

Département de chimie

Université d'Ottawa

Expérience 2

Purification de produits chimiques par distillation

Présenté à Philippe Morin et Dre. Rashmi Venkateswaran dans le cadre
des laboratoires de chimie organique CHM 1721

Expérience performé le 22 janvier 2020
Rapport soumis le 29 janvier 2020

**Écrit par Sébastien Roy (300123281) et
Abdessamad Chaloubi (300156185)**

Protocole: Comme décrit dans le manuel de laboratoire(«Manuel de laboratoire de chimie organique I», Dr. Tony Durst, Dr. Tito Scaiano, Dr. William Ogilvie, Dr. Alison Flynn, (révisé par Dr. Rashmi Venkateswaran),2020)

Observation et résultat:

- Nous avons observé la température augmenté graduellement lors de la distillation.
- Nous avons observé la vapeur de la solution se condenser au contact de l'eau froide du condensateur.
- Nous avons réussi à voir le lien entre la température et la vitesse de distillation. Nous avons donc garder le varic au réglage 44.
- Nous avons remarqué que lors d'une distillation fractionnée, des gouttelettes recondensées reviennent dans le ballon de distillation.
- Nous avons pu observer que les deux distillation on commencé à relativement la même température.
- Nous avons observé que les mesure d'un cylindre gradué de 50 ml commence seulement à 2 ml.
- Nous avons aussi observé que le volume était moindre lors de la deuxième distillation qu'après la première distillation.

Lors des deux distillations, nous avons notez la température de la vapeur à différent volume de distillat. Voici nos résultats sous forme de tableau.

Tableau 1. Température de la vapeur en fonction du volume du cylindre gradué lors de la distillation simple.

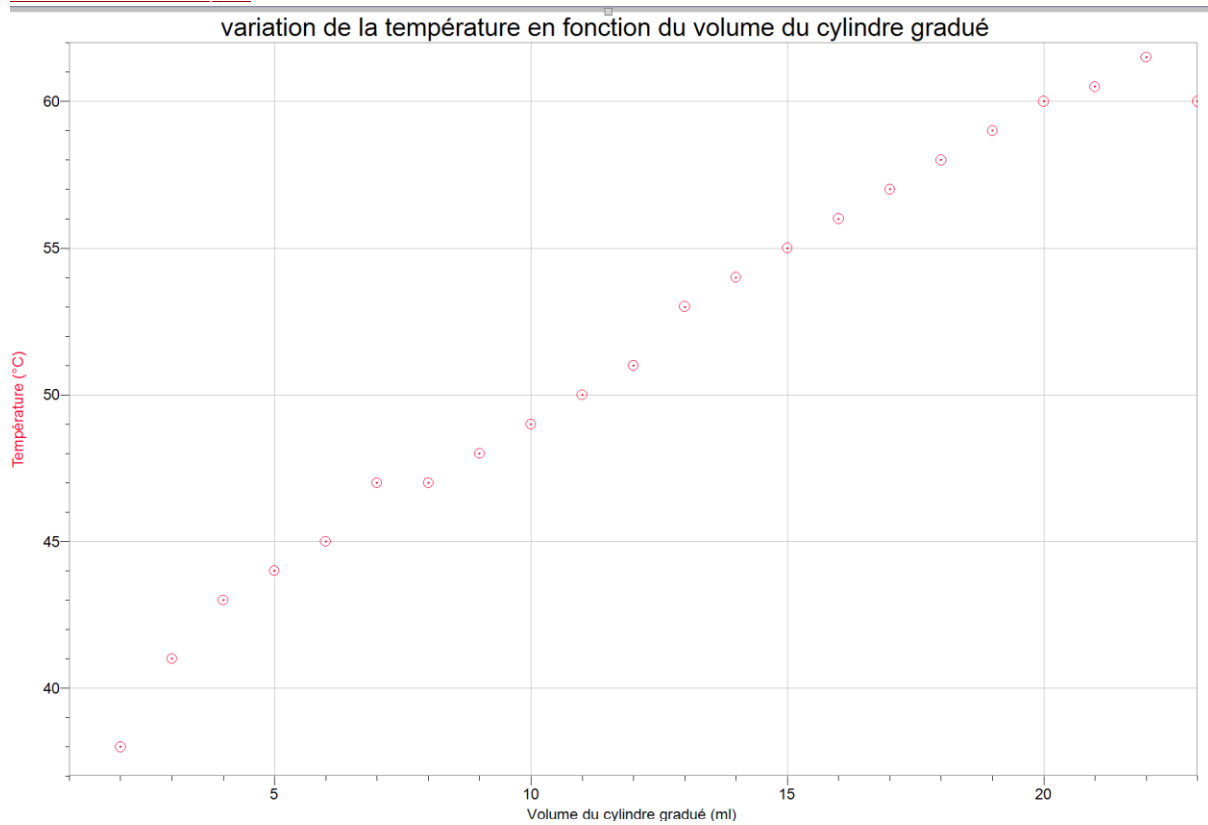
| Volume du cylindre gradué (ml) | Température de la vapeur (°C) |
|--------------------------------|-------------------------------|
| 2 | 38,0 |
| 3 | 41,0 |
| 4 | 43,0 |
| 5 | 44,0 |
| 6 | 45,0 |
| 7 | 47,0 |
| 8 | 47,0 |
| 9 | 48,0 |
| 10 | 49,0 |
| 11 | 50,0 |
| 12 | 51,0 |
| 13 | 53,0 |
| 14 | 54,0 |
| 15 | 55,0 |
| 16 | 56,0 |
| 17 | 57,0 |
| 18 | 58,0 |
| 19 | 59,0 |
| 20 | 60,0 |
| 21 | 60,5 |
| 22 | 61,5 |

