

Chapitre 7

Distiller des mélanges

ACTIVITÉ 1 : recyclage du solvant acétone par distillation

L'acétone utilisée pour nettoyer la verrerie de laboratoire en début de manipulation est collectée dans un bidon. L'élimination de ce déchet par une société extérieure devient de plus en plus coûteuse.

Le responsable de votre laboratoire estime que l'acétone est réutilisable pour le lavage si on atteint après recyclage une pureté de 88 % en masse. Il pense qu'une distillation de l'acétone collectée permettra d'éliminer les produits polluants récoltés lors du nettoyage mais surtout de concentrer suffisamment le solvant.

Dans l'étude de faisabilité du recyclage, on ne prendra pas en compte les polluants. L'acétone après lavage sera assimilée à une solution aqueuse d'acétone.

Il est prévu pour tester deux montages :

- un montage au laboratoire pour une distillation simple
- une petite colonne avec une hauteur de garnissage égale à 2 m

Un densimètre est prévu pour l'analyse des mélanges eau – acétone.

La masse molaire de l'acétone est de 58 g.mol^{-1} .

Le diagramme isobare eau-acétone établi à la pression atmosphérique est donné dans le **document 1**.

La courbe exprimant la densité en fonction de la fraction massique en acétone a été tracée dans le **document 2**.

Partie 1 : étude préliminaire de la distillation

1. Quel est le composé le plus volatil ?
2. Que cherche-t-on à obtenir comme distillat ?
3. Quelle est la fraction molaire de l'acétone à traiter si la densité du mélange fournie est de 0,965 ?

4. Quelle est la température d'ébullition du mélange de départ ?
5. Quelle est la fraction molaire minimale recherchée en acétone ?
6. Dédire de ce dernier résultat la température maximale à ne pas dépasser en tête de colonne.

Partie 2 : distillation avec le montage de distillation simple du laboratoire

La masse de mélange initial introduite est de 250 g.

7. Quelle est la composition molaire du premier distillat obtenu ? En déduire la fraction massique.
8. Indiquer l'évolution de la composition du bouilleur.
9. En 10 min, la température en tête de colonne atteint 71 °C. Quelle est alors la fraction massique en acétone du distillat ?
10. Le technicien arrête alors la distillation peu de temps après. Il pèse le distillat et mesure sa densité. Il obtient une masse de 52 g et une densité de 0,822. Indiquer la fraction massique en acétone de ce distillat et en déduire le rendement de cette distillation simple.

Partie 3 : distillation avec une colonne à garnissage

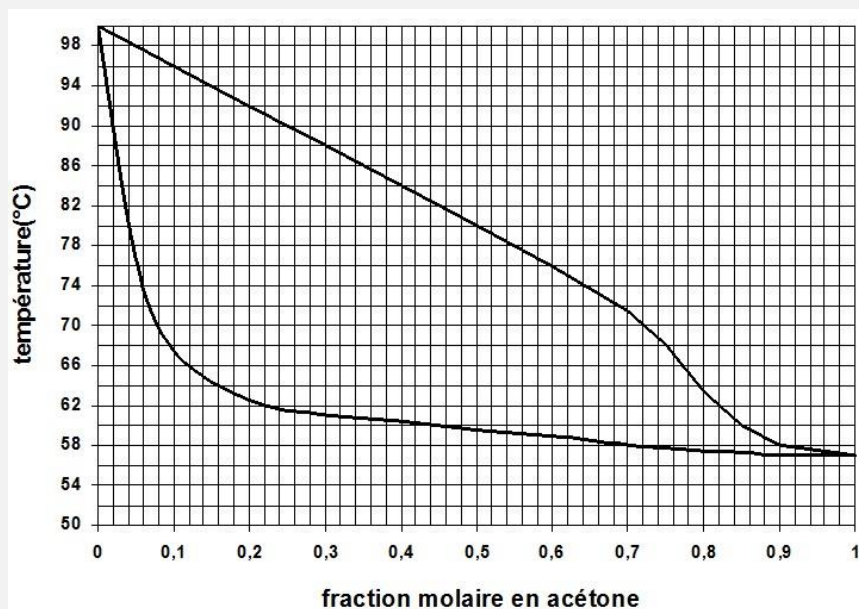
Afin de comparer la distillation simple et la distillation fractionnée, on décide de traiter le mélange dans la colonne à garnissage. La masse de mélange initial introduite est de 2500 g.

