

Exemple 3 : la distillation et les diagrammes binaires

Auteurs : CANU Cécile, cecile.canu@gmail.com ; DARMA Vo-Ba, voba.darma@free.fr; FOURNIER Brigitte brigitte.fournier@ac-strasbourg.fr; Thanh Nguyen thanh_nguyenxuan@hotmail.fr; PRIEUR Jacques, jacques.prieur@ac-nantes.fr; RAMPAZZI Eve, erampazzi@orange.fr; RUFFIN Géraldine, f_ruffin@club-internet.fr

Cette ressource s'intéresse à un procédé : la **production du whisky**.

C'est une ressource accessible à tous les lycées même ceux ne disposant pas d'atelier de génie des procédés.

Certaines parties de la ressource permettent toutefois une réflexion plus poussée si le professeur dispose d'un atelier de génie des procédés.

Autant que possible les professeurs enseignant en SPCL se rattacheront à des procédés déjà présents dans leur établissement et proposeront une démarche expérimentale.

Mais l'idée de cette ressource est de proposer une base qui soit **accessible à tous** (vidéos, documents et matériel de laboratoire de chimie). Elle ne repose donc pas sur un **procédé expérimental de grande envergure** (comme une colonne de distillation en atelier de génie des procédés) qui risquerait de ne pas être exploitable à moins de disposer du même dispositif dans son propre établissement... Elle est cependant basée sur un procédé réel : la production du whisky.

Procédé étudié : la fabrication du whisky

Les points suivants seront abordés dans cette ressource :

- une étude sociétale et économique du whisky ;
- une étude d'un procédé de fabrication ;
- des mélanges de concentrations différentes entrent-ils en ébullition à la même température ?
- comment prévoir la composition du distillat obtenu ?
- l'amélioration de la qualité du distillat.

Poursuites possibles :

- 1) La mécanique des fluides peut être abordée dans cette étude en considérant une pompe (qui pourrait être utilisée à un certain moment du procédé par exemple).
- 2) La notion de flux thermique peut elle aussi être envisagée dans le cas d'un refroidissement d'un liquide par un autre liquide (les échanges thermiques liquide-vapeur ne sont pas au programme)
- 3) Cette ressource traite du whisky mais on peut considérer une autre production d'alcool (armagnac, eau de vie ...). La visite d'une installation industrielle est fortement recommandée.

1. Étude sociétale et économique (2h)

Compétences liées à cette partie :

- S'approprier
- Valider
- Communiquer

a. La production du whisky dans le monde

L'objectif de cette partie est de mettre en évidence les éléments qui permettent de comprendre la réaction de la Scotch Whisky Association à la mise sur le marché d'un whisky de synthèse.

Document : extrait de « Géopolitique du whisky »

La mise sur le marché, en cette fin 2011, d'un whisky de synthèse, sans alcool, par une compagnie américaine, a provoqué la colère de la puissante Scotch Whisky Association qui se pose en gardienne

du "vrai Scotch Whisky". On ne saurait en effet considérer cette boisson comme un simple spiritueux. Tout comme la vodka ou le rhum, le whisky haut de gamme renvoie à un imaginaire, à une géographie et à des représentations culturelles qui lui sont propres. Il n'échappe cependant pas à la mondialisation, loin s'en faut. "Contrairement aux idées-reçues, on ne distille pas du whisky uniquement en Écosse, en Irlande, aux États-Unis et au Canada, mais sur tous les continents, et parfois même depuis près d'un siècle", rappelle Thierry Bénitah, directeur général de La Maison du Whisky.

Extrait de l'article « Géopolitique du whisky »

Par Jean-François Fiorina, directeur de l'École Supérieure de Commerce de Grenoble

Définir le terme spiritueux à partir du document précédent.

À partir des deux documents ci-dessous, expliquez en quinze lignes maximum, pourquoi le whisky renvoie à un imaginaire, à une géographie et à des représentations culturelles qui lui sont propres.

Document : extrait de « Géopolitique du whisky »

La paternité du whisky est revendiquée depuis toujours tant par les Irlandais que les Écossais. Ces derniers, se fondant sur des traces écrites remontant à 1494, estiment en être à l'origine, tandis que les Irlandais affirment avoir hérité le procédé de distillation alcoolique de saint Patrick, soit dès le Ve siècle. En effet, des missionnaires irlandais accompagnant leur futur saint patron auraient rapporté d'Égypte des alambics servant à la fabrication de parfums et du *Khôl*, le fard à paupières de l'époque. Apparu au Moyen âge, le mot alcool vient d'ailleurs de l'arabe *al khôl*. Les Irlandais adaptèrent la technique de la distillation pour produire les premières eaux-de-vie (*uisce beatha* en gaélique), cependant bien éloignées du whisky actuel. Le breuvage est alors une sorte de mélasse à base d'herbes et de miel produite à des fins médicinales. La boisson séduit tout de même et connaît d'ailleurs un franc succès. Lorsque le roi d'Angleterre Henri II envahit l'Irlande en 1169, ses armées adoptent rapidement le spiritueux. La légende raconte que son nom ne fut jamais correctement prononcé par l'envahisseur et que le terme *uisce* fut transformé en *fuisce*, puis en *uiskie* et enfin en *whiskie*. Le problème est qu'aucune trace écrite ne vient confirmer la version irlandaise. Les Écossais peuvent donc clamer que c'est leur savoir-faire original qui leur a permis de concevoir le whisky sous sa forme actuelle. Pour eux, sans nul doute, les Irlandais ont copié. Les lois promulguées par les Anglais au XVIIe siècle, interdisant aux Irlandais de distiller, bénéficièrent aux Écossais qui développèrent dès lors une forte industrie du whisky. Il est très probable que les Écossais n'aient alors fait qu'améliorer l'eau-de-vie irlandaise en modernisant l'art de la distillation. Mais avec quel succès ! Au-delà des représentations historiques, il reste que l'Écosse domine aujourd'hui l'univers du whisky, au point que le pays et le produit semblent se confondre. Dave Broom, auteur du récent *Atlas mondial du whisky*, raconte : "Un jour, en Tunisie, fatigué de devoir expliquer en français où se trouvait l'Écosse, j'ai laissé échapper "Whisky !" : Mes interlocuteurs comprirent sur-le-champ que l'étranger que j'étais venait de "Scotch-land". Scotch désigne donc à la fois un style de whisky et un pays." Le whisky est bien plus qu'une boisson pour l'Écosse : elle fait partie de son identité culturelle et nationale. Pourtant, on n'a jamais autant distillé de whiskies hors Écosse qu'aujourd'hui.

Extrait de l'article « Géopolitique du whisky »

Par Jean-François Fiorina, directeur de l'École Supérieure de Commerce de Grenoble

Document : extrait de « Les hommes du whisky » ; la Maison du Whisky, <http://www.whisky.fr/histoire-du-whisky/>

Le whisky doit une grande part de son succès à l'inspiration de quelques figures emblématiques. Pour certaines, leur rapport à l'histoire oscille entre le mythe et la réalité. Bien que rien n'atteste historiquement ce fait, les Irlandais attribuent unanimement au plus célèbre de leurs moines

évangélistes, **Saint Patrick**, la paternité du whisky. Les Écossais se contentent de rappeler que saint Patrick était natif d'Écosse. Mille cinq cents ans après ce saint homme, un autre religieux, le moine **Magnus Eunson**, fondateur de la distillerie Highland Park des îles Orcades, rappelait encore par ses illustres faits de contrebande l'attachement endémique des Écossais pour leur nectar national.

Les États-Unis possèdent eux-aussi leur "saint" fondateur en la personne du révérend **Elijah Craig** à qui ils associent l'invention du bourbon. De source moins contestable, certains hommes orientèrent de manière providentielle le cours de l'histoire du whisky. On compte parmi eux **Aeneas Coffey**, inventeur de génie, qui donna son nom à l'alambic *patent still* et permit à l'Écosse de dominer le monde du whisky. L'Écosse doit également beaucoup à **Andrew Usher** qui sut utiliser le *patent still* afin de réaliser les premiers blends de qualité.

À partir du document ci-dessous, citer les principaux pays producteurs de whisky. Donner quelques caractéristiques différenciant ces whiskies.

Document : les principaux pays producteurs de whisky

L'Écosse

Il s'agit du pays le plus connu avec 1,5 milliards de bouteilles produites par an. Ce chiffre représente les deux tiers de la production mondiale. Les Lowlands, la presqu'île de Campbeltown, le Speyside (la moitié des distilleries du pays sont implantées dans cette région), les Highlands (région englobant le nord de l'Écosse, y compris les îles) et enfin l'île d'Islay constituent les 5 régions d'Écosse productrices de whisky. Chacune possède ses spécificités. L'Écosse produit des whiskies du type Single Malt & Blend.

Le Japon

Le Japon est le 4^{ème} producteur de whisky au monde. Le Japon produit du whisky depuis plus de 90 ans. La méthode de production japonaise est basée sur le modèle écossais, leurs produits sont par conséquent des whiskies typés Single Malt et Blend très réputés sur le marché en raison d'une qualité d'eau très pure, comme en Écosse. Le Japon a pris une longueur d'avance en matière de blend whiskies, grâce notamment au whisky "Hibiki", qui a remporté plusieurs années de rang le titre de meilleur Blend au monde, pour ses whiskies de 30 et 21 ans.

Les États-Unis et le Canada

L'Amérique du Nord produit des bourbons, un whisky à base de maïs avec des méthodes d'élaboration très propres aux Américains. Le Tennessee se différencie du bourbon grâce au "Lincoln County Process", une filtration à travers une couche de 3 mètres de charbon d'érable. (whisky Jack Daniels)

L'Irlande

Ce pays se caractérise par une triple distillation du whisky avec l'utilisation d'orge à la fois maltée et non maltée. Léger, floral et fruité sont des qualificatifs destinés aux whiskies irlandais, avec un arôme libre de tout goût fumé.

Autres pays producteurs de whisky

La France, l'Allemagne et la Suède sont des producteurs de whisky importants en Europe.

L'Inde (whisky Amrut), Taïwan (whisky Kavalan), l'Australie et la Nouvelle-Zélande comptent parmi les producteurs de whisky de qualité.

D'après <http://www.larvf.com/>

À partir des documents ci-dessous énumérer les ingrédients essentiels pour la préparation d'un whisky.

Document : De l'eau, de l'orge et du temps...

Des céréales, de l'eau pure en abondance, un système de distillation, des tonneaux : la fabrication du whisky, comme de toute eau-de-vie, est assez simple dans son principe comme dans ses ingrédients et les équipements qu'elle nécessite. L'orge est la céréale la plus intéressante pour élaborer du whisky. Car elle est très riche en amidon capable de se transformer en sucres fermentescibles. Par ailleurs, l'enveloppe qui entoure chaque grain constitue un filtre naturel une fois le brassage terminé. Enfin, c'est la céréale qui résiste le mieux au froid, arrivant à pousser dans les zones les plus septentrionales où les autres ne réussissent pas à se développer, comme les Highlands par exemple. Aussi l'orge est toujours présente quel que soit le type de whisky fabriqué. Même pour distiller le whisky de grain, il faut toujours ajouter un peu d'orge maltée afin de faciliter les opérations. Pour être utilisable, l'orge doit être transformée en malt : une fois récoltée, l'orge est mise à germer pendant une semaine, puis va être séchée. C'est à ce stade qu'intervient la tourbe, du moins en Écosse. Traditionnellement, le séchage (appelé touraillage) est réalisé sur des feux de tourbe, parfois complètement, parfois en partie, où elle est associée à du charbon, dans des fours surmontés de cheminées en forme de pagode, les «kilns». De nos jours, avec l'industrialisation, le maltage occupe tout un pan de l'industrie du whisky avec ses malteries industrielles qui satisfont une grande partie des besoins spécifiques de chacun [...]. A noter que le séchage peut être totalement réalisé sans tourbe, c'est d'ailleurs aujourd'hui le cas le plus fréquent. D'autres céréales sont également utilisées, comme le blé, le maïs, le seigle, voire l'avoine, pour élaborer des whiskies dits «de grain», ou encore les whiskeys américains.