Tableau 2. La température de la vapeur en fonction du volume du cylindre gradué lors de la distillation fractionnée.

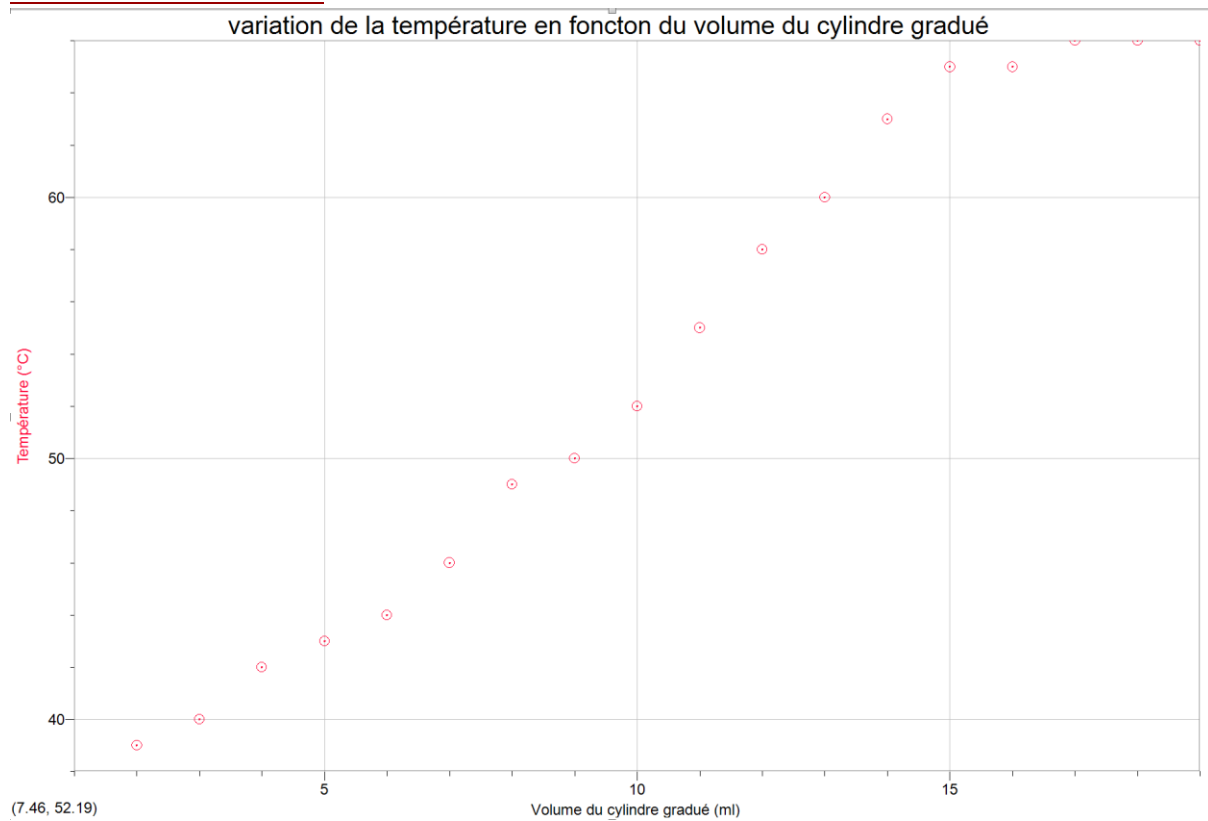
| Volume du cylindre gradué (ml) | Température de la vapeur (°C) |
|--------------------------------|-------------------------------|
| 2 | 39,0 |
| 3 | 40,0 |
| 4 | 42,0 |
| 5 | 43,0 |
| 6 | 44,0 |
| 7 | 46,0 |
| 8 | 49,0 |
| 9 | 50,0 |
| 10 | 52,0 |
| 11 | 55,0 |
| 12 | 58,0 |
| 13 | 60,0 |
| 14 | 63,0 |
| 15 | 65,0 |
| 16 | 65,0 |
| 17 | 66,0 |
| 18 | 66,0 |
| 19 | 66,0 |