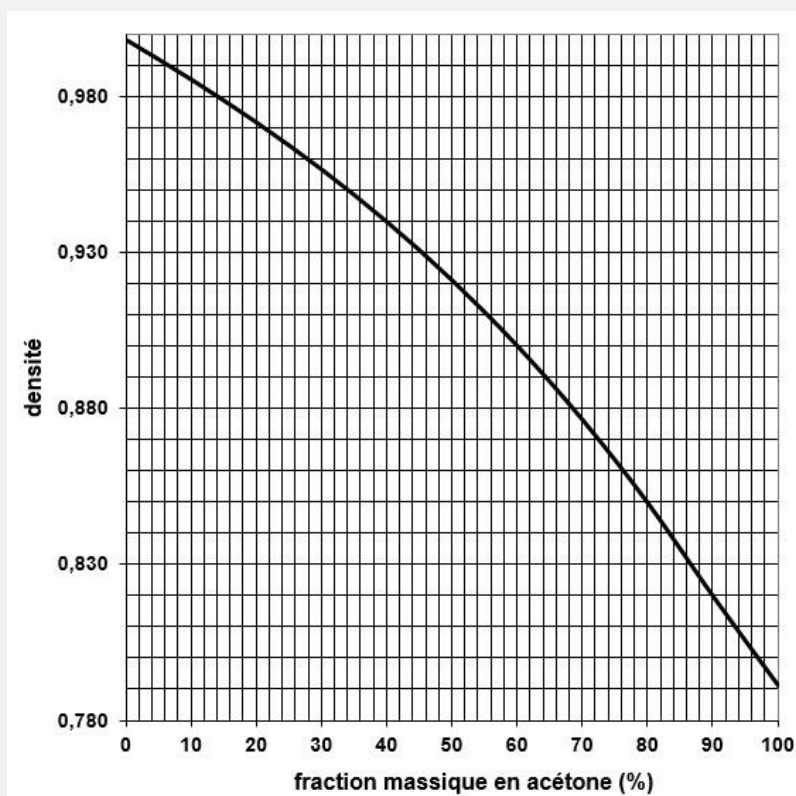
Le technicien effectue des mesures de températures en tête de colonne ainsi que des prélèvements réguliers du distillat pour en mesurer la densité. L'ensemble des résultats est indiqué dans le tableau final du document 3.

11. A partir des mesures de température en tête de colonne et du diagramme binaire isobare, tracer la courbe de l'évolution en fonction du temps de la fraction massique en acétone dans le distillat.
12. A partir des mesures de densité, tracer la même courbe qu'à la question précédente.
13. Le technicien a arrêté de recueillir la première fraction du distillat après 28 min. Expliquer pourquoi.
14. Était-il intéressant de poursuivre la distillation après 28 minutes ? Justifier votre réponse.
15. La mesure de densité de ce distillat est de 0,798. Sa masse est de 585 g. Calculer alors le rendement de cette distillation en colonne.

16. Comparer les deux types de distillation.

DOCUMENT 1 : diagramme isobare eau – acétone à la pression atmosphérique



DOCUMENT 2 : densité des mélanges eau – acétone en fonction de la fraction massique en acétone**DOCUMENT 3 : suivi de la distillation dans la colonne à garnissage**

Temps (min)	Température en tête (°C)	Densité du distillat
5	58,3	0,792
10	58,2	0,793
15	58,4	0,792
20	58,4	0,794
22	58,3	0,793
24	59,1	0,798
26	64,4	0,813
28	75,2	0,837
30	90,6	0,923
32	98,8	0,984
34	99,6	0,996
36	99,8	0,998
38	99,8	0,997

ACTIVITÉ 2 : distillation du vinaigre provenant d'excédents de vin

La diminution de la consommation de vin de table a entraîné une réflexion sur une diversification des produits issus de la vigne. Parallèlement l'engouement pour des nettoyants "verts" a développé un nouvel intérêt pour le vinaigre.

A ce titre un exploitant viticole du sud de la France s'interroge sur le possible recyclage d'excédents de vin. Il envisage d'abord de transformer ces excédents en vinaigre par des processus de fermentations naturelles qui convertissent finalement l'éthanol en acide acétique (acide éthanoïque), le constituant organique principal du vinaigre. Dans une seconde étape, il souhaite obtenir de l'acide acétique concentré de fraction massique au moins égale à 80 % par distillation avant de le vendre sous forme de solutions diluées qu'il pourra vendre à des concentrations différentes.