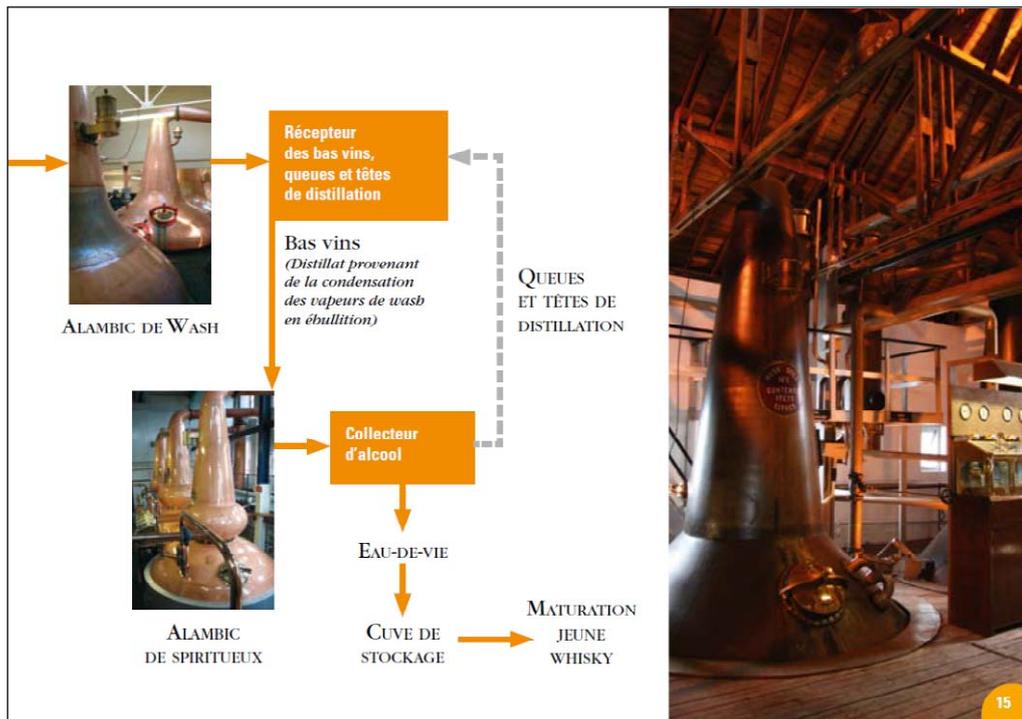
D'après le guide du whisky Dugas (Paris)

Document : Le malt

Le malt est l'ingrédient majeur après l'eau, bien qu'il ne soit pas le seul déterminant. Son utilité dans le brassage est multiple : il apporte du corps, des sucres fermentescibles, des sucres complexes, des acides aminés ainsi que d'autres nutriments pour les levures, du goût et de la couleur.

D'après <http://www.brassage.domainepublic.net>

Commenter les schémas ci-dessous et mettre en évidence quatre étapes essentielles de la fabrication du whisky. Celles-ci seront revues en détail par la suite.



Documents extraits du guide du whisky Dugas (Paris)

b. Effets du whisky sur la santé

À partir des documents suivants présenter avec une argumentation en dix lignes maximum les effets de l'alcool sur la santé et en particulier celui du whisky.

Document :

Certaines études ont prouvé qu'un verre de vin rouge ne faisait pas de mal. Pourquoi? Le vin rouge est riche en polyphénols, des antioxydants retardant le vieillissement des cellules et bons pour le cœur. Le whisky, lui, n'est pas particulièrement riche en polyphénols. «Rien ne prouve donc que le whisky soit bon pour le cœur mais en même temps, un verre de whisky n'est pas mauvais, confesse Gérard Boxho, cardiologue. Tout dépend de la quantité ingérée. Si elle se limite à une dose normale comme dans les bistrots, elle ne saurait pas être nocive. Tout est une question de dosage.»

D'après <http://www.lavenir.net/>

Document :

Si l'on considère uniquement la santé cardiovasculaire, la dose bénéfique pour le cœur est comprise entre 1 à 2 verres par jour pour les femmes et 1 à 3 verres par jour pour les hommes, en respectant une journée par semaine sans **alcool**. Or l'alcool est aussi cancérigène. A fortes doses, la consommation d'alcool accroît le risque de cancer de la gorge, des voies digestives et du foie. Et même à faibles doses, l'alcool augmente le risque de cancer du sein notamment, même à raison d'un simple verre tous les jours. C'est ainsi qu'au final, les effets cancérigènes de l'**alcool** contrecarrent fortement les bénéfices au niveau du cœur. La dose bénéfique d'alcool pour la **santé globale** n'est donc plus que de 1 à 6 verres par semaine.

D'après <http://www.e-sante.fr/vrai-faux-sur-alcool/actualite/355>

Document :

Tous les alcools ne seraient pas égaux lorsqu'il est question de prévenir les troubles cardiaques : le vin rouge et la bière seraient préférables au vin blanc et au whisky.

C'est ce qu'ont découvert des chercheurs grecs qui ont comparé l'effet de quatre types d'alcools sur les fonctions internes du cœur de 83 participants en bonne santé.

Branchés à un appareil mesurant la pression sanguine, les participants devaient boire une quantité d'alcool, selon la boisson qui leur était désignée : vin rouge (264 ml), vin blanc (264 ml), bière (633 ml) ou whisky (79 ml). Les participants du groupe témoin avaient droit à 250 ml d'eau.

Parallèlement, des échantillons sanguins ont été recueillis avant l'expérience ainsi que quatre heures après la consommation d'alcool. Ceux-ci ont permis de mesurer la réaction de certaines protéines qui jouent un rôle soit dans la coagulation sanguine ou encore dans l'agrégation des plaquettes du sang, soit dans la régulation de l'inflammation.

Selon les résultats, le vin rouge a amélioré la fonction du tissu endothélial qui recouvre la paroi interne du cœur et des vaisseaux sanguins. Le vin rouge permettrait donc un plus grand flux dans les artères et les vaisseaux sanguins sans en modifier les capacités coagulantes. Ces bienfaits ont aussi été observés chez les buveurs de bière et de vin blanc, mais dans une moindre mesure. Le whisky et l'eau n'ont provoqué aucune modification.

Autre avantage du vin rouge : il est le seul des alcools utilisés à ne pas avoir réduit la capacité de coagulation du sang, en maintenant le taux d'inhibiteurs appelés plasminogènes. D'après les chercheurs, cela signifie que d'autres composantes que l'alcool, contenues dans le vin rouge, participeraient à la protection de la fonction cardiaque.

Par ailleurs, le vin rouge et la bière ont permis de diminuer le taux de protéines nécessaires à l'agrégation des plaquettes, ce qui préviendrait les dommages au tissu endothélial.

L'effet protecteur de l'alcool sur la santé du cœur diffère donc selon le type que l'on consomme. Mais cet effet ne prévaut que si on le consomme avec modération, soit deux verres ou moins par jour. « Au-delà de cette quantité, les effets observés s'inversent », avertissent les chercheurs.

Martin LaSalle – <http://www.passeportsante.net>

c. Perspectives pour la fabrication d'un biocarburant

Rechercher la définition d'un biocarburant.

