

# LC11 : Distillation et diagrammes binaires

**Armel JOUAN, Géraud DUPUY**

**Niveau : Lycée**

**Prérequis :**

- Notion de phase, changements d'état
- Mélange, corps pur
- Fraction molaire, fraction massique
- Température d'ébullition
- Principe de la réfractométrie

## **Introduction**

Ouvrir sur le fil rouge du Whisky et sa fabrication

1. Obtention du malt par germination de l'orge
2. On broie et mélange ce malt à de l'eau chaude, obtention d'un liquide, le mash
3. Fermentation du sucre du mash en alcool. On obtiens du wash. Au bout de 3-4 jours, on a 4% d'alcool
4. Distillation pour faire monter le taux d'alcool
5. Mise en fut et vieillissement
6. Dégustation

On va ici étudier la quatrième étape plus en détail, pour comprendre comment on va pouvoir obtenir une bonne teneur (i.e. fraction molaire) en alcool.

# 1 Composition d'un mélange

- Rappel définition fraction massique  $w$  et molaire  $x$
- Remarque: Somme des fractions égale à 1
- Conversion de l'une à l'autre à l'aide des masses molaires.
- Exemple sur eau-éthanol.
- Si on a que de l'eau:  $x_{eth} = 0$ . Si on a que de l'éthanol  $x_{eth} = 1$
- On a donc  $x_{eth} \in [0, 1]$
- Si on a 15g d'éthanol et 131 g d'eau, on a alors  $w_{eth} = 10.3\%$ , et donc  $x_{eth} = 4\%$ , ce qui est la composition du wash

**Transition: On veut pouvoir enrichir notre mélange en éthanol en le chauffant, voyons donc comment les pptés du mélange changent en montant la température comparé aux corps purs.**

## 2 Diagramme binaire isobare

### 2.1 Construction

- On se place à pression fixée car on ne s'intéresse ici qu'aux variations des états physiques en fonction de la température.
- Si on chauffe un mélange binaire initialement dans une phase liquide, on sait qu'il va passer en phase vapeur.
- Représentation des domaines des différentes phases en fonction de la température en ordonnée et d'une fraction en une espèce.
- On place les températures d'ébullition des produits purs.
- Pour un mélange, on remarque qu'en chauffant, on voit apparaître une première bulle de vapeur. On note la température. Puis on continue de chauffer jusqu'à voir la disparition de la dernière goutte de liquide. On note cette température sur la courbe.
- On reporte ces deux températures sur le diagramme jusqu'à obtenir une courbe de rosée et d'ébullition.
- Les définir et les commenter.

## 2.2 Mélange idéal

- Exemple du mélange Benzène-Toluène
- Leur structure très proche fait que les pptés du mélange ne vont que très peu diverger du cas pur.
- On voit l'apparition des deux courbes dans un fuseau fin.
- On part d'un mélange à 50% en molaire. Dire que la composition de la première bulle de vapeur se lit sur la courbe de rosée. On a alors 26% en toluène.

## 2.3 Écart à l'idéalité

- Diagramme eau-éthanol et acétone-chloroforme
- Remarquer croisement des deux courbes pour une fraction molaire donnée, qui donne un extremum en température d'ébullition. C'est un mélange dit azéotrope
- Quand on chauffe un tel mélange, il se comporte comme un corps pur

**Transition: Voyons comment on peut exploiter ces diagrammes pour augmenter la proportion en éthanol.**

# 3 Distillation

## 3.1 Distillation simple

- Présentation du montage
- Role des différents éléments
- Définir distillat et résidu
- Expliciter la composition du distillat à partir du binaire, et l'évolution de celle du résidu
- Montrer qu'on augmente la composition, mais qu'on est toujours bien loin des 80% en partant de 4%

## 3.2 Distillation fractionnée

- Présentation du montage
- Expliquer que ça consiste à faire une succession de distillations simples (utiliser potentiellement la vidéo (1) )

- Montrer comment on parcourt le diagramme binaire
- Montrer qu'en s'arrêtant au bon endroit, on peut obtenir la fraction qu'on veut
- Remarque sur pourquoi l'alcool de pharmacie est à 96% : difficile de dépasser l'azéotrope

### 3.3 Efficacité de la distillation

- Réexpliquer le principe d'une mesure au réfractomètre
- Faire une courbe d'étalonnage de l'indice de refraction en fonction de la composition (pour  $x = 0, 4, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 96$  et 100%). On mesure les indices pour la distillation simple et de la fractionnée, afin d'en comparer les efficacités respectives. Au besoin rajouter de l'eau pour voir comment on se déplace sur la courbe et lever une éventuelle ambiguïté.

## Conclusion de la leçon

Ouvrir sur distillation sur plateau et pétrochimie, ou sur l'évaporateur rotatif qui fonctionne très bien en distillation simple, ou sur comment obtenir de l'éthanol vraiment pur en contournant l'azéotrope

## Remarques

- Evidemment revoir le théorème de l'horizontale et des moments
- Revoir les diagrammes solide-liquide
- Se refaire une culture sur le processus du whisky

## Bibliographie + BO term STL

- 1 Tout en un PC/PC\*, De Boeck
- 2 CR LC11 Cassandra pour les questions/remarques

# Manipulations, Ressources

- (1) Vidéo expliquant la distillation fractionnée comme une succession de distillations simples (timecodes dans [1]) :  
<https://www.youtube.com/watch?v=Z60yNB8V7Hc&t=246s>
- Protocole distillations et courbe d'étalonnage :

## Matériel et protocole

- Pour les distillations :
  - 4 supports élévateurs
  - 2 Chauffes ballons + agitateurs
  - 2 Bouilleurs (250 mL)
  - 2 Thermomètres
  - 2 Réfrigérants à eau
  - 1 Colonne de Vigreux
  - 2 Séparateurs de Pauli avec les erlenmeyers adaptables
  - Coton et Aluminium pour calorifuger
  - Eau
  - Ethanol absolu

On chauffe à 200 °C environ et on calorifuge bien. On place 150 mL dans un ballon de 250 mL en respectant une fraction molaire en éthanol de 4% soit environ 13% en volume, donc on met 19,5 mL d'éthanol et 130,5 mL d'eau.

Penser à séparer le tête de colonne du coeur avec le séparateur de Pauli pour ne pas avoir de mesure faussée par les impuretés.

Pour les mélanges eau-éthanol absolu :

- Eprouvette graduée de 10 mL
- Seringue pour prélever les petits volumes
- Pipettes jaugées en tout genre (2,3,5 mL)
- Petits béchers (penser à bien les boucher, l'éthanol étant très volatil.)
- Coton et pissette d'éthanol pour nettoyer le refractomètre
- Refractomètre
- Eau
- Ethanol absolu
- Pipettes pasteurs

On réalise des mélanges de différents pourcentages en volumes [0,10,13,20,30,40,50,60,70,80,90,100].

Penser à bien noter la température et à faire la correction correspondante à chaque prise de valeur d'indice de réfraction.