Cet exploitant vous demande d'étudier la faisabilité de la partie de ce projet concernant la distillation. Le produit de départ de votre étude est une solution aqueuse d'acide acétique de fraction massique égale à 7 % en acide acétique qui va simuler le vinaigre obtenu en fin de fermentation. Pour votre étude, vous avez à votre disposition une petite colonne industrielle à garnissage.

Le diagramme isobare eau-acide acétique établi à la pression atmosphérique est donné dans le document 1.

Pour l'analyse des solutions du mélange eau-acide acétique, un densimètre et un réfractomètre sont utilisés pour mesurer la densité et l'indice de réfraction des mélanges. Les courbes exprimant la densité et l'indice de réfraction en fonction de la fraction massique en acide acétique ont été tracées dans les documents 2 et 3.

Partie 1 : étude préliminaire

Avant de commencer les manipulations, une étude préliminaire est effectuée.

1. Quel est le composé le plus volatil ?
2. Quelle est la température d'ébullition du mélange de départ ?
3. Quelle est la composition du premier distillat obtenu ?

4. Dans quelle partie du montage va-t-on récupérer l'acide acétique avec la fraction massique recherchée ?
5. Indiquer la température à atteindre dans le bouilleur pour respecter l'objectif.

Partie 2 : suivi de la distillation avec la colonne à garnissage

La distillation est alors testée sur la colonne à garnissage. Le technicien a effectué des mesures de températures et des prélèvements dans le bouilleur tout au long des 75 minutes de la manipulation. La densité et l'indice de réfraction de ces prélèvements ont été mesurés. L'ensemble des résultats est indiqué dans le document 4.

6. A partir des mesures de température du bouilleur et du diagramme binaire isobare, tracer la courbe de l'évolution en fonction du temps de la fraction massique en acide acétique dans le bouilleur.
7. A partir des mesures de densité ou d'indice de réfraction, tracer la même courbe qu'à la question précédente.
8. Indiquer à quel instant la qualité de l'acide acétique est devenue conforme aux objectifs.
9. Indiquer si cela vous semble judicieux d'avoir poursuivi la distillation à partir de cet instant.

Partie 3 : étude critique des mesure effectuées

Après la distillation, il vous est demandé de porter un regard critique par rapport aux courbes expérimentales obtenues.

10. Que pensez-vous de l'incertitude due à la lecture graphique sur la détermination des fractions massiques du bouilleur à partir des températures dans la première partie de la distillation ?
11. Indiquer pourquoi la détermination de la fraction massique en acide acétique à l'aide d'une mesure de densité peut être contestable si on dépasse une fraction massique de 45 %. Même question si on dépasse une fraction massique de 65 % pour une mesure d'indice de réfraction.
12. En déduire le meilleur moyen de mesure suivant l'avancée de la distillation.

Partie 4 : bilan de matière de la distillation

Des pesées du contenu du bouilleur et du distillat ont été effectuées pour cette manipulation.

masse initiale dans le bouilleur (7 % massique en acide) :
6,15 kg masse finale dans le bouilleur (84 % massique en
acide): 0,45 kg masse finale du distillat (0,2 %
massique en acide): 5,50 kg

