

TP2 : Distillation

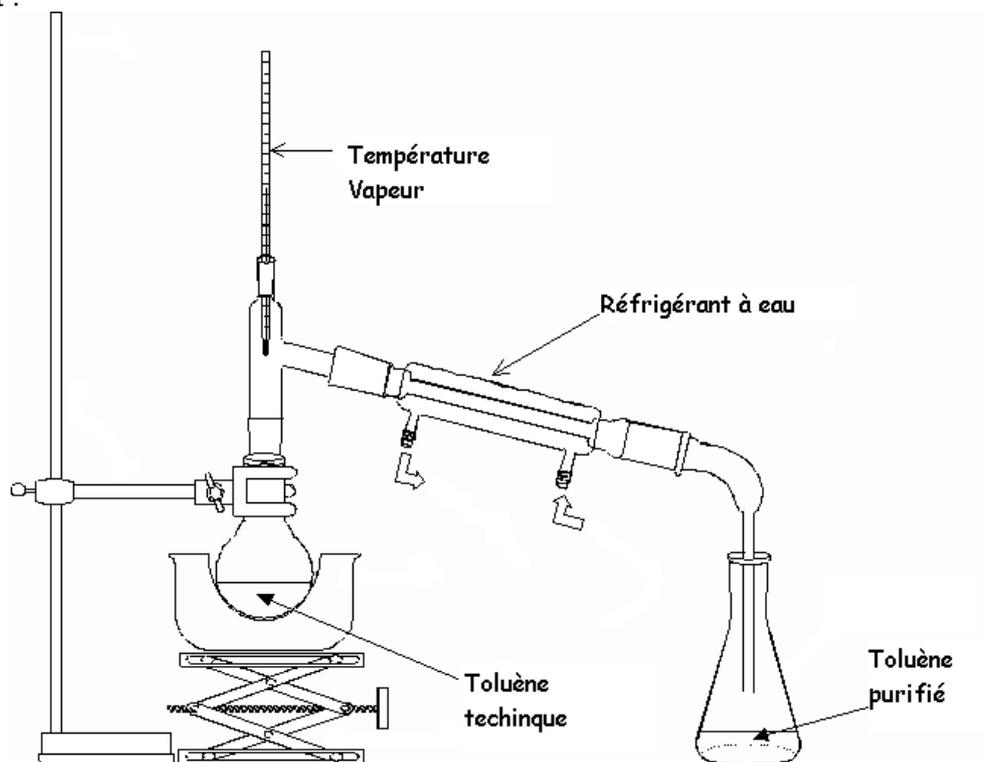
I. But :

Nous avons vu plusieurs méthodes de distillation. La première est la plus courante, c'est une distillation simple. Celle-ci nous permet de purifier un produit en la faisant passer en phase gazeuse, puis en la condensant. La seconde est la distillation fractionnée. Celle nous permet de séparer deux produits solubles si ils ont des points d'ébullition différents. La dernière méthode est la distillation sous vide. Elle reprend le principe de la distillation fractionnée, mais tout le dispositif est sous vide. Ceci permet d'abaisser le point d'ébullition du produit. Cette méthode est utilisé dans le cas où les produits à séparer ont des points d'ébullitions élever (au dessus de 180°C).

II. Partie expérimentale :

Distillation simple : toluène

Nous avons prélevé 50mL de toluène technique que nous avons mis dans un ballon double col. Après avoir mis un agitateur magnétique dans le ballon, nous avons réalisé le montage suivant :



Nous avons porté la température à l'intérieur du ballon vers 111°C, qui est le point d'ébullition du toluène. Tout le produit que nous obtenons avant ou après que la vapeur de toluène ait atteint cette température est considéré comme impure. Nous avons stoppé la distillation lorsque qu'il ne restait que quelque mL dans le ballon.

Volume récupéré :

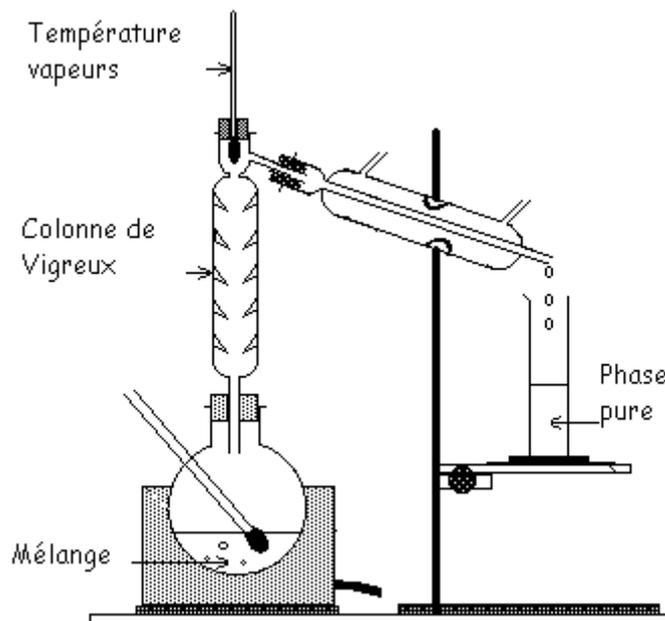
-1^{ère} fraction : 3.8mL (impuretés)

-2^{ème} fraction : 44.0mL (toluène purifié)

Rendement : 44.0mL/50mL=88%

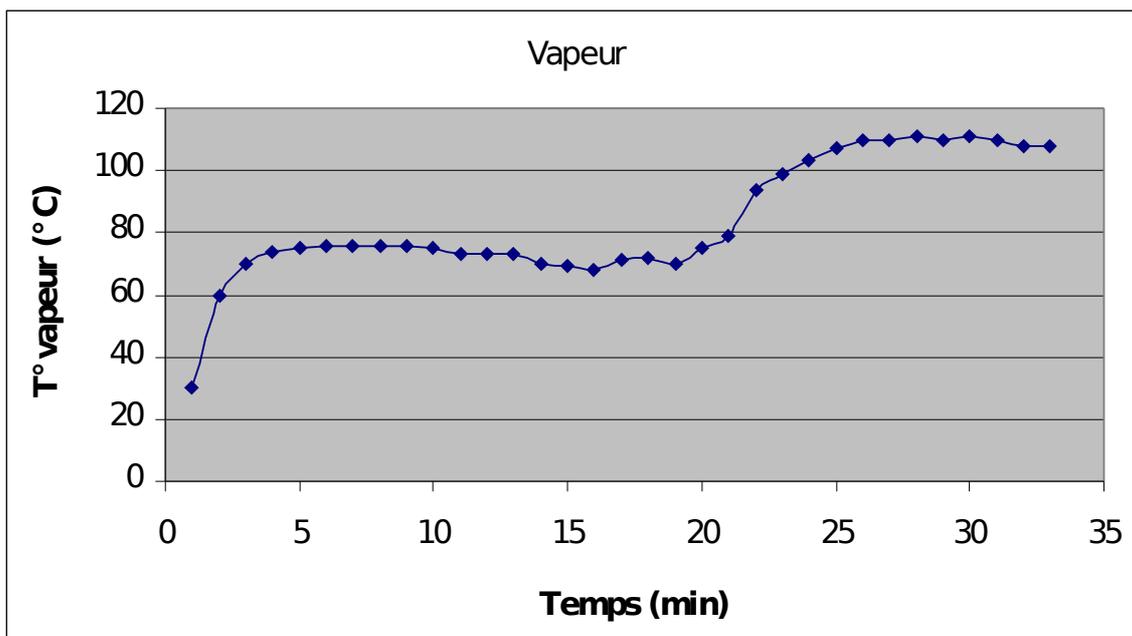
Distillation fractionnée : mélange d'inconnu

Nous avons mis 50mL de mélange inconnu dans un ballon et nous avons réalisé le montage suivant :



La colonne de vigreux sert à séparer les vapeurs des deux phases. En effet une sera plus volatile que l'autre, elle va donc s'évaporer plus facilement. Mais il y aura toujours des traces de l'autre produit et donc comme la température dans la colonne de vigreux diminue par gradient, le produit le moins volatile aura tendance à se condenser avant d'avoir atteint la haut de la colonne. Le mélange devient donc de plus en plus riche en produit le plus volatile au fur et à mesure que l'on monte dans la colonne et à la fin on obtient un produit pur. En haut de la colonne, au niveau du thermomètre, on lit la température de la vapeur que l'on obtient. Si la distillation est correctement faite, il s'agit d'un produit pur. La température de la vapeur est alors la température d'ébullition du produit, et il est donc facilement identifiable.