Discussion:

Distillation simple



Distillation fractionnée



Pour séparer des composés d'un mélange, on utilise la méthode de distillation. Elle est basée sur les points d'ébullition des composants du mélange. Pour un mélange à différents composants avec différents points d'ébullition, ces composants s'évaporent à des moments différents lors du chauffage. Supposons qu'il y a deux substances A et B dans un mélange et que 'A' a le point d'ébullition le plus élevé. Dans ce cas, à l'ébullition, A va s'évaporer plus lentement que B ; par conséquent, la vapeur aura une quantité de B supérieure à celle de A. Ainsi, la proportion de A et B dans la phase vapeur est différente de la proportion dans le mélange liquide. Donc les substances les plus volatiles seront séparées du mélange d'origine, tandis que les substances moins volatiles resteront dans le mélange d'origine. Pendant cette expérience, on a réalisé deux distillations. La première est une **distillation simple**. Dans cette distillation, la vapeur produite entre directement dans le condenseur. Cependant, cette méthode peut avoir l'inconvénient de produire un distillat moins pur. Étant donné que tous les composés volatils ont tendance à s'évaporer lorsque la chaleur est fournie, la vapeur contiendra un mélange de composés volatils. Tandis que la deuxième, la **distillation fractionnée** consiste une colonne fractionnaire. À chaque niveau de la colonne de fractionnement, la température sera différente, ainsi les composés liés à cette température resteront dans cette section sous forme de vapeur tandis que les autres sont condensés dans le ballon à fond rond.

Les deux graphs (page5) ont deux courbes qui augmentent, ça veut dire que le volume augmente en fonction de la température (qui augmente aussi). Mais on voit la 1ère courbe augmentent rapidement en comparant avec la 2ème courbe. Mais avant d'expliquer l'allure des courbes on commence par une comparaison des deux distillations.

On peut comparer simultanément les résultats des deux distillations (**simple et fractionnée**) pour ce mélange de 25 ml (50 :50 dichlorométhane et l'acétate d'éthyle). On peut constater d'après les tableaux et les graphs que premièrement on n'a pas eu une vaporisation avant 38 C, mais juste après les 38 C, le 1er composé a commencé à s'évaporer. Après ça, la température commence à augmenter graduellement mais le volume reste stable et on n'a plus de vapeur. Quelques minutes plus tard on a commencé à voir de la vapeur à une température plus élevée. Comment peut-on l'expliquer ? Tout simplement parce que le dichlorométhane a un point d'ébullition moins élevé que l'acétate d'éthyle. Deuxièmement, en comparant ces deux distillations on peut constater que la simple distillation est la plus rapide, et on peut expliquer

ça par l'absence de la colonne de fractionnement qui ralentit un peu la distillation. D'ailleurs, cette colonne aide à bien séparer les composants. Finalement, en comparant ces deux distillations, on trouve que la fractionnée est la plus efficace si les points d'ébullition des composés sont très proches grâce à la différence de température dans la colonne de fractionnement et les barrières intérieures qui ne permet pas à des vapeurs de passer sauf la vapeur qu'on a besoin.

On a eu deux erreurs expérimentales qui n'ont pas vraiment affecter les résultats. La première, on n'a pas pu noter la température dès le premier millilitre car on n'avait pas un cylindre bien gradué, notre cylindre commence la graduation de 2 ml. La deuxