

## Expérience 2 : Purification de produits chimiques par distillation

### Écrit par:

Dagan Awaleh, 300071245

Britany Mbangi, 300082866

### Démonstrateur:

Didier A. Bilodeau

Section Z01

30 Janvier 2019

Département de chimie

**Université d'Ottawa**

**Protocole:**

Voir manuel de laboratoire pages 6 à 8.

**Observations, données et résultats:**

Nous avons pu observer (min 4, max 6):

1. Des bulles de gaz remontant le long du réfrigérant
2. Le thermomètre devenir brumeux
3. La hausse constante de température puis sa diminution
4. Des gouttes de liquide dans la partie supérieure du réfrigérant
5. Le réfrigérant passer d'une couleur blanche presque opaque à transparent
6. Un peu de liquide dans le ballon récepteur après la distillation simple

**Tableau 1: Température en fonction du volume lors de la distillation simple**

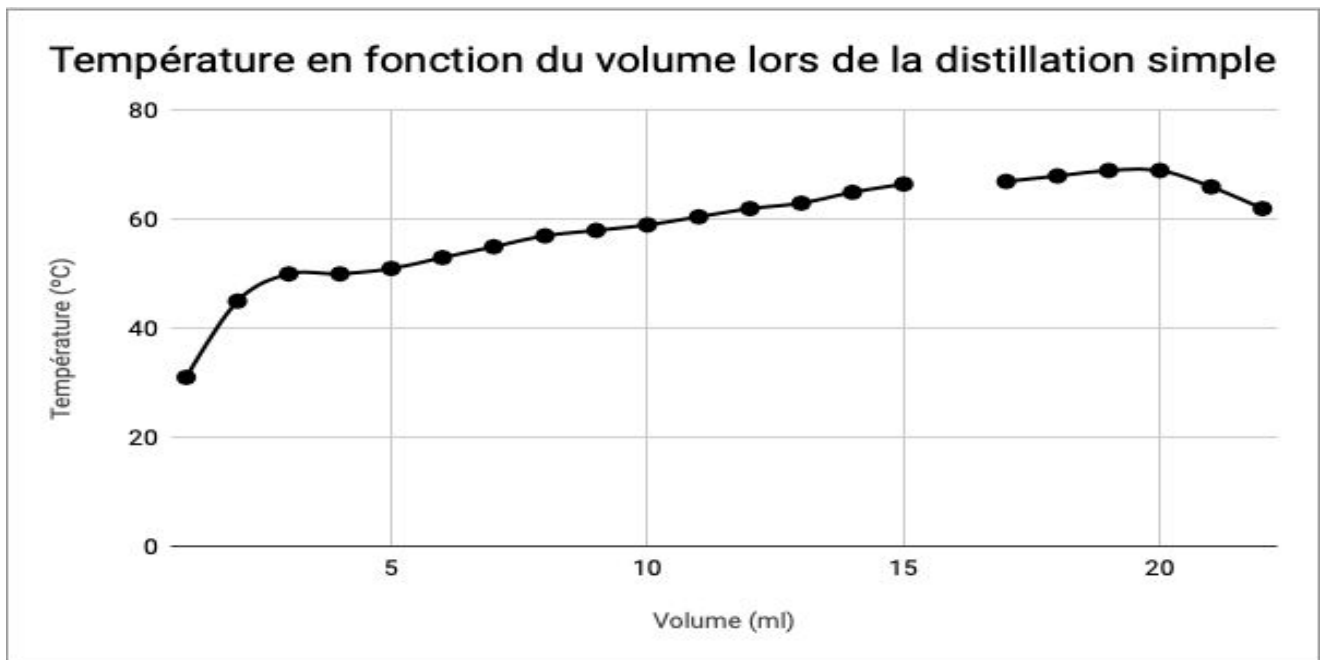
Volume (ml)	Température (°C)
1	31
2	45
3	50
4	50
5	51
6	53
7	55
8	57
9	58
10	59
11	60,5
12	62
13	63
14	65
15	66,5

