

Laboratoire n° 3

Romain Blondel, Nicola Badic

Note (compte double) : _____

Distillation d'un vin rouge

Adapté du TP « Distillation d'un vin rouge » de M. Julien Falcy, enseignant à Auguste Piccard. Merci à lui !

Buts

- Comprendre les principes de la distillation
- Distiller 65 mL de vin rouge
- Calculer la teneur en alcool du distillat puis la teneur en alcool du vin rouge.

Introduction théorique

1. Le vin rouge

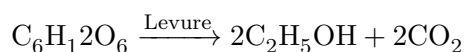
Le vin rouge est un mélange homogène complexe d'environ 500 composés. La variation de leurs concentrations offre à chaque vin des propriétés organoleptiques uniques (robe, bouquet et saveur). Parmi ses composés, on compte notamment :



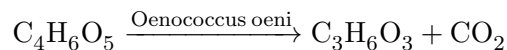
- Eau¹, qui est le solvant du mélange ;
- Ethanol² (C₂H₅OH), qui est le soluté présent en plus grande quantité ;
- Glycérol ;
- Acides organiques, dont l'acide tartrique, malique, lactique et succinique ;
- Sucres ;
- Minéraux ;
- Arômes, dont les tanins ;
- Colorants ;
- Vitamines, principalement la famille des B et C₂.

Le moût de raisin est transformé en vin rouge au cours d'un procédé appelé **vinification**, durant laquelle toute une suite de transformations physiques, biologiques et chimiques ont lieu. Parmi les transformations biologiques, deux **fermentations** successives ont lieu à l'aide de microorganismes.

a) La **fermentation alcoolique** transforme le glucose (C₆H₁₂O₆) du moût en éthanol et CO₂ :



b) La **fermentation malolactique** transforme l'acide malique (C₄H₆O₅) en acide lactique (C₃H₆O₃) et CO₂ :



2. La teneur alcoolique

La teneur en alcool d'une boisson alcoolisée se mesure en **volumes %** [vol%]. Elle représente le volume d'éthanol pur contenu dans la boisson. Ainsi un vin rouge dont l'étiquette indique 12 vol% contient 12 mL d'éthanol pur sur 100 mL de vin.

1. T ébullition (H₂O) = 100 °C

2. T ébullition (Ethanol) = 78.4 °C

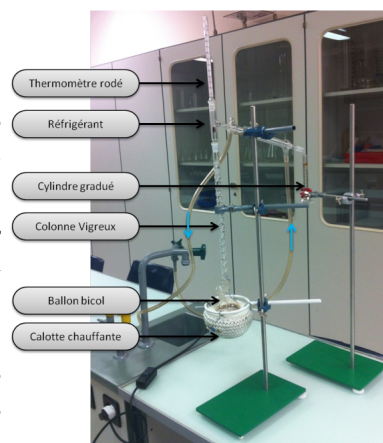
3. La distillation fractionnée

La distillation est une technique de séparation de deux liquides miscibles en fonction de leur température d'ébullition. Dans un mélange eau-éthanol porté à 80 °C, deux phénomènes physiques distincts sont observés :

- Évaporation de l'eau
- Ébullition de l'alcool

La colonne Vigreux permet une bonne séparation des constituants du mélange. En effet, lorsque les vapeurs montent dans la colonne, elles refroidissent et se condensent sur les aiguilles de la colonne. Ce liquide est ensuite à nouveau chauffé progressivement par les vapeurs qui continuent de monter, jusqu'à être vaporisé à nouveau.

A cause de toutes ces vaporisations-condensations successives, l'eau retombe et les vapeurs montantes sont de plus en plus chargées en éthanol.



Montage

1. Avant tout ; évitez de forcer sur les rodages.
2. Le ballon bicol est placé dans la calotte chauffante.
3. La colonne Vigreux est attachée verticalement sur le ballon à l'aide d'un clip de sécurité et le second col est fermé avec le bouchon rodé.
4. La calotte est attachée au statif à l'aide d'un cercle et la colonne Vigreux à l'aide d'une pince.
5. Un réfrigérant à eau est placé au-dessus de la colonne Vigreux et un thermomètre rodé est placé à son sommet.
6. Le cylindre gradué est maintenu à la sortie du réfrigérant à l'aide d'une pince et d'un statif.