Quels sont les avantages du carburant écologique élaboré à partir de deux produits découlant de la fabrication du whisky ?

Document :

Après deux années de recherche, une équipe de scientifiques écossais dirigée par Martin Tangey, directeur du Centre de recherche de l'Université Napier d'Edimbourg, a mis au point un biocarburant fabriqué à partir de dérivés du whisky.

La transformation du whisky en biobutanol

Le biobutanol est fabriqué à partir de la fermentation des sucres présents en grande quantité dans deux sous produits découlant de la fabrication du whisky : le « pot ale », résidu liquide restant dans les alambics de cuivre après la première distillation, et le « draff » issu du brassage d'orge et d'eau.

Cette découverte suscite un intérêt légitime au moment où certains biocarburants dits de 1^{ère} génération peuvent être controversés

Le biobutanol utilise des déchets et ne nécessite donc pas de culture particulière. Il se classe parmi les biocarburants dits de 2^{ème} génération. Autre atout, il possède un pouvoir calorifique supérieur à celui de l'éthanol (34 MJ/kg contre 27 MJ/kg) et présente également l'avantage de se mélanger à l'essence ou au gazole sans avoir recours à des modifications sur les moteurs. Les scientifiques à l'origine de cette découverte estiment qu'il pourrait potentiellement permettre d'alimenter les avions en carburant.

La production de ce biocarburant s'effectue à partir de résidus inutilisables pour la fabrication du whisky. L'Écosse pourrait donc profiter de ce marché en pleine expansion pour devenir, outre le premier producteur de whisky au monde, un producteur important de biocarburant.

D'après <http://www.connaissancedesenergies.org/des-biocarburants-produits-partir-de-whisky>

Document :

Partout dans le monde, les biocarburants font l'objet de recherches intenses en raison du potentiel énergétique que représente la biomasse. Bien utilisée, la biomasse permettrait de réduire, et peut-être un jour de remplacer, la consommation de carburants pétroliers.

Les recherches poursuivent donc un triple objectif :

1) Limiter les importations d'énergies fossiles. Dans un pays comme la France, le montant de ces importations représentait plus de 60 milliards d'euros en 2011, soit l'équivalent du déficit de notre balance commerciale ;

2) Lutter contre le réchauffement climatique : produits localement, les biocarburants permettent de réduire de 25 à 90 % les émissions de gaz à effet de serre (GES) par rapport à l'utilisation d'un carburant produit à partir de pétrole. Leur généralisation devrait ainsi contribuer à atteindre l'objectif fixé par le Grenelle de l'environnement : diviser par quatre les émissions de GES d'ici 2050.

3) Diversifier les sources d'énergie pour anticiper la disparition inéluctable des ressources pétrolières.

La **première génération de biocarburants** a émergé il y a vingt ans. Son principe : utiliser des **plantes riches en sucre** (comme la betterave) ou en **amidon** (comme la pomme de terre) pour produire de l'éthanol. Celui-ci est ensuite mélangé à l'essence dans des proportions variables. Les **plantes riches**

en huile (comme le colza ou le tournesol) peuvent, quant à elles, être transformées en un biodiesel qui est mélangé au diesel classique, actuellement à hauteur de 5% du volume. Cette première génération pose problème car elle concurrence des usages comme l'alimentation et la papeterie. Les chercheurs travaillent actuellement au développement de biocarburants, dits de **deuxième génération**, issus des parties **non alimentaires des plantes**.

On utilise des rémanents forestiers (les parties des arbres non utilisés par l'industrie du bois), des résidus agricoles (comme les tiges de maïs), des cultures à croissance rapide (comme le peuplier et l'eucalyptus), ou des déchets organiques (par exemple les boues de stations d'épuration). Cette biomasse est ensuite convertie en éthanol ou biodiesel. La filière n'est pas encore prête pour une utilisation industrielle, mais des démonstrateurs existent ou sont en projet.

Une **troisième génération** de biocarburants est encore à l'état de recherche, notamment à cause de son fort coût de production, de sa consommation énergétique élevée et de son faible rendement. Elle utiliserait non pas des plantes, mais des **microorganismes** photosynthétiques, capables de produire naturellement des molécules à forte valeur énergétique.

D'après <http://www.cea.fr/jeunes/themes/les-energies-renouvelables/l-essentiel-sur-les-biocarburants>

d. Recherche documentaire non guidée pour dresser un panorama de l'aspect économique de l'industrie du whisky

À partir de recherches documentaires (documents dans ce dossier, livres, internet), dont vous indiquerez les références, dresser un panorama en vingt lignes maximum de l'aspect économique de l'industrie

2. Etude d'un procédé de fabrication du whisky (2h)

Objectif : On cherche à comprendre un procédé complexe, la production industrielle du whisky.

Compétences liées à cette partie :

- S'approprier
- Analyser
- Réaliser
- Communiquer

a. Étude documentaire

Grâce aux deux vidéos, replacer les étapes de fabrication dans l'ordre :

- Maltage
- Fermentation
- Distillation
- Vieillessement

b. Principe de la distillation

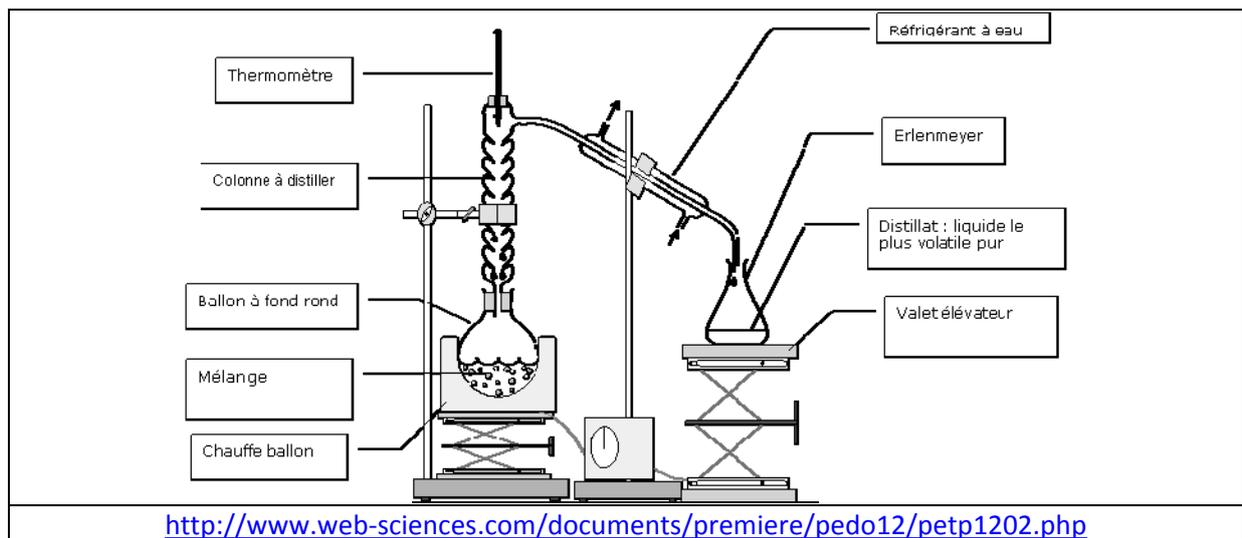
Lors de la distillation du wash, quels sont à votre avis les composés chimiques que l'on cherche à séparer ?

