

Capacités expérimentales de la séance

- ↳ **Mesure d'un indice de réfraction** / Réfractomètre d'Abbe
- ↳ **Dosage par étalonnage** : déterminer la composition d'un mélange en utilisant une courbe d'étalonnage
Grandeur physique utilisée : indice de réfraction ; variable de composition : fraction molaire
- ↳ **Distillation fractionnée d'un mélange binaire et d'un mélange ternaire .**

Capacité exigible : Mettre en oeuvre une distillation fractionnée ou une hydrodistillation à la pression atmosphérique.

Et ...

↳ Compétence Valider

- Confronter les résultats d'un modèle à des résultats expérimentaux, à des données figurant dans un document, à ses connaissances.
- Analyser les résultats de manière critique.
- Proposer des améliorations de la démarche ou du modèle

Capacité exigible : Interpréter une distillation simple, une hydrodistillation, une distillation fractionnée, des diagrammes isobares d'équilibre liquide-vapeur.

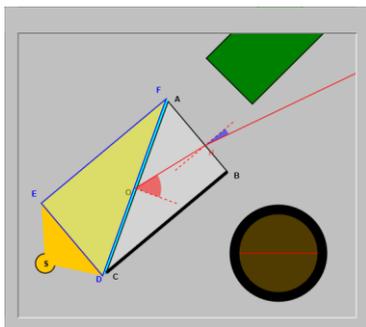
↳ Communiquer

- à l'écrit comme à l'oral :
 - o présenter les étapes de son travail de manière synthétique, organisée, cohérente et compréhensible
 - o utiliser un vocabulaire scientifique adapté
 - o s'appuyer sur des schémas, des graphes

I- Indice de réfraction d'un mélange liquide

Q1 . Se reporter au cahier de TP .

L'indice de réfraction est mesuré à l'aide d'un **réfractomètre d'Abbe** .



L'élément essentiel du réfractomètre d'Abbe est le prisme réfractométrique P (ABC) d'indice N dont la section droite est un triangle rectangle ($A = 60^\circ$, $B = 90^\circ$ et $C = 30^\circ$). Un second prisme identique DEF dit "prisme d'éclairage", mobile autour de D est placé contre le premier. On place quelques gouttes du liquide à étudier entre les deux prismes et on forme ainsi une lame de faible épaisseur d'indice n.

La lumière pénètre dans le prisme d'éclairage par la face DE. La face DF est finement dépolie et diffuse la lumière dans le liquide dans toutes les directions. Quand la lumière passe de la lame liquide au prisme P, les angles d'incidence et d'émergence sont liés par la relation $n \cdot \sin(i) = N \cdot \sin(r)$. L'angle d'émergence maximum est donc $\lambda = \text{Arcsin}(n / N)$ et correspond aux rayons qui arrivent dans la lame sous l'incidence rasante. Un tel rayon arrive sur la face AB avec une incidence $i = 60^\circ - \lambda$ et émerge dans l'air avec l'incidence $r_2 = \text{Arcsin}[N \cdot \sin(i)]$.

Tous les rayons qui émergent de la face AB ont une incidence supérieure à r_2 .

La valeur de l'indice étant fonction de la longueur d'onde, il faut utiliser une **lumière monochromatique**. En général on utilise la **radiation D du sodium (589 nm)**.

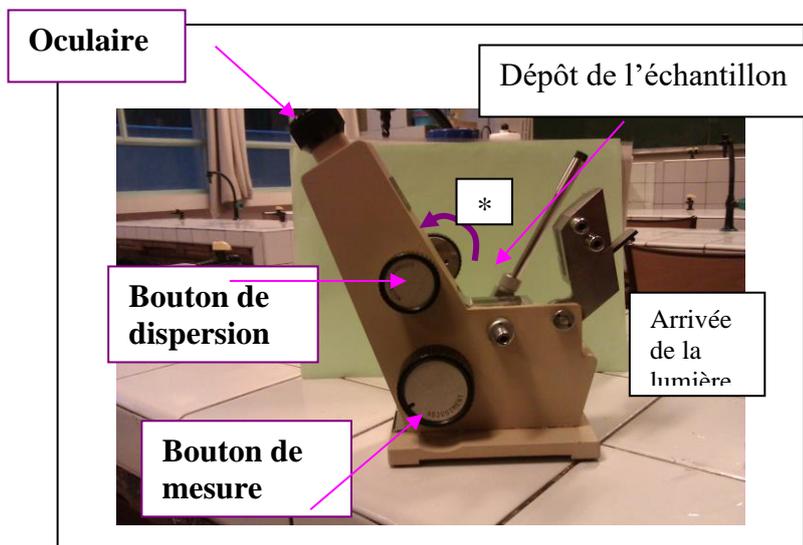
Il existe des appareils munis d'un prisme compensateur interposé entre le prisme réfractométrique et la lunette qui permettent de travailler en lumière blanche. Dans ce cas la valeur mesurée correspond à la raie D.