Méthode

1. Peser les deux cylindres gradués de 10 *mL* (noter les résultats précis sur la page suivante).
2. Monter l'appareil à distiller selon les instructions données ci-dessus.
3. Introduire 2-3 pierres à distiller et 65 *mL* de vin rouge dans le ballon de 250 *mL*.
4. Faire contrôler le montage par l'enseignant.
5. Allumer l'eau du réfrigérant puis enclencher la calotte chauffante au maximum.
6. Dès le début de l'ébullition, un front de vapeur d'éthanol monte dans la colonne Vigreux. Afin de garantir une bonne séparation eau-éthanol, l'ascension ne doit pas se faire en moins de 2 *min*. Il faut alors jouer avec la puissance de la calotte ; en l'allumant/arrêtant, voir en la descendant.
7. Dès la première goutte de distillat obtenue dans le le cylindre gradué, la température de vapeur est notée tous les 0.5 *mL* de distillat écoulés.
8. Lorsque la température dépasse 82 °C, le distillat est récolté dans le 2^e cylindre gradué. Le but est d'obtenir 6 à 7 ml de distillat dans ce second cylindre gradué.

Résultats & Compte-rendu (partie 1) : Relevé de températures

Nom du vin = Sualdeia

$V_{\text{vin prélevé}} = 65 \text{ mL}$

Teneur alcoolique_{vin} (indiqué sur l'étiquette) = 13 vol.% d'éthanol

Distillat 1	Distillat 2
m _{cylindre 1 (vide)} = 32.077 g	m _{cylindre 2 (vide)} = 19.210 g
m _{cylindre 1 (plein)} = 37.047 g	m _{cylindre 2 (plein)} = 24.675 g
m _{distillat (1)} = 4.970 g	m _{distillat (2)} = 5.465 g
V _{distillat (1)} = 6 mL	V _{distillat (2)} = 6 mL

TABLE 1 – Température des vapeurs en tête de colonne en fonction du volume de distillat
À relever tous les 0.5 mL, jusqu'à un total d'environ 12 mL de distillat

V _{distillat} [mL]	T _{vapeur} [°C]	V _{distillat} [mL]	T _{vapeur} [°C]	V _{distillat} [mL]	T _{vapeur} [°C]
0.0	74.0	5.0	76.5	9.5	95.0
1.0	75.0	5.5	77.5	10.0	96.0
1.5	75.5	6.0	80.0	10.5	96.0
2.0	75.5	6.0	82.0	11.0	97.0
2.5	76.0	7.0	90.0	11.5	97.0
3.0	76.0	7.5	92.0	12.0	97.0
3.5	76.5	8.0	93.0		
4.0	76.5	8.5	93.5		
4.5	76.5	9.0	94.0		