On sépare l'éthanol et l'eau.

Modélisation au laboratoire de chimie : Proposer un protocole opératoire facilement réalisable au laboratoire de chimie et qui permet de mettre en œuvre une étape de distillation du procédé de fabrication du whisky.

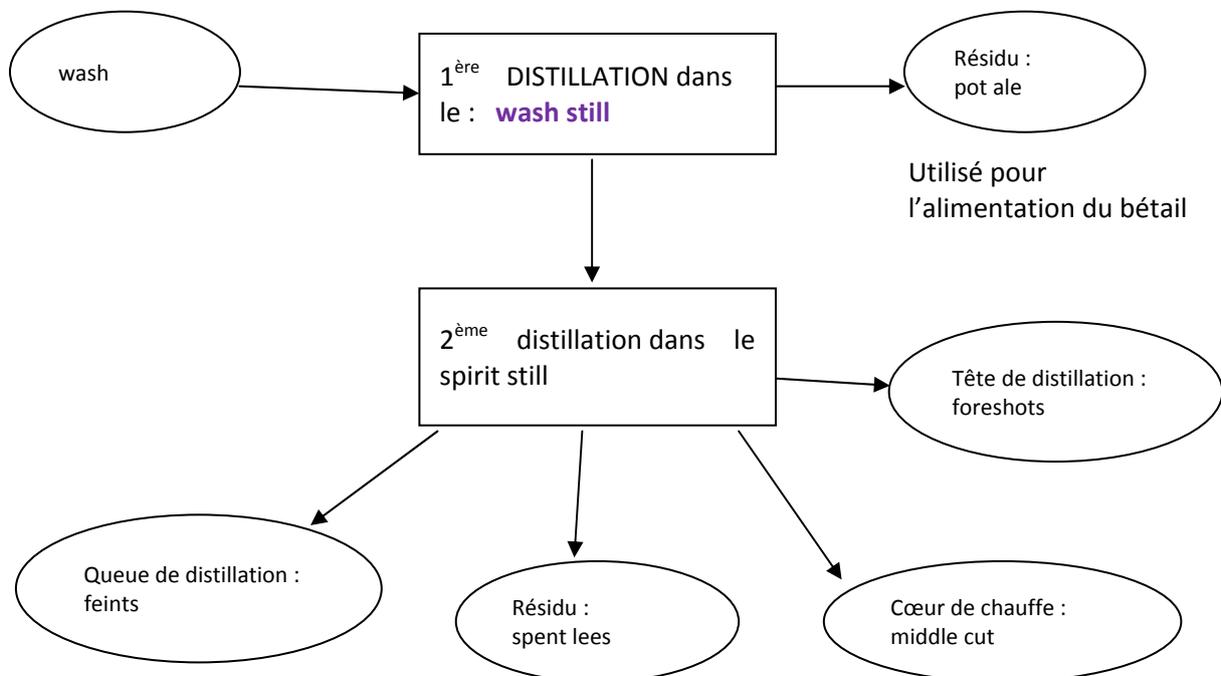
Il s'agit de réaliser la distillation fractionnée d'un mélange eau éthanol (d'un volume d'environ 250 mL) contenant initialement 13,0 % en volume d'éthanol.

Annoter le montage sur le document 2 :



Quelles mesures de sécurité faut-il prendre pour faire cette manipulation dans la suite de l'activité ? L'éthanol est inflammable, il ne faut pas l'approcher d'une source de chaleur (voir fiche INRS).

c. La double distillation du wash



- i. À l'issue de la seconde distillation, que fait-on de la tête de distillation ? A votre avis pourquoi ?
- ii. Les têtes de distillation titrent entre 72 et 80% en volume d'éthanol, elles sont redirigées dans le spirit still (avec les low wines provenant de la 1^{ère} distillation) pour subir une nouvelle distillation.
- iii. A l'issue de la seconde distillation, que fait-on de la queue de distillation ? A votre avis pourquoi ?
- iv. Les queues de distillation titrent en-dessous de 70% en volume d'éthanol et sont riches en composés aromatiques, elles sont également redistillées avec la charge de low wines suivantes. Dans les 2 cas, les raisons de ces nouvelles distillations sont économiques.

3. Résumé du système étudié

Entrée : <i>céréales</i>	Sortie : Whisky de qualité contrôlée
Besoin : production annuelle suffisante à qualité constante	

4. Des mélanges de concentrations différentes entrent-ils en ébullition à la même température ? (durée : 2h)

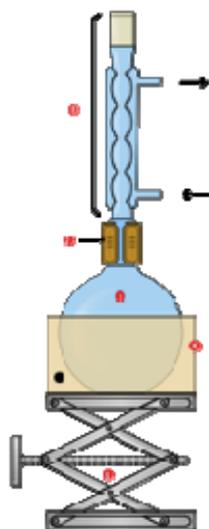
a. Détermination de la température d'ébullition de mélange de compositions différentes

Compétences liées à cette partie :

- Analyser
- Réaliser
- Communiquer

Proposer un protocole qui permet de répondre au titre de cette partie grâce au matériel mis à votre disposition.

Chaque binôme disposera d'un mélange différent éthanol – eau de composition à **analyser par réfractométrie**.



: http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Chauffage_a_reflux.png

Protocole :

- Mesurer l'indice de réfraction du mélange de départ en notant la température de mesure.
- Introduire un volume convenable du mélange dans votre ballon bicol.
- Réaliser un montage à reflux (un thermomètre plonge dans le mélange liquide du ballon)
- Chauffer pour observer l'ébullition et noter ainsi la température d'ébullition.
- Arrêter le chauffage.