13. Calculez les masses d'acide acétique dans le bouilleur au début et à la fin de la distillation.

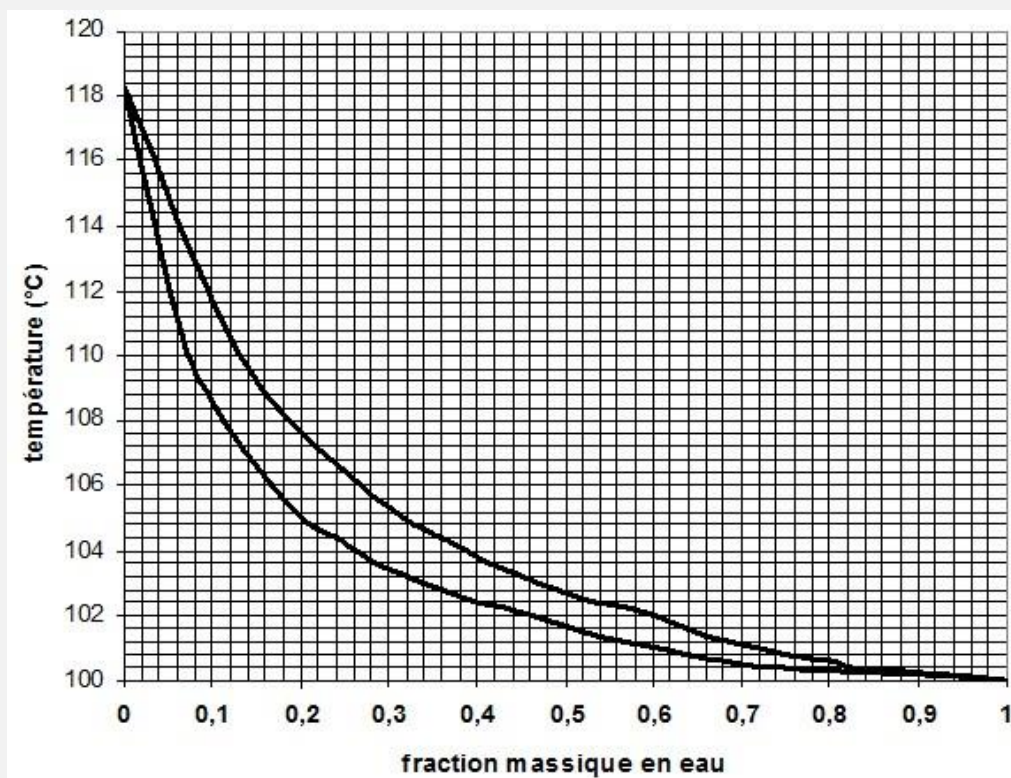
14. En déduire le rendement de la distillation.
15. Examiner la masse initiale introduite et les masses finales. Que constatez-vous ? Proposer une explication.

Partie 5 : étude de la rentabilité du procédé

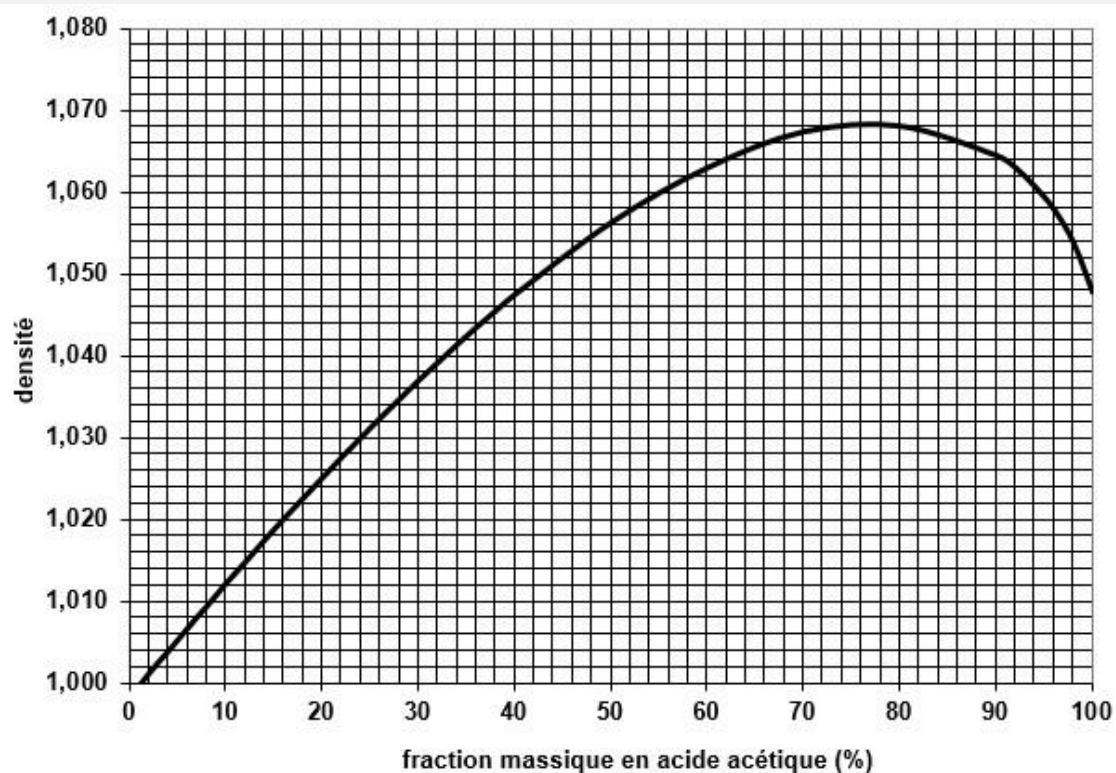
Pendant les 75 minutes de la distillation, la puissance électrique nécessaire pour le chauffage du bouilleur a été enregistrée. Une valeur moyenne de 1300 W a été relevée.

