

TP 3 : Application de la distillation fractionnée à la séparation des constituants d'un mélange liquide

L'objectif de ce TP est d'analyser l'efficacité de la distillation fractionnée sur 2 exemples : un mélange binaire eau -propanol et un mélange ternaire butanol-acétone -éthanol .

La grandeur physique retenue pour caractériser les mélanges liquide est leur indice de réfraction .

I- Indice de réfraction d'un mélange liquide

L'indice de réfraction est une caractéristique d'une espèce liquide : elle peut être utilisée pour l'**identifier** ou en **contrôler la pureté** ; les valeurs d'indice de réfraction figurent dans le Handbook .

Q1 . Rappelez succinctement le principe de la mesure de l'indice de réfraction d'un liquide . Pourriez vous donner la valeur de l'indice de réfraction de l'eau ?

Q2 . L'indice de réfraction est usuellement noté n_D^{20} , donnez la signification de l'exposant et de l'indice .

Q3 . Mesurer l'indice de réfraction des produits mis à votre disposition : propanol , butanol , éthanol et propanone (acétone) . Commenter ces valeurs , des valeurs tabulées sont fournies en fin d'énoncé .

La réfractométrie peut aussi être utilisée pour déterminer la composition d'un mélange . Si deux liquides forment un mélange idéal , il existe une relation linéaire entre l'indice de réfraction n du mélange et sa composition : $n = x_A n_A + x_B n_B$

Q4 . Pour chacun des mélanges eau- propanol indiqués dans la tableau ci-dessous , déterminer la fraction molaire en alcool (x_a) et mesurer son indice de réfraction .

► **Chaque binôme ne mesurera qu'un indice de réfraction , les résultats seront mis en commun**

Veau (mL)	5	4	3,5	3	2,5	2	1,5	1	0,5	0
Vpropanol (mL)	0	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5
x_a										
n_D										

Conclure sur le caractère idéal ou non du mélange .

II- Distillation fraction d'un mélange eau-propanol

Q5 . Chaque binôme ne réalisera qu'une seule expérience de distillation : distillation du mélange 1 pour un binôme et distillation du mélange 2 pour le binôme voisin partageant la même paillasse.

Chaque binôme complètera le tableau suivant :

	V_{eau} (mL)	V_{alcool} (mL)	x_{alcool}	$T_{\text{distillat}}$	$n_{\text{distillat}}$	$m_{\text{distillat}}$ (g)	$n_{\text{résidu}}^*$
Mélange 1	10	90					
Mélange 2	80	20					

*Attendre que ce résidu soit refroidi

► Au niveau du distillat ne garder que la fraction correspondant au premier palier de température

► Observer l'évolution de la température t le long de la colonne et en tête de colonne au cours du temps .

Noter les températures caractéristiques .

Q6. En utilisant les indices de réfraction , préciser la composition du distillat et du résidu dans chaque cas .

Q7. Interprétation

Le diagramme isobare (P = 1013 hPa) liquide-vapeur du mélange eau-propan-1-ol présente un homoazéotrope A de coordonnées $x_A = 0,432$ et $T_A = 87,8^\circ\text{C}$. Tracer son allure .

Matérialiser la progression de la vapeur le long de la colonne à distiller et prévoir la nature du distillat ; comparer aux résultats expérimentaux. Mêmes questions pour le résidu .

Q8. Retrouver par le calcul la masse théorique de distillat .

Q9. A partir des résultats expérimentaux , évaluer $\frac{n(\text{propanol, distillat})}{n(\text{propanol, initial})}$ et $\frac{n(\text{propanol pur})}{n(\text{propanol, initial})}$.

Conclure sur l'efficacité de la distillation dans ce cas .

II- Distillation fractionnée d'un mélange ternaire

Le butanol est considéré comme une possible alternative aux combustibles fossiles. Il peut être produit à partir de composés issus de la biomasse par fermentation acétono-butylique. Cette fermentation utilise des bactéries du type Clostridium acetobutylicum ou C.beijerinckii en absence d'oxygène (fermentation anaérobie) et conduit à la formation d'acétone, de butanol et d'éthanol (mélange ABE).

A l'échelle industrielle , la distillation fractionnée est la méthode retenue pour séparer les constituants du mélange ABE .

Dans le cadre du TP , le mélange ABE est réalisé à partir de 28 mL d'acétone (A) , 75 mL de butanol (B) et 22 mL d'éthanol (E) .

La distillation fractionnée de ce mélange a été réalisée sous pression atmosphérique : le distillat et le résidu de distillation sont à votre disposition .

Q10. En utilisant les indices de réfraction , peut-on préciser la composition du distillat et du résidu ?

Q11. Conclure sur l'efficacité de la distillation vis-à-vis du butanol ; on pourra évaluer et $\frac{n(\text{butanol pur})}{n(\text{butanol, initial})}$

Q12. On donne en annexe le diagramme binaire isobare du mélange propanone- éthanol .

La distillation d'un mélange de 28 mL d'acétone et de 22 mL d'éthanol a conduit à un distillat ayant une fraction massique de 98 % en masse de composé le plus volatil.

A l'aide de ce diagramme, trouver la température en tête de colonne et la température dans le bouilleur utilisée pour réaliser cette distillation. Déterminer le nombre de plateaux théoriques que devrait comporter une colonne pour séparer acétone et éthanol .

Q13. Conclure sur le procédé industriel à mettre en œuvre pour séparer les constituants du mélange ABE .

Annexe 1 : Données physico-chimiques

	M (g mol ⁻¹)	T _{eb} (1013 hPa)	μ (g cm ⁻³) – 20°C	n _D ²⁰	
Ethanol	46,07	78,3 °C	0,789	1,3611	
Propan-1- ol	60,1	97,2 °C	0.805	1,3850	
Propan-2- ol	60,0	82,3 °C	0,7809	1,3776	
Butan-1-ol	74,0	117,7 °C	0,8095	1,3988	
Butan-2-ol	74,0	99,5 °C	0,8063	1,3978	
Propanone	58,0	56,0 °C	0,7845	1,3588	

ANNEXE 2 : DIAGRAMME ISOBARE (P = P_{atm})
SYTEME ACETONE-ETHANOL