Définition du titre molaire (ou fraction molaire) : la fraction molaire d'un composé A dans un mélange correspond à la proportion molaire de celui-ci. Une fraction molaire est donc sans unité.

NB : La fraction massique n'est pas exigible mais on peut la mentionner.

Expliquer à quoi correspond la « température d'ébullition ».

La température d'ébullition d'un mélange est la température à laquelle apparaît la 1ère bulle de vapeur.

b. Exploitation graphique des résultats expérimentaux

Grâce à vos résultats ainsi que ceux des autres groupes, remplir le tableau suivant.

Grandeur mesurée : indice de réfraction n du mélange de départ	1,337								
Titre molaire en éthanol dans le mélange de départ (%)	4,0								
T _{ébullition} du mélange (en °C)	90,5								

Grâce au tableur mis à votre disposition, tracer une courbe qui permet de répondre à la question «**des mélanges de concentrations différentes entrent-ils en ébullition à la même température ?**»

Répondre alors à la question: des mélanges de concentrations différentes entrent-ils en ébullition à la même température ?

On voit alors que la température d'ébullition d'un mélange dépend de sa composition, donc du titre molaire en éthanol dans le mélange liquide initial.

5. Comment prévoir la composition du distillat obtenu ? (durée : 2h)

a. Tracé de la courbe de rosée

Compétences liées à cette partie :

- Analyser
- Valider
- Communiquer

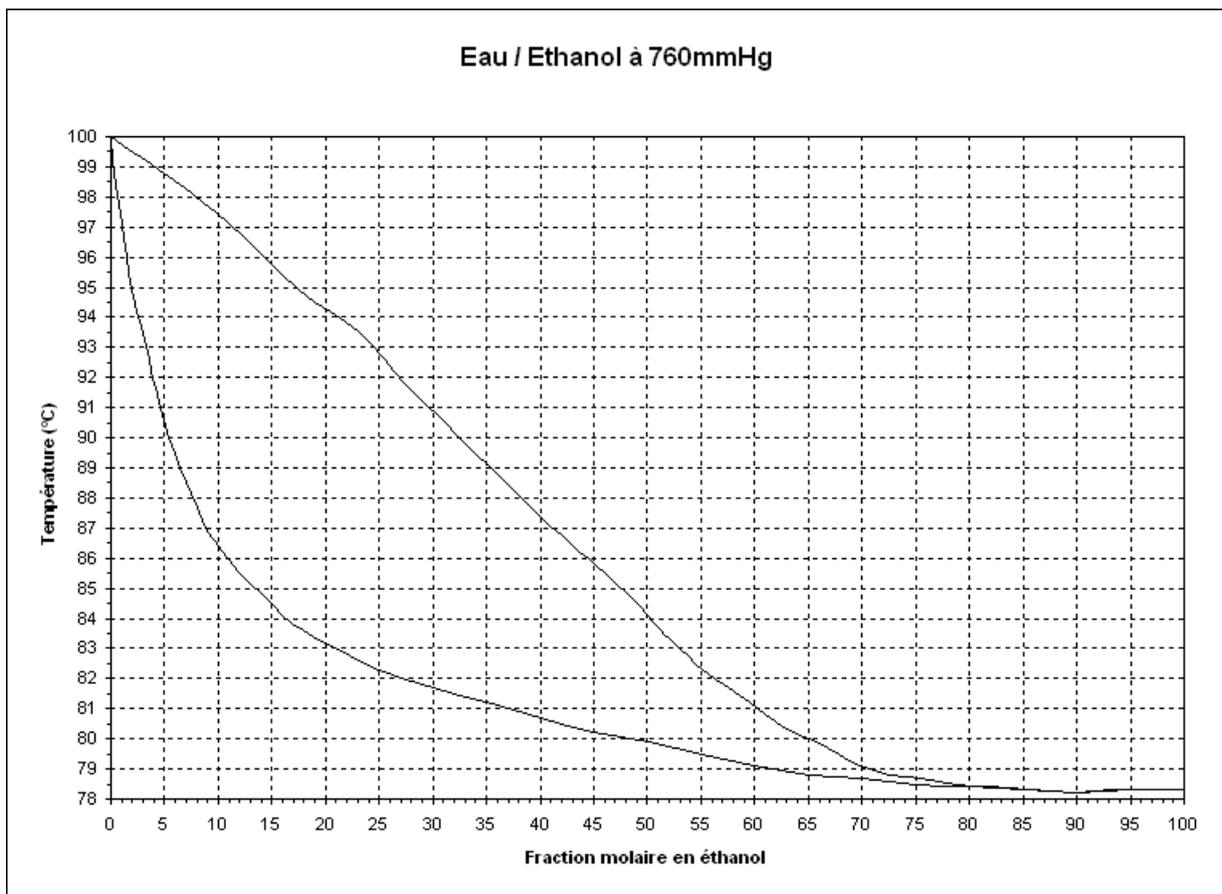
Expliquer à quoi correspond la « température de rosée ».

C'est la température à laquelle apparaît la 1ère goutte de liquide lors du refroidissement d'une vapeur.

Grâce aux valeurs du tableau et à un logiciel de tableur, tracer la courbe représentant la température de rosée du mélange en fonction du titre molaire en éthanol de la vapeur : $T_{\text{rosée}} = f(y_{\text{éthanol}})$ sur le même graphique que la courbe d'ébullition tracée précédemment.

Comparer cette courbe dite « courbe de rosée » à la courbe d'ébullition. Que peut-on dire ?

Elles ne se superposent pas. Cela signifie que l'ébullition d'un mélange binaire ne se fait pas à température constante (contrairement aux changements d'état des corps purs qui se font à température constante).



b. Utilisation des courbes

Pour votre mélange précédent, repérer la température d'ébullition :

Pour un titre molaire en éthanol dans le mélange liquide initial de $x_{\text{éthanol}} = 4,0\%$, on doit obtenir environ $T_{\text{eb}} = 90,5^{\circ}\text{C}$. Cette composition molaire représente celle du wash.

Pour cette température d'ébullition, déterminer la composition de la vapeur formée (c'est-à-dire le titre molaire $y_{\text{éthanol}}$).

Soit on lit la composition sur la courbe de rosée : en suivant l'exemple précédent à $90,5^{\circ}\text{C}$, on lit $y_{\text{éthanol}} = 32\%$. Soit on effectue la mesure de l'indice de réfraction d'un mL de distillat récupéré (montage de distillation fractionnée à effectuer) et on remonte à son titre molaire en éthanol.

Comparer la composition de la vapeur par rapport à la composition du mélange initial.

La fraction molaire en éthanol est plus importante dans la vapeur que dans le mélange liquide initial.

Reprendre les deux questions précédentes avec un mélange dont la composition molaire en éthanol vaut 60 %.

$T_{\text{eb}}(\text{pour } x = 0,60) = 79^{\circ}\text{C}$ et on lit une composition $y_{\text{éthanol}} = 70\%$ en éthanol pour la vapeur formée. La vapeur formée est donc plus riche en éthanol que le mélange initial.

Remarque : le théorème des moments chimiques est hors programme, de même pour la notion de plateau théorique d'équilibre.

Conclusion : la vapeur s'enrichit en éthanol (c'est-à-dire le composé le plus volatil)

c. Quelles sont les autres informations apportées par ce graphique ?

Cette partie propose quatre activités qui peuvent être présentées sous forme de cartes donnant lieu à une réflexion de la part des élèves. On peut diviser la classe en plusieurs groupes n'ayant pas la même carte. Les élèves présentent ensuite leurs résultats à la classe.

<p>Activité n°1</p> <p>Indiquer sous quelle(s) forme(s) se trouve un mélange eau-éthanol à $T = 90^{\circ}\text{C}$ pour une fraction molaire en éthanol qui vaut $x = 30\%$.</p>	<p>Activité n°2</p> <p>Dans une colonne de distillation d'un mélange éthanol – eau, il y a plusieurs capteurs tout au long de la colonne et l'un d'eux indique une température de 84°C. Que trouve-t-on (phases et compositions) à cet endroit de la colonne ?</p>
<p><i>Il sera sous forme de liquide et de vapeur. On parle de mélange liquide-vapeur.</i></p>	<p><i>À 84°C, on trouve une phase vapeur contenant de l'éthanol, le composé le plus volatil, à la fraction : $y = 51\%$; et une phase liquide contenant de l'éthanol à la fraction : $x = 17\%$.</i></p>
<p><u>Poursuite possible :</u> Pour les établissements disposant de hall de génie des procédés : effectuer ces mesures sur une colonne de demi-grand. Prises de températures et d'échantillon le long de la colonne et comparaison des titres en composé le plus volatil (titres qui augmentent en montant dans la colonne).</p>	
<p>Activité n°3</p> <p>Comparer l'allure des graphiques du mélange éthanol – eau et celui méthanol – eau (document 8). Quelle différence peut-on observer ? Quel est le composé le plus volatil dans chaque cas ?</p>	<p>Activité n°4</p> <p>Dans le cas de la distillation du wash (assimilé ici à un mélange éthanol – eau à 4 % molaire environ en éthanol), quelle sera la composition en éthanol maximale possible dans le distillat récupéré ?</p>
<p><i>Le diagramme isobare eau-méthanol comporte un fuseau simple sans intersection entre la courbe de rosée et la courbe d'ébullition alors que le graphique obtenu pour le mélange eau-éthanol présente une intersection.</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <i>Cas eau-éthanol : le composé le plus volatil est l'éthanol car sa température d'ébullition est plus basse que celle de l'eau.</i> <i>Cas eau-méthanol : le composé le plus volatil est le méthanol car sa température d'ébullition est plus basse que celle de l'eau.</i> 	<p><i>On peut tracer les plateaux théoriques (mais sans citer le terme) pour voir l'abscisse obtenue. Le titre molaire en éthanol dans le distillat maximal possible se situe à $x = 96\%$. Celui-ci ne sera pas atteint dans un alambic mais plutôt dans une colonne qui a un pouvoir de séparation plus élevé (colonne garnie assez élevée par exemple).</i></p>

Conclusion :

En partant d'un mélange binaire à 4% molaire en éthanol, une distillation fractionnée donnera lieu au mieux à un distillat titrant à 96% molaire en éthanol. Il y a une limitation due à la présence d'un azéotrope.

On donne alors la définition d'un azéotrope :

Un mélange azéotrope ou azéotropique est un mélange liquide qui bout à température fixe en gardant une composition fixe. Il présente, pour une composition particulière, une phase vapeur ayant la même composition que la phase liquide avec laquelle elle est en équilibre.

Un moyen de produire un distillat plus riche en éthanol sera d'effectuer une distillation sous pression variable ou d'utiliser un tiers corps.

cf : http://fr.wikipedia.org/wiki/Distillation_az%C3%A9otropique

Remarque : la notion d'hétéroazéotrope est hors programme.

6. Amélioration de la qualité du distillat (durée : 2h)

Problématique : Pourquoi les distilleries de whisky font elles le choix d'utiliser un alambic ?

a. Importance du dispositif de distillation

Pourquoi effectuer la distillation du *wash* dans un alambic plutôt que dans un montage de distillation simple?

Distillation simple :

La distillation simple permet d'obtenir un titre en composé le plus volatil (l'éthanol) dans le distillat relativement faible. On a établi dans les questions précédentes : pour un mélange liquide de départ de 4% molaire en éthanol, on obtient au maximum une première bulle de vapeur (donc goutte de distillat) qui a pour titre molaire éthanol de 32%.

Or, au fur et à mesure du temps le bouilleur s'appauvrit en éthanol et le titre en éthanol des gouttes de distillat s'appauvrit aussi.

Distillation fractionnée en alambic :

La distillation en alambic permet d'obtenir plusieurs vaporisations/condensations successives au sein du col de l'alambic. Ceci permet alors un échange de matière entre le liquide et la vapeur : aussi le titre molaire en éthanol dans le distillat sera plus élevé que pour une distillation simple.

Il ne faut pas non plus utiliser des alambics trop « performants » d'un point de vue pouvoir de séparation car l'objectif d'un whisky n'est pas de titrer à 96% molaire en éthanol !

b. Distillation fractionnée : importance du choix de la colonne

Influence des paramètres géométriques

Le but est d'étudier la qualité du distillat ($x_{distillat}$) en fonction de la colonne de distillation disponible au laboratoire.

Protocole expérimental

Pour cela, chaque groupe doit séparer par distillation fractionnée un mélange eau – éthanol de 250mL à 4% molaire en éthanol. Chaque groupe dispose de verrerie de distillation fractionnée. Les caractéristiques géométriques des colonnes de distillation sont différentes d'un groupe à l'autre. Chaque groupe doit récupérer environ **10 mL de distillat**.