16. Calculer l'énergie utilisée pour cette distillation en kWh.
17. En déduire le coût de cette manipulation si le prix du kWh est de 0,04 Euros.
18. On peut considérer que le procédé est rentable si le coût énergétique pour 1 kg d'une solution d'acide acétique de pureté suffisante est inférieur à 0,15 Euro. En déduire si le procédé envisagé est rentable avec la colonne de distillation utilisée.

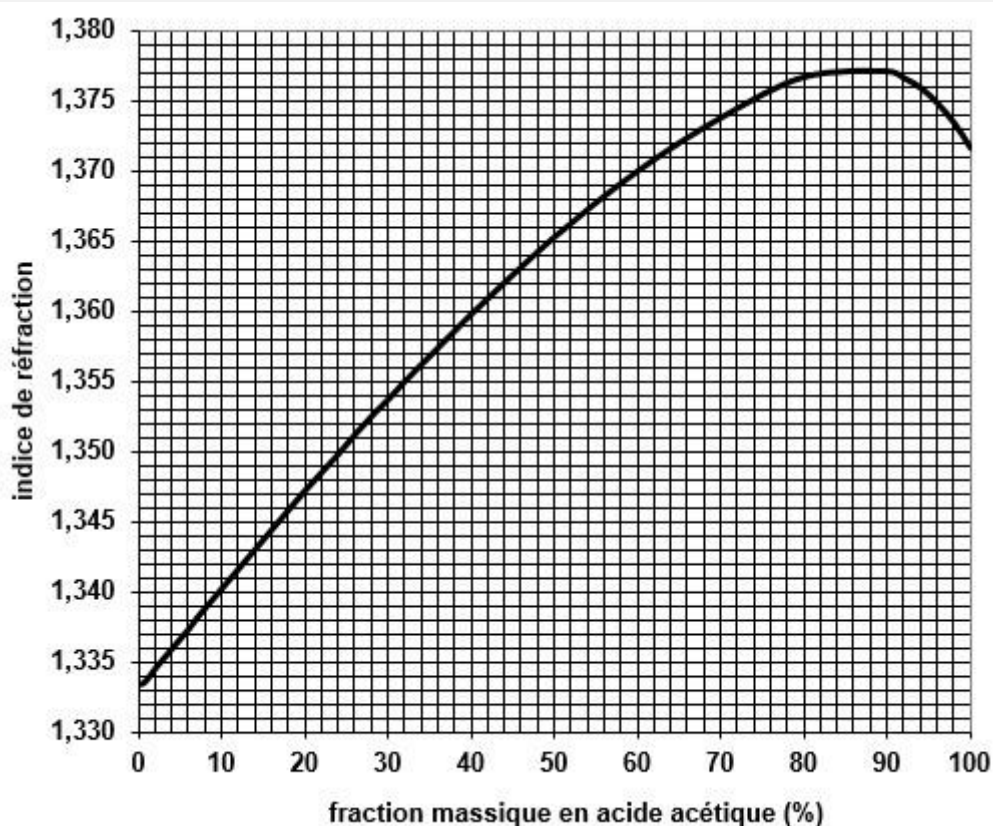
DOCUMENT 1 : diagramme isobare eau – acide acétique à la pression atmosphérique



DOCUMENT 2 : densité des mélanges eau – acide acétique en fonction de la fraction massique en acide acétique



DOCUMENT 3 : indice de réfraction des mélanges eau – acide acétique en fonction de la fraction massique en acide acétique



DOCUMENT 4 : suivi de la distillation

Temps (min)	Température du bouilleur (°C)	Densité du bouilleur	Indice de réfraction du bouilleur
5	100,1	1,010	1,338
10	100,3	1,014	1,343
15	100,4	1,021	1,345
20	100,4	1,024	1,347
25	100,6	1,036	1,353
30	100,8	1,042	1,357
35	101,1	1,046	1,359
40	101,4	1,051	1,362
45	101,9	1,059	1,367
50	102,6	1,064	1,371
55	103,5	1,066	1,373
60	104,7	1,068	1,376
65	105,8	1,068	1,377
70	107,0	1,066	1,377
75	109,0	1,064	1,377