16	
17	67
18	68
19	69
20	69
21	66
22	62

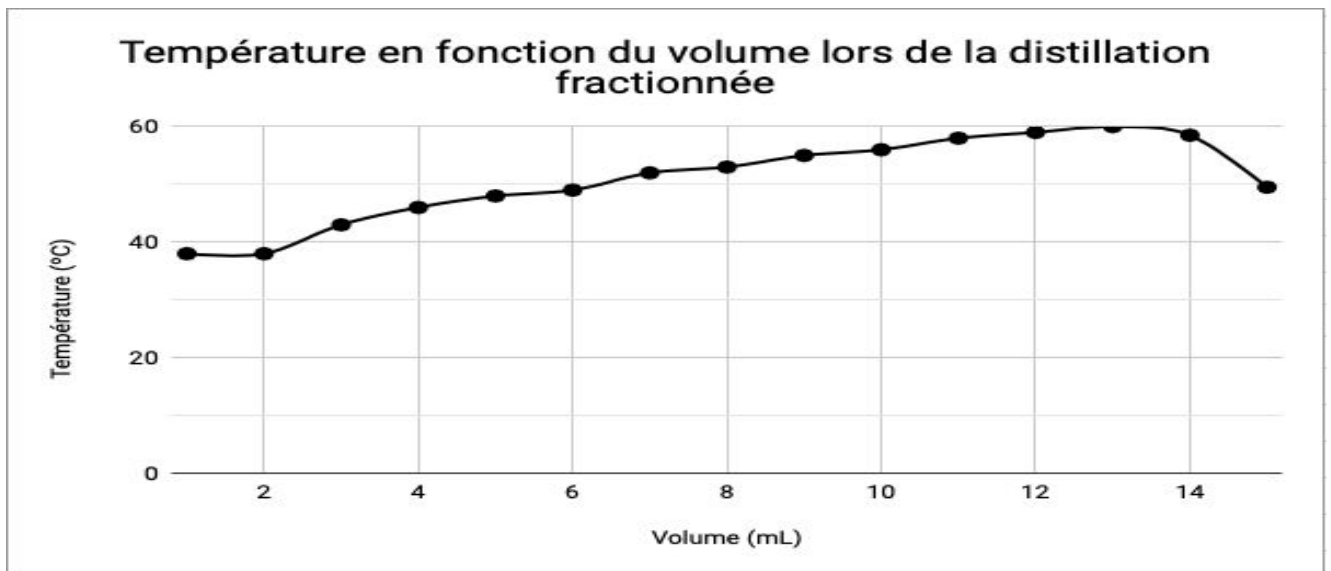
**Tableau 2: Température en fonction du volume lors de la distillation fractionnée**

<b>Volume (ml)</b>	<b>Température (°C)</b>
1	38
2	38
3	43
4	46
5	48
6	49
7	52
8	53
9	55
10	56
11	58
12	59
13	60
14	58,5
15	49,5

**Graphique 1: Température en fonction du volume lors de la distillation simple**



**Graphique 2: Température en fonction du volume lors de la distillation fractionnée**



## Discussion:

### **A. Répondre à toutes les questions à la fin du protocole**

#### **1. Est-il possible de séparer un mélange d'éthanol et de toluène par distillation?**

##### **Expliquer?**

L'éthanol a un point d'ébullition de 78.3 °C et le toluène s'évapore à 110.6 °C. L'écart entre les 2 points d'ébullition est de 32.3 °C. Ceci n'est pas un écart important, donc il serait difficile de séparer ce mélange à l'aide d'une distillation simple. Par contre, il serait possible de séparer un mélange d'éthanol et de toluène par distillation fractionnée car la colonne de fractionnement utilisée lors de celle-ci offrirait une plus grande surface de condensation pour la vapeur grâce à son remplissage d'éponge métallique. Même si les 2 composés de ce mélange s'évaporent à peu près en même temps, la chaleur de la vapeur montante du composé fera qu'une plus grande partie d'éthanol va s'évaporer par rapport au toluène. Après plusieurs répétitions de ce processus, il y aura une séparation adéquate d'éthanol et de toluène.