Aspect expérimental :

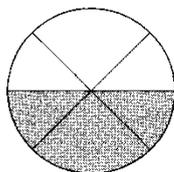
Précautions : la surface des prismes est fragile et il est facile de la rayer : **EVITER de TOUCHER le PRISME** avec la **POINTE** de la **PIPETTE PASTEUR** qui sert à déposer l'échantillon .
Nettoyer les prismes avec du coton (ou un papier très doux) imbibé d'alcool

Les différentes étapes

- 1) Vérifier la température
- 2) Diriger les prismes vers une source lumineuse blanche
- 3) Déposer quelques gouttes d'échantillon sur la face polie du prisme P1 fixe
- 4) Mettre en contact les deux prismes P1 et P2 de façon à étaler le liquide ; toute la surface du prisme de mesure doit être recouverte de liquide. Bloquer à l'aide du bouton (*)
- 4) En regardant dans l'oculaire , tourner le bouton de mesure pour faire apparaître une zone claire et une zone sombre selon le schéma



- 5) Tourner le bouton de dispersion pour obtenir une ligne de démarcation nette puis tourner à nouveau le bouton de mesure pour faire coïncider la ligne nette de démarcation avec le centre du réticule visible dans l'oculaire selon le schéma ci-dessous ; il suffit alors de lire l'indice en utilisant la graduation .



☞ **retenir le schéma ci – contre qui représente l'objectif expérimental à atteindre .**

Pour l'eau **$n = 1,333$**

Q2.

n_D^{20}

Température

Lumière utilisée = lumière émise par une lampe au sodium

D : doublet classique caractéristique du sodium

A noter : Le réfractomètre d'Abbe fonctionne en étant éclairé par la lumière du jour ou par une lampe (correction intégrée par prismes d'Amici)

Q3. Résultats expérimentaux

espèce	Acétone	Butanol	Ethanol	Propan-1-ol
n_D^{20}	1,359	1,3985	1,362	1,384

Q4. Courbe donnant les variations de l'indice de réfraction en fonction de la fraction molaire en propan-1-ol

Calcul de la fraction molaire – Expression littérale

Pour l'alcool : $n_a = \frac{V_a * d * \rho_{eau}}{M_a} = \frac{V_a * 0,8053}{60,1}$ si V_a exprimé en mL

$$x_a = \frac{n_a}{n_a + n_{eau}}$$

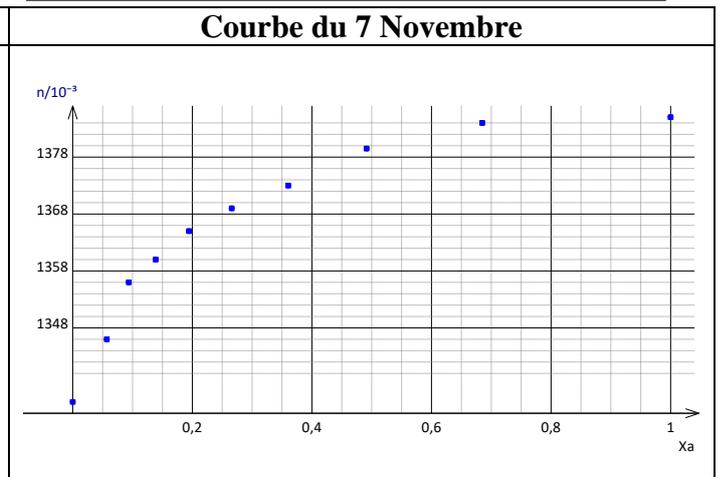
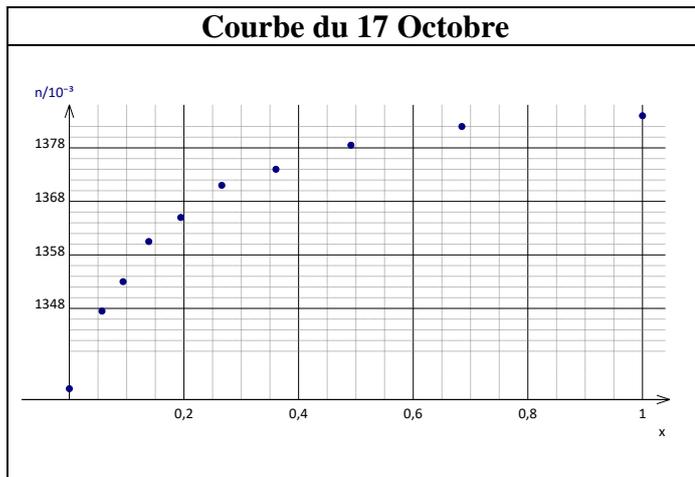
Pour l'eau : $n_{eau} = \frac{V_{eau} * \rho_{eau}}{M_{eau}}$ si V_{eau} exprimé en mL

Résultats expérimentaux :

☞ Le tracé sur papier millimétré était un prétexte pour vérifier les attendus : pour tout graphe tracé il est impératif de préciser les grandeurs portées en abscisse et en ordonnée et leur unité ainsi que les échelles utilisées .

17 Octobre					
Veau	VROH	n	neau	nROH	x
0,000	5,000	1,384	0,000	0,06708	1,000
0,5000	4,500	1,382	0,02778	0,06037	0,6849
1,000	4,000	1,379	0,05556	0,05367	0,4914
1,500	3,500	1,374	0,08333	0,04696	0,3604
2,000	3,000	1,371	0,1111	0,04025	0,2659
2,500	2,500	1,365	0,1389	0,03354	0,1945
3,000	2,000	1,361	0,1667	0,02683	0,1387
3,500	1,500	1,353	0,1944	0,02013	0,09379
4,000	1,000	1,347	0,2222	0,01342	0,05694
5,000	0,000	1,333	0,2778	0,000	0,000

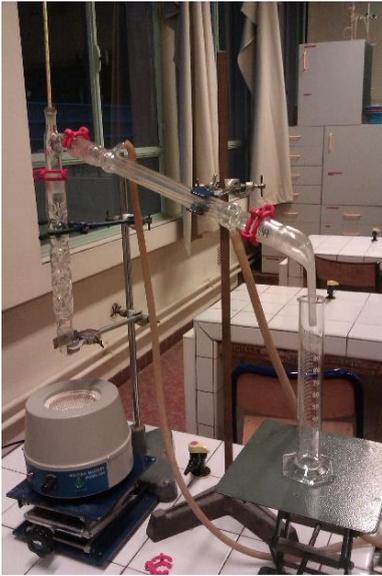
7 Novembre					
Veau	VROH	n	neau	nROH	Xa
0,000	5,000	1,385	0,000	0,06708	1,000
0,5000	4,500	1,384	0,02778	0,06037	0,6849
1,000	4,000	1,379	0,05556	0,05367	0,4914
1,500	3,500	1,373	0,08333	0,04696	0,3604
2,000	3,000	1,369	0,1111	0,04025	0,2659
2,500	2,500	1,365	0,1389	0,03354	0,1945
3,000	2,000	1,360	0,1667	0,02683	0,1387
3,500	1,500	1,356	0,1944	0,02013	0,09379
4,000	1,000	1,346	0,2222	0,01342	0,05694
5,000	0,000	1,335	0,2778	0,000	0,000



On n'observe pas une droite : **le mélange n'est pas idéal**

II- Distillation fractionnée d'un mélange eau-propanol

Montage de la distillation fractionnée : cf cours diagrammes binaires



Précautions expérimentales :

- S'interroger sur l'utilisation des clips , des pinces deux doigts et des pinces trois doigts ...
- Ne pas oublier de peser à vide le contenant du distillat (la masse est demandée)
- Il est nécessaire de **réguler l'ébullition** lors de la distillation , ceci peut être réalisé par l'agitation magnétique .En absence de dispositif d'agitation , demander de la **pierre ponce** .

Exemples de résultats expérimentaux obtenus

		Mélange 1			Mélange 2				
		10 mL eau / 90 mL propanol n(eau) = 0,555mole n (propanol) = 1,206 x_a = 0,684 n = 1,382			80 mL eau / 20 mL propanol n(eau) = 4,44 mole n (propanol) = 0,268 x_a = 0,057 n= 1,348				
		T (°C)	n(distillat)	m(distillat)	n(résidu)*	T (°C)	n(ditillat)	m(distillat)	n(résidu)*
17 octobre	83	1.380		37 .4	1.385	82	1.375	21.45	1.345
	82	1.380			1.385	80	1.374	21.28	1.3335
	82	1.383		65.37	1.382	84	1.37	22.28	1.333
	82	1.379		34.78	1.3835	84	1.377	19.4	1.333
	82	1.3725		30.75	1.384	81	1.3765	17.78	1.3335
7 Nov	81	1.377		24.7	1.384	82	1.369	24.5	1.333
	75	1.379		11 .1	1.384	83	1.377	20.1	1.334
	81	1.377			1.384	88	1.379		1.33
	77	1.378		32.89	1.384	84	1.376	22.51	1.335
	76	1.3785		13.75	1.3835	83	1.377	20.3	1.3345

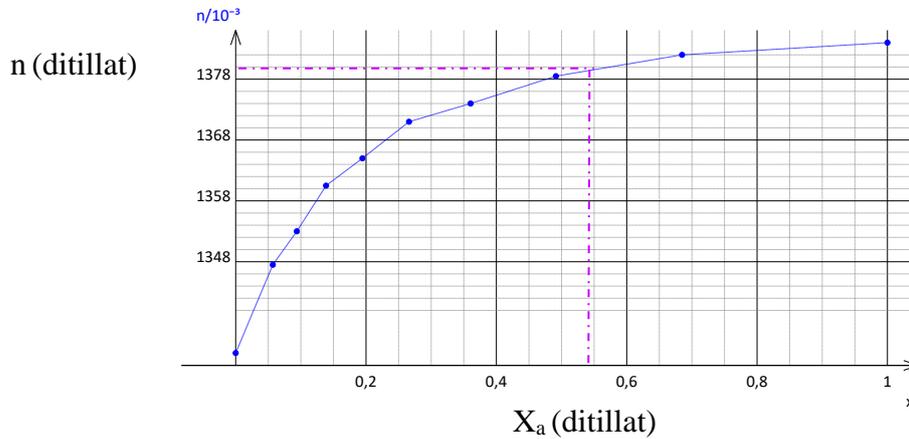
*Attendre que ce résidu soit refroidi

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

Q6. En se basant sur les valeurs des indices de réfraction , on peut conclure que la distillation des deux mélanges a conduit au même distillat qui n'est ni de l'eau pure, ni du propanol pur .

Le distillat est un mélange eau-alcool .

Pour déterminer sa composition , on reporte son indice de réfraction sur la courbe d'étalonnage ci-dessus .



En ce qui concerne le résidu de distillation, on peut l'identifier soit à de l'eau, soit à de l'alcool

	Mélange 1 $x_a = 0,684$	Mélange 2 $x_a = 0,057$
Nature du distillat	Même Mélange eau – propan-1-ol	
Nature du résidu de distillation	Propan-1-ol	Eau

Q7. Interprétation :

Donnée : le diagramme isobare ($P = 1013 \text{ hPa}$) liquide-vapeur du mélange eau-propan-1-ol présente un azéotrope A de coordonnées $x_A = 0,432$ et $T_A = 87,8^\circ\text{C}$

■ Comment évolue la composition du liquide contenu dans le ballon au cours de la distillation ? En déduire la nature théorique du résidu de distillation et comparer aux résultats expérimentaux.

Préliminaire : pour un mélange liquide de départ ayant la composition azéotrope, la vapeur ne peut apparaître que pour T_A et elle a la même composition que le mélange liquide de départ. Il n'y a pas d'évolution possible de composition pour cette vapeur ; en d'autres termes lors de la distillation de ce mélange, la vapeur qui arrive en tête de colonne a exactement la même composition que le mélange liquide de départ et donc le distillat aussi : la distillation est vaine, elle ne permet pas de séparer les deux espèces liquides

.....Rappel : « un mélange azéotrope se comporte comme un corps pur lors de la vaporisation »

<p>En matérialisant- la progression de la vapeur le long de la colonne à distiller à l'aide des plateaux théoriques, on peut prévoir la nature du distillat :</p>	<p style="text-align: center;">Mélange 1 $x_a = 0,684$</p> <p style="text-align: center;">Distillat = mélange azéotrope</p>	<p style="text-align: center;">Mélange 2 $x_a = 0,057$</p> <p style="text-align: center;">Distillat = mélange azéotrope</p>
<p>Evolution de la composition du liquide contenu dans le ballon au cours de la distillation</p>	<p><i>Le distillat est moins riche en alcool et donc plus riche en eau que le mélange de départ. Au fur et à mesure qu'il est éliminé, le contenu du ballon s'appauvrit en eau ...jusqu'à ce qu'il ne reste plus que de l'alcool</i></p>	<p><i>Le distillat est plus riche en alcool que le mélange de départ. Au fur et à mesure qu'il est éliminé, le contenu du ballon s'appauvrit en alcool ...jusqu'à ce qu'il ne reste plus que de l'eau</i></p>
<p>Conclusion : prévision de la nature du résidu de distillation</p>	<p style="text-align: center;">Résidu = propan-1-ol</p>	<p style="text-align: center;">Résidu : eau</p>

Les résultats expérimentaux sont tout a fait compatibles avec ces prévisions .

Cependant , on peut noter que la composition du distillat déterminée expérimentalement ne s'identifie pas à la composition azéotrope .

A ce niveau il est bon de rappeler que les coordonnées du point azéotrope dépendent de la pression fixée pour tracer / obtenir le diagramme ; aussi il est cohérent de ne pas retrouver exactement les memes valeurs que celles fournies et de trouver des valeurs différentes pour les deux groupe s, tout dépend de la pression atmosphérique du jour !

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

Mélange 1	Mélange 2
<p>Le distillat contient la totalité de l'eau Or $n_{\text{eau}} = (1-0,432) n_{\text{distillat}}$ d'où $n_{\text{distillat}} = 0,977$ $m_{\text{distillat}} = n_{\text{eau}}M_{\text{eau}} + n_a M$ $m_{\text{distillat}} = 0,555*18 + 0,432*0,977*60,1$ $m_{\text{distillat}} = 35,36 \text{ g}$ et $m_{\text{résidu}} = m_{\text{tot}} = m_{\text{distillat}}$ $m_{\text{résidu}} = 82,48 - 35,36 = 47,12 \text{ g}$</p>	<p>Le distillat contient la totalité de l'alcool Or $n_a = 0,432 n_{\text{distillat}}$ d'où $n_{\text{distillat}} = 0,620 \text{ mole}$ $m_{\text{distillat}} = (1-0,432)*0,620M_{\text{eau}} + 0,268*M_a$ $m_{\text{distillat}} = 0,568*0,620*18 + 0,268*60,1$ $m_{\text{distillat}} = 22,44 \text{ g}$ et $m_{\text{résidu}} = m_{\text{tot}} = m_{\text{distillat}}$ $m_{\text{résidu}} = 96,12 - 22,44 = 73,68 \text{ g}$</p>

La tres grande disparité des valeurs expérimentales de la masse du distillat ne permet pas de conclure

Q9. efficacité de la distillation dans ce cas

Pour évaluer les rapports indiqués , on peut par exemple revenir aux masses :

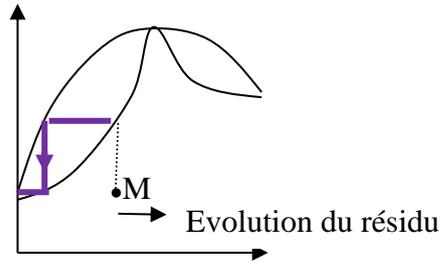
Mélange 1	Mélange 2
$\frac{n(\text{propanol, distillat})}{n(\text{propanol, initial})} = \frac{m_{\text{distillat}} - 10}{72,48}$	$\frac{n(\text{propanol, distillat})}{n(\text{propanol, initial})} = 100\%$
$\frac{n(\text{propanol pur})}{n(\text{propanol, initial})} = \frac{82,48 - m_{\text{distillat}}}{72,48}$	$\frac{n(\text{propanol pur})}{n(\text{propanol, initial})} = 0\%$
<p>Conclusion : La distillation ne permet pas de séparer <u>totalemment</u> les deux espèces . Elle permet néanmoins d'isoler une seule des deux espèces pures dans le résidu (alcool pour le mélange 1 , eau pour le mélange 2) mais en quantité faible</p>	

Généralisation :- cf cours

Prévoir la nature du distillat et du résidu de distillation pour un mélange binaire liquide initial représenté par le point M dans les cas suivants :

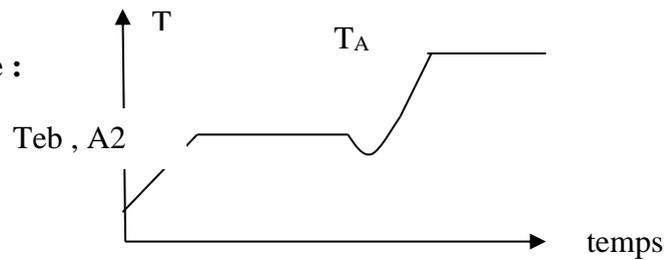
Distillat	Mélange azéotrope	Mélange azéotrope	Mélange azéotrope
Résidu de distillation	A2	A1	-
Distillat*	A2	A1	Mélange azéotrope
Résidu de distillation	Mélange azéotrope	Mélange azéotrope	-

* dans le cas d'un azéotrope maximal , la nature du distillat est obtenue en suivant la progression de la vapeur dans la colonne



Au fur et à mesure que le distillat (composé A2) est éliminé, le liquide contenu dans le ballon s'appauvrit en composé A2 et donc son abscisse augmente : elle va finir par atteindre la valeur de x_A et alors on ne peut plus envisager de séparation .

Evolution de la température en tete de colonne :



Conclusion : Quel que soit le cas (azéotrope maximal ou minimal)

-la distillation du mélange azéotrope est vaine

- la distillation ne permet pas s'isoler la quantité TOTALE des deux espèces pures

Il ne s'agit pas d'une méthode de séparation efficace

III- Distillation fractionnée d'un mélange ternaire

Montage expérimental : identique à celui utilisé pour la partie II
Pas d'observation particulière

Observations :

	17 Octobre		7 Novembre	
Mélange ternaire initial	m = 97,31 g	n = 1,386	m = 98,48 g	n = 1,387
Distillat	m = 26,14 g	n = 1,360	m = 16,86 g	n = 1,365
	t = 40- 44 °C		t = 40°	
Résidu		n = 1,393		n = 1,394

On peut conclure que

le résidu est du butan-1-ol pratiquement pur et alors le distillat est constitué du mélange Acétone-Ethanol

Q11. Dans le mélange initial , la masse du butan-1-ol est $m_B = 75 * 0,81 = 60,75g$

	Masse Mélange	Masse Distillat	Masse Résidu	$\frac{n(\text{butanol pur})}{n(\text{butanol, initial})}$
17 oct	97,31 g	26,14	71,17g	>1 : la distillation n'est pas terminée
7 Novembre	98,48g	16,86	81,62 g	>1 : la distillation n'est pas terminée

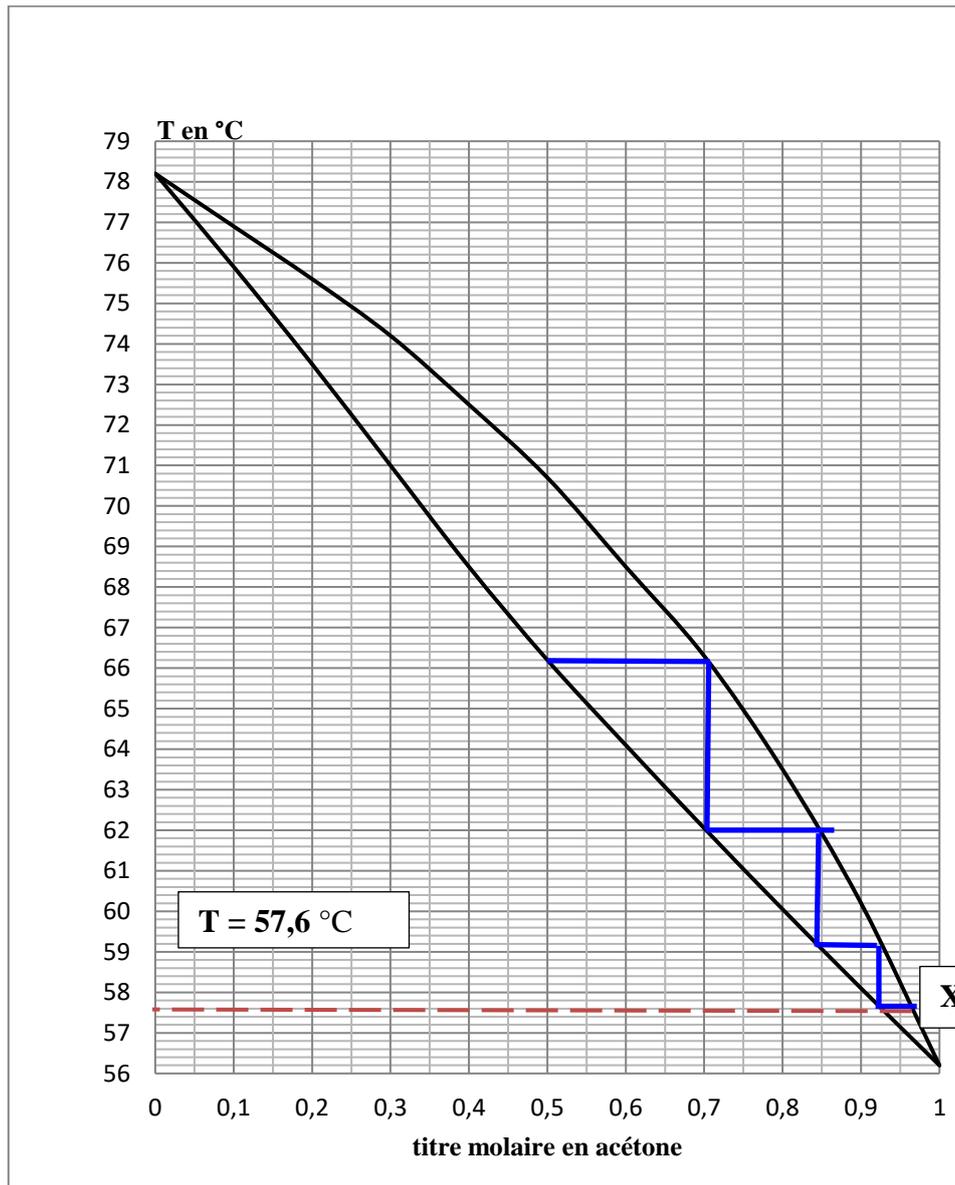
Q12. Distillation d'un mélange acétone -éthanol : on trace les plateaux :

Détermination de la fraction molaire en acétone :

$$n_A = 28 * 0,78 / 58 = 0,379 \text{ mol} \quad n_E = 22 * 0,789 / 46 = 0,377 \text{ mol} \quad \text{soit } x_A = 0,5$$

Pour déterminer la température en tete de colonne , on trace les plateaux jusqu'à atteindre une fraction massique en acétone égale à 98 % .

$$x_A = \frac{n_A}{n_A + n_E} = \frac{m_A}{m_A + n_E \frac{M_A}{M_E}} = \frac{w_A}{w_A + w_E \frac{M_A}{M_E}} \quad \text{A.N. } x_A = \frac{0,98}{0,98 + 0,02 \frac{58}{46}} = 0,97$$



Q13. Un mélange acétone -éthanol peut être séparé par distillation fractionnée . Aussi , pour séparer les 3 constituants du mélange ternaire , il faut envisager 2 distillations :