Nous avons pu tracer une courbe de suivi de distillation :



Nous avons ensuite mesuré l'indice de réfraction de ses liquides pour les identifier le plus clairement possible :

-1^{ère} fraction (entre 5-5min) : 1,373.

Il s'agit donc de l'acétate d'éthyle, qui a un indice de réfraction de 1,371 et une T°_{éb}=74°C.

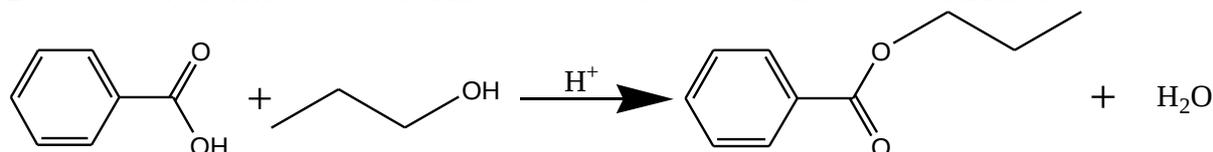
-2^{ème} fraction (entre 25-34min) : 1,396.

Il s'agit donc de octane, qui a un indice de réfraction de 1,397 et une T°_{éb}=125°C.

Distillation sous pression réduite :

Nous avons d'abord fait réagir du propanol avec de l'acide benzoïque dans un ballon de 100mL, que nous avons mis à chauffer à reflux, pour accélérer la réaction.

La réaction étudiée est la suivante :



Acide benzoïque

propanol

benzoate de propyle

Ensuite, nous avons éliminé le propanol qui n'avait pas réagi au rotovapeur. Nous avons ensuite fait passer le benzoate de propyle en phase organique étheré. Après le séchage de cette phase organique, nous avons évaporé l'éther au rotovapeur, pour qu'il ne reste que notre benzoate de propyle impure.

Nous avons ensuite distillé le produit *sa vide*. Le montage de cette distillation était similaire à celui de la distillation fractionnée, mise à part que le système de refroidissement est un peu différent et que tout le montage est maintenu sous vide (à 14 mm/Hg). Nous avons dû aussi calculer le point d'ébullition du benzoate de propyle à 14 mmHg avec l'aide de la table. Nous obtenons un point d'ébullition autour de 105°C, nous devrions donc chauffer le mélange à au moins 105°C.

Le tableau suivant résume la réaction :

	Acide benzoïque	n-propanol	Benzoate de proyle
Masse (g)	10	25	8,3
Masse molaire (g/mol)	110	60	164
Qté de matière (mol)	0,091	0,417	0,051
Equivalents	1,8	8,2	1

Nous pouvons alors calculer le rendement total de la synthèse :

$r = \text{masse obtenus} / \text{masse théorique}$, on a donc :

$r = 0.051 / 0.091 = 56\%$ (c'est l'acide benzoïque qui est le réactif limitant).

III. Commentaires et discussions :

Pour la distillation fraction, nous avons eu un peu de difficulté à déterminer le deuxième produit. En effet son point d'ébullition correspondait à celui du toluène, mais l'indice de réfraction était celui de l'octane. Nous avons donc choisi de prendre l'indice de réfraction comme valeur « sûr » car il est moins sujet aux variations de milieu. On voit donc que la valeur obtenus est beaucoup plus proche de celui de l'octane (1.397) que celui du toluène (qui est de 1.496), et donc le produit ne pouvait donc être que de l'octane.

Pour la distillation sous pression réduite, le rendement moyen peu s'explique par le fait que l'expérience nécessite un nombre assez important de manipulations (extraction, séchage, distillation fractionnée, etc.) et donc les pertes en sont d'autant plus grande. Néanmoins, la quantité obtenue était suffisante pour caractériser le produit

IV. Sources :

-www.ac-nancy-metz.fr

-www.ac-poitiers.fr

-fr.wikipedia.org