#### **2. Les colonnes de fractionnement sont généralement plus efficaces si elles sont isolées afin de maintenir un gradient de température graduel dans la colonne. Pourquoi est-il important de maintenir un gradient de température uniforme dans la colonne de fractionnement?**

Le gradient de température dans la colonne de fractionnement fait en sorte que le bas de la colonne soit la partie la plus chaude et que le haut soit la partie la plus froide. Il est important de garder ce gradient car seulement la vapeur des composés les plus volatils à une certaine température pourront atteindre le haut de la colonne et la réfrigérant, les deux parties les plus froides du montage, où elles pourront se condenser et être recueillies dans le ballon récepteur. Sans ce gradient de température, la vapeur des composés moins volatils pourrait aussi se rendre au

réfrigérant et se condenser, et donc le ballon récepteur contiendrait essentiellement le mélange initial. Ceci serait une séparation inefficace.

**3. Le point d'ébullition dichlorométhane est de 39.6 °C. Quelle est la pression de vapeur du dichlorométhane à cette température?**

La pression de vapeur du dichlorométhane correspond à la pression appliquée à la solution. Dans notre cas, la pression appliquée au mélange s'agit de la pression atmosphérique. Donc, la pression de vapeur du dichlorométhane est de 101,3 kPa.

**4. Quel est l'effet d'une augmentation de la pression atmosphérique sur le point d'ébullition d'un liquide?**

Ça aura comme effet l'augmentation du point d'ébullition du liquide puisque le point d'ébullition d'un liquide est atteint lorsque la pression de vapeur du liquide est identique à la pression atmosphérique.

**5. Pourquoi est-il important que l'eau entre par le bas du réfrigérant et non par le haut?**

Parce que si l'eau entrait par le haut, elle sortirait par l'ouverture au bas du réfrigérant donc le réfrigérant ne se remplira pas. Si le réfrigérant ne se remplit pas, il ne se refroidira pas ce qui empêcherait la condensation du liquide le plus volatil. Il faut donc que le réfrigérant se remplisse à partir du bas pour s'assurer qu'il soit toujours rempli presque complètement et donc, bien refroidit.

**6. Le composé A a une pression de vapeur de 350 mm Hg à 95 °C tandis que le composé B a une pression de vapeur de 140 mm Hg la même température. Si les composés A et B sont miscibles, quelle est la pression de vapeur d'un mélange à 4:1 des composés A et B à 95 °C?**

La loi de Raoult dicte que pour trouver la pression partielle d'un composé il faut multiplier la pression de vapeur du liquide pur avec sa fraction molaire. C'est à

dire, pour calculer la pression de vapeur totale d'un mélange il faudra donc calculer deux pressions partielles. Dans ce cas, les composés A et B, et les additionner ensemble.

#### La loi de Raoult

$$P_A = (P_{A^\circ}) (N_A)$$

$$P_B = (P_{B^\circ}) (N_B)$$

$$P_{\text{totale}} = (P_{A^\circ}) (N_A) + (P_{B^\circ}) (N_B)$$

$$P_{\text{totale}} = (350 \text{ mmHg}) (4) + (140 \text{ mmHg}) (1)$$

$$P_{\text{totale}} = 1540 \text{ mmHg}$$

Donc la pression de vapeur totale est 1540 mmHg.

#### **B. Justification du protocole. Pourquoi on a fait une distillation simple? Pourquoi on a fait une distillation fractionnée? Qu'est-ce que le montage implique?**

Le montage d'une distillation simple implique un ballon à distillation, une tête de distillation, un thermomètre, un réfrigérant, un adaptateur à vide et un ballon récepteur. On a effectué une distillation simple parce que les composés du mélange ont des points d'ébullition qui sont différents l'un de l'autre, ce qui signifie que la composition de la vapeur formée ne change pas de façon continue. De plus, le liquide qu'on avait mis dans le ballon à distillation était contenait majoritairement un seul composé.

Le montage d'une distillation fractionnée implique un ballon à distillation, une colonne de fractionnement, une tête de distillation, un thermomètre, un réfrigérant, un adaptateur à vide ainsi qu'un ballon récepteur. Une distillation fractionnée comporte plusieurs cycles de condensation et de vaporisation, et chacun d'entre eux provoque la vaporisation d'une grande quantité du composé le plus volatil et moins polaire et la condensation du liquide le plus polaire et moins volatil. Nous avons effectué une distillation fractionnée afin d'obtenir une séparation beaucoup plus efficace de chaque composé dans le mélange.