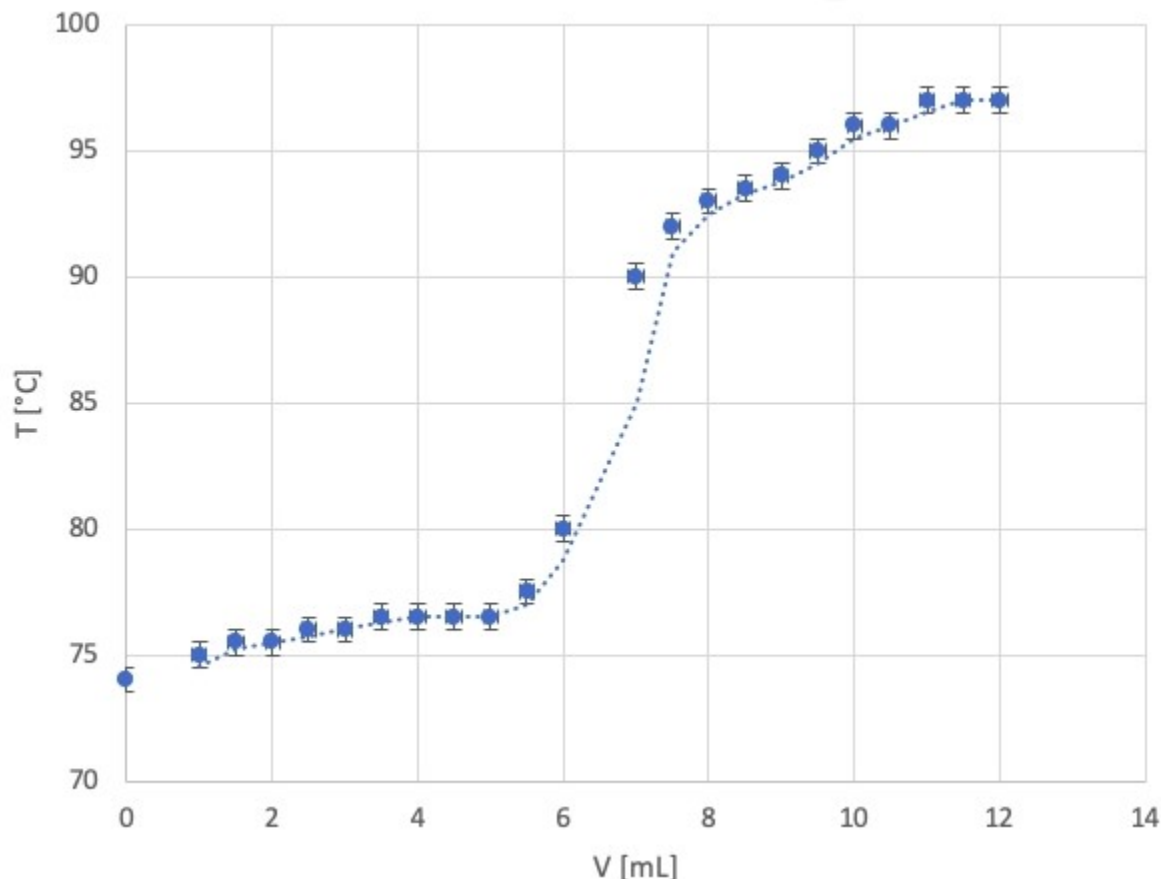
Note : la ligne et la double apparition de $V = 6 \text{ [mL]}$ correspondent au changement de cylindre.

Discussion des résultats (partie I)

1. Représentez graphiquement (main ou excel), à l'aide des valeurs ci-dessus, l'évolution de la température de vapeur en tête de la colonne en fonction du volume de distillat ! Le graphique doit porter un titre, les axes également, ainsi que des unités, et n'oubliez pas vos légendes.
2. Discutez de manière détaillée l'évolution de cette courbe.

1. Graphe

FIGURE 1 – Variation de la température en fonction du volume du distillat



Note : Les points bleus sont les mesures effectuées (cf. Table 1) incluant une incertitude telle qu'énoncé plus tard. Le traitillé bleu est une courbe de tendance afin de faciliter la lisibilité du graphe.

2. Discussion

On peut prendre ce graphique en trois parties : la première de 0 à 5.5 [mL] où la température n'augmente que peu, la seconde entre 6 et 8 [mL], où la température va fortement augmenter et un troisième partie dès 8 [mL] avec une variation de température semblable au début.

L'éthanol et l'eau étant les composants majoritaires du vin, et que l'éthanol ayant une température d'ébullition moindre que l'eau, on peut assez sûrement dire que la première partie du graphe correspond à l'évaporation de celui-ci. De plus, la fourchette de température est proche de celle de la vaporisation de l'éthanol (entre 74 et 80 [°C] pour 78.4 [°C]).

La majorité de l'éthanol étant évaporé, la seconde partie correspond à l'augmentation de température avant l'évaporation de l'eau. Cela coïncide avec le changement de cylindre.

La dernière partie correspond donc à l'évaporation de l'eau avec l'éthanol qui n'a pas pu s'évaporer avant (comme on le constate dans la partie suivante).

Résultats & Compte-rendu (partie 2) : Analyse des deux distillats

1. Distillat 1

- $\rho_{\text{distillat 1}} \left(\text{en } \frac{g}{mL} \text{ puis en } \frac{g}{L} \right) = \frac{4.97}{6} \left[\frac{g}{mL} \right] = 0.828\bar{3} \left[\frac{g}{mL} \right] = 828.\bar{3} \left[\frac{g}{L} \right]$
- Teneur alcoolique_(distillat 1) = (à trouver sur le graphique) = 86[vol. %]
- $V_{\text{éthanol (distillat 1)}} = 86\% \cdot 6 = 5.16[mL]$

