention, n'a pas mentionné la pression dans la leçon ! Quand on parle de 100° pour l'eau c'est à pression atmosphérique.

→ Mélange idéal. Conséquence quantitative sur le potentiel chimique ?  $\mu_i = \mu_i^\circ + RT \ln a_i$ . (Si coefficient d'activité c'est plus idéal). → Reformulation question : si interactions similaires, comment se comportent dans le mélange ? Comment s'ils étaient comment, individuellement ? Comme si c'était en corps pur. Ici plutôt corps pur que standard :  $\mu = \mu^* + RT \ln x$ . Chacun des constituant se comporte comme s'il était pur.

### Remarques :

→ La leçon est bien. Attention aux généralisations ! Au moins mentionner qu'il y a plusieurs situations

→ Problème : systématiquement recopier ses notes pour écrire au tableau. Pas bon effet.

→ Manip miscibilité eau/huile et eau/ethanol ?

→ Bien garder la même abscisse tout le long ! Ou au moins faire la correspondance.

→ Pas très à l'aise pour distillation fractionnée. Plus insister sur comment elle est faite. Schéma colonne de Vigreux. Sur chacun des picots il y a un équilibre liquide-vapeur et jamais la même température. Il y a un gradient de température. Température de plus en plus basse. Quand on baisse température, vapeur de plus en plus riche en éthanol. Bulle se reléguifie à une autre température. Flux ascendant de vapeur qui se refroidit et s'enrichit en le plus volatile. Flux descendant de liquide qui se réchauffe qui s'enrichit en composé moins volatil.

→ Essayer de faire "sentir", la variance dans la leçon ; faire passer l'idée. Dire que pression et température sont liés. Choisir un impose l'autre. Pour mélanges, un peu plus de degrés de libertés. On peut fixer deux paramètres.

→ Distiller la moitié du ballon pour la distillation simple. Y aller franchement.