### C. Analyse

- a. Analyser les données recueillies
  - b. Analyser les graphiques. Décrivez l'allure que devrait avoir chaque courbe et pourquoi. Tenez compte de toute différence entre vos résultats et ce que vous pensez que vous auriez dû obtenir.
  - c. Est-ce qu'on a bien séparé les composés à l'aide des distillations utilisées?
- a. Lors de la distillation simple, la température initiale était de 31 °C et la température maximale enregistrée était de 69 °C. L'écart de température est de 38 °C. Lors de la distillation fractionnée la température initiale est de 38°C et la température la plus haute enregistrée était de 60 °C. L'écart de température est donc de 22 °C. Il y a une différence remarquable entre l'écart de température entre les deux distillations. Ceci est explicable par la perte de liquide et de vapeur qui se sont passées pendant l'expérience. Ensuite, nous n'avons pas de donnée de température pour le 16 mL de la distillation simple parce que nous étions distraites lorsque le cylindre contenait 16 mL et n'avons pas pu lire la température donnée par le thermomètre. De plus, à la fin des deux distillations, il y a eu une baisse de température. Vers la fin des deux expériences, le cylindre gradué se remplissait de plus en plus lentement. À la fin de la distillation simple, il ne restait plus de mélange dans le ballon à distillation pour s'évaporer alors qu'à la fin de la distillation fractionnée, il en restait mais la température n'était pas assez élevée pour faire que le liquide s'évapore. C'est pour ça qu'on voit une diminution de température, car le thermomètre prend en compte de la température de la vapeur qui réussit à se rendre à cette hauteur.
- b. La courbe de la distillation simple devrait être en croissance constante. Notre graphique démontre effectivement une croissance constante. La baisse de température à la fin de la courbe est le moment où il ne restait plus de liquide dans le ballon à distillation. La courbe de la distillation fractionnée devrait être en croissance constante, puis on devrait observer une légère chute et une augmentation constante par la suite. Cette chute représente le moment juste après que le composé le plus volatil du mélange se fasse

complètement retirer du mélange et juste avant le moment où le composé le moins volatil du mélange se fait recueillir. Dans notre graphique, nous n'observons pas de chute suivi d'une croissance. Nous nous attendions pas à en voir un non plus puisque le mélange était composé de 2-propanol (point d'ébullition de 82.5 °C) et de 1-butanol (point d'ébullition de 117.7 °C). Lorsqu'on faisait la distillation fractionnée en laboratoire, la température a commencé à chuter après avoir recueilli 13 mL dans notre cylindre gradué, après avoir atteint 60 °C. Cette température est beaucoup plus basse que le point d'ébullition du 2-propanol, le composé le plus volatil.

- c. La distillation simple n'a pas permis la séparation efficace des composés car le ballon à distillation était vide à la fin de l'expérience. Ceci veut dire que le mélange initial s'est complètement distillé dans le cylindre gradué agissant comme ballon récepteur. La distillation fractionnée a permis d'obtenir une séparation un peu plus efficace car à la fin de l'expérience, lorsque la température commençait à chuter, il restait un peu de liquide dans le ballon à distillation. Nous présumons que ce liquide était composé majoritairement de 1-butanol étant donné qu'il est le composé le moins volatil à cause de son point d'ébullition plus haut que celui du 2-propanol.