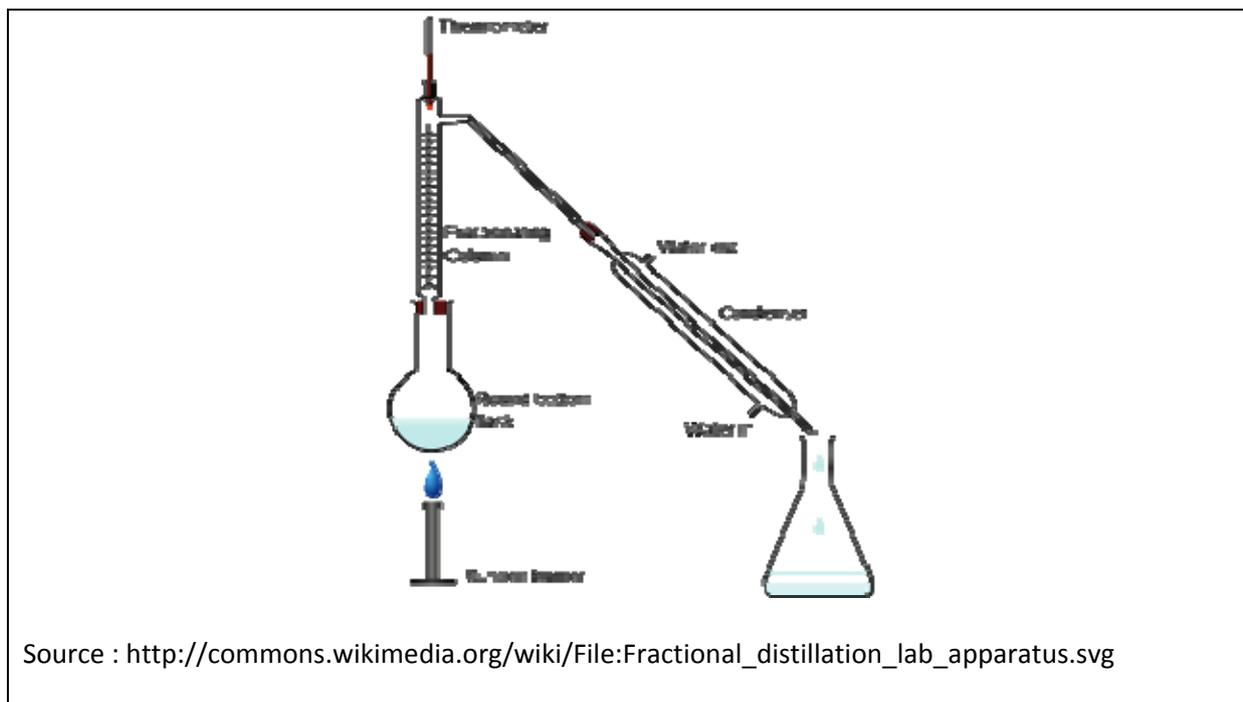
Remarque : le volume doit peu varier d'un groupe à l'autre car la composition des gouttes de distillat évoluant au cours du temps, il faut comparer des volumes identiques.

Rédiger le protocole de distillation et préciser les caractéristiques géométriques de la colonne utilisée.

Faites valider le protocole par le professeur.

Si vous avez besoin d'aide, le professeur vous donnera des indices.

On utilise cette fois une colonne de distillation. La hauteur, le type de la colonne peuvent varier d'un groupe à l'autre.



Réaliser la distillation du mélange eau – éthanol et conserver le distillat.

Analyse du distillat

Proposer un protocole permettant de vérifier la qualité du distillat.

Faites valider le protocole par le professeur.

Si vous avez besoin d'aide, le professeur vous donnera des indices.

On détermine la fraction molaire en éthanol du distillat obtenu par mesure de l'indice de réfraction.

Analyser le distillat et noter la fraction molaire en éthanol.

Conclusion

Regrouper les valeurs obtenues avec les autres groupes dans un tableau qui fera figurer la hauteur, le **type de colonne** et la fraction molaire en éthanol.

Conclure.

Plus la hauteur de la colonne est grande, plus le distillat est riche en éthanol.

La colonne Vigreux offre un meilleur pouvoir de séparation qu'un réfrigérant droit.

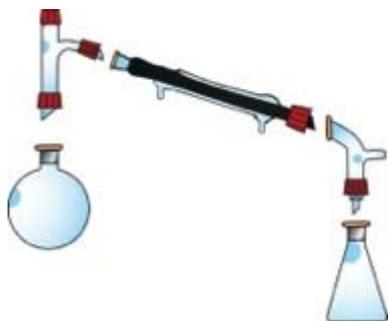
Poursuite possible :

Pour les établissements disposant de hall de génie des procédés : à partir du même mélange de départ, montrer que la distillation en colonne semi-industrielle est plus performante qu'une distillation simple effectuée en laboratoire.

c. Influence de la pression sur la distillation

Il est parfois possible de réaliser des distillations sous pression réduite.

Schéma de montage de distillation sous pression réduite



Source : jeulin.fr

Identifier et nommer la verrerie qui permet de réduire la pression dans le dispositif.

allonge à distiller permettant d'être reliée à une pompe (ou trompe à eau) avant d'être fixée à l'erlenmeyer rodé

La distillation sous pression réduite

Lorsque l'un des composés possède une température d'ébullition élevée, il est courant de procéder à une distillation sous pression réduite. L'abaissement de la pression, va diminuer la température d'ébullition et rendre la distillation plus facile à réaliser.

Source : www.lachimie.fr/organique

À partir du texte ci-dessus, proposer un avantage possible d'une distillation sous pression réduite.

Elle permet d'abaisser la température d'ébullition et de réaliser ainsi des économies sur le chauffage.

7. Mise en œuvre industrielle

Gestion de l'eau

Justifier l'emplacement des distilleries écossaises sur la carte.

Proches des cours d'eau ou de la mer car nécessité de grandes quantités d'eau pour refroidir ou pour introduire directement (eau de rivière) dans le mélange.

Au laboratoire, est-il nécessaire d'imposer un débit d'eau maximal sur le condenseur ?

Le débit n'a pas besoin d'être forcément très élevé il suffit juste que les vapeurs subissent un changement d'état : c'est à dire ici qu'elles passent sous forme liquide. Il y a un débit optimal à trouver.

Dispositif industriel

Sur les documents ci-dessous, identifier le bouilleur, la colonne à distiller et le réfrigérant.



Réfrigérant

Colonne à distiller : col de l'alambic

Bouilleur, ou alambic ici

Source : <http://maltsethoublons.com>