2. Distillat 2

- $\rho_{\text{distillat 2}} \left(\text{en } \frac{g}{mL} \text{ puis en } \frac{g}{L} \right) = \frac{5.465}{6} \left[\frac{g}{mL} \right] = 0.9108\bar{3} \left[\frac{g}{mL} \right] = 910.8\bar{3} \left[\frac{g}{L} \right]$
- Teneur alcoolique_(distillat 2) = (à trouver sur le graphique) = 51[vol. %]
- $V_{\text{éthanol (distillat 2)}} = 51\% \cdot 6 = 3.06[mL]$

3. Total (*distillat 1 + distillat 2*)

- $V_{\text{éthanol, total}} = 5.16 + 3.06 = 8.22[mL]$
- Teneur alcoolique_{vin} = $\frac{8.22}{65} \approx 12.65[\text{vol. \%}]$

Discussion des résultats (partie II)

1. Calculez les **erreurs absolue** et **relative** de votre expérience (voir laboratoire n° 1) afin de comparer les valeurs de la teneur alcoolique théorique (sur la bouteille) et pratique.
2. Discutez des causes d'erreurs possibles de manière précise et détaillée (au moins 4).

1. L'erreur

- Erreur absolue : Valeur théorique - Valeur obtenue (en valeur absolue) $\Rightarrow |13 - 12.65| = |0.35| = 0.35$, soit une erreur absolue de 0.35 [vol %].
- Erreur relative : Erreur absolue / Valeur théorique $\Rightarrow \frac{0.35}{13} \approx 2.69\%$.

2. Discussion

L'erreur peut venir de nombreux facteurs. Celui le plus évident est l'observateur et l'instrument de mesure (précision de la mesure par l'un comme l'autre).

Ensuite, le déroulement de l'expérience met en jeu certains facteurs incontrôlable, comme une infime partie du liquide pouvant rester coincé dans la colonne, la "vitesse" d'évaporation de différents composants (soit la durée de l'expérience) peut faire varier légèrement les résultats (la proportion d'éthanol dans les différents distillats).

De plus, on considère plusieurs faits comme vrai afin de faciliter la mesure, comme l'évaporation totale de l'éthanol à la fin de l'expérience (qui n'est probablement pas vrai) ainsi que le graphique utilisé pour trouver la proportion d'éthanol peut être que partiellement exacte et relativement imprécis dans le cadre de ces mesures.

Finalement, la valeur théorique donnée par le producteur de vin peut être inexacte (légalement de $\pm 0.5 [\text{vol \%}]$).

Note : l'incertitude des mesures - Si l'on considère selon les conventions que l'incertitude d'une mesure et la moitié de "l'unité" de l'appareil de mesure, celle de la température et ± 0.5 [°C], du volume de liquide ± 0.1 [mL] et pour la masse ± 0.0005 [g]. Donc l'incertitude de la masse de distillat est de ± 0.001 [g] ($= 0.0005 + 0.0005$), puis sur la masse volumique $\frac{\Delta \rho_{distillat1}}{\rho_{distillat1}} = \frac{0.001}{4.97} + \frac{0.1}{6} \approx 1.69\%$ et $\frac{\Delta \rho_{distillat2}}{\rho_{distillat2}} = \frac{0.001}{5.465} + \frac{0.1}{6} \approx 1.68\%$. Considérons que la propagation de l'incertitude ne se voit pas affecté par la recherche du résultat sur le graphique. Sur le volume de l'éthanol, l'incertitude relative vaut $1.69\% + \frac{0.1}{6} \approx 3.36\%$ et $1.68\% + \frac{0.1}{6} \approx 3.35\%$, donc l'incertitude du volume total d'éthanol vaut $5.16 \cdot 3.36\% + 3.06 \cdot 3.35\% \approx 0.29$ [mL]. L'incertitude du volume total du vin est de 0.5 [mL], donc finalement, l'incertitude du résultat final vaut $\frac{0.29}{8.22} + \frac{0.5}{65} \approx 4.3\%$ en relative $\Rightarrow 4.3\% \cdot 12.65 \approx 0.54$ [vol.%] pour l'incertitude absolue. En comparant l'erreur obtenue à l'incertitude des mesures, nous constatons que les résultats sont assez précis.

Masse volumique du distillat en fonction de la teneur alcoolique