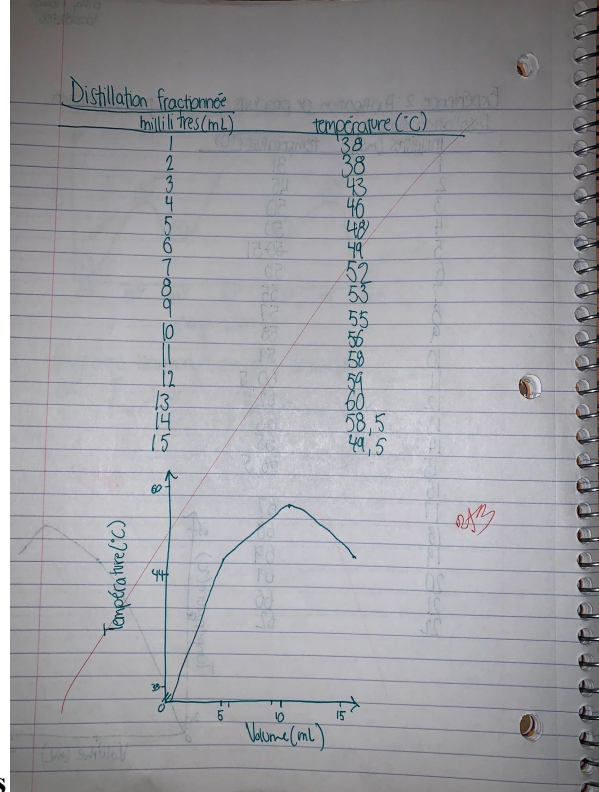
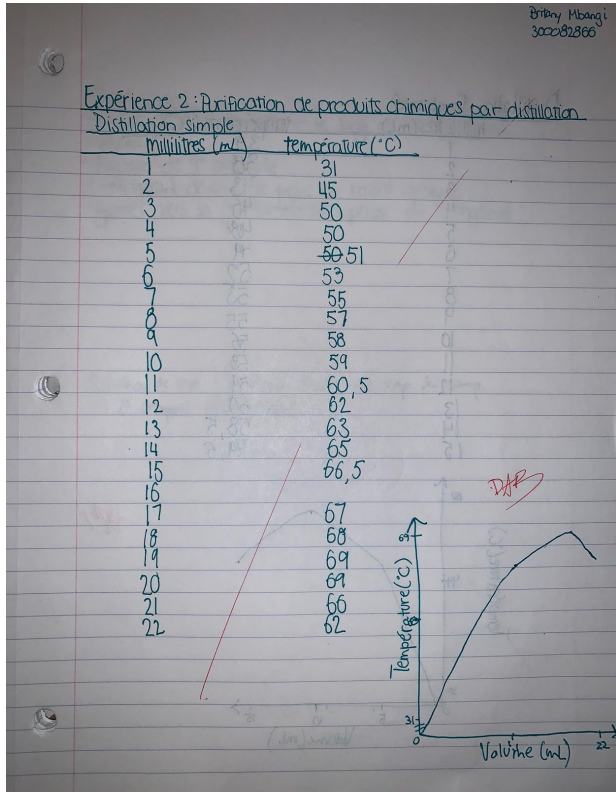
#### **D. Sources d'erreurs et amélioration au protocole**

- Perte de vapeur (volatilisation)
  - Erreur: L'échappement de vapeur fait que le volume recueilli dans le cylindre gradué n'était pas réellement ce qu'on devait recueillir. Nous avons commencé avec 25 mL de mélange et avons recueilli 22 mL à la fin de la distillation simple dans le cylindre gradué.
  - Amélioration: S'assurer que le thermomètre soit bien enfoncé dans l'adaptateur pour thermomètre pour éviter que de la vapeur s'échappe par le haut.
- Liquide perdu après distillation simple (perte de mélange)
  - Erreur: Après la distillation simple, nous avons détaché le cylindre gradué de l'adaptateur à vide avant que le montage puisse se refroidir. Aussitôt détaché, une quantité de liquide est tombé sur l'espace de travail. Cette perte de liquide a fait

que nous avons commencé la distillation fractionnée avec un mélange initial ayant un volume plus petit, donc il y avait moins de liquide à distiller et en plus de la perte de vapeur, nous avons recueilli seulement 15 mL.

- Amélioration: Attendre au moins 5 minutes avant d'enlever le cylindre gradué pour que le montage puisse se refroidir et ainsi éviter du gaspillage de mélange.
- Cylindre gradué (manipulation des instruments)
  - Erreur: Il était difficile de faire une bonne lecture du cylindre gradué car nous ne pouvons pas mettre nos têtes dans la hotte pour empêcher le risque d'inhaler de la vapeur. Nous devons donc estimer à peu près où la ligne du liquide était dans le cylindre gradué.
  - Amélioration: Rapprocher le montage vers nous tout en le gardant dans la hotte.

**Données brutes:**



**Bibliographie:**

<http://www.chem.ualberta.ca/~orglabtutorials/Techniques%20Extra%20Info/Distillation.html#purpose>

[https://en.wikipedia.org/wiki/Fractional\\_distillation](https://en.wikipedia.org/wiki/Fractional_distillation)

<https://www.sigmaaldrich.com/chemistry/solvents/2propanol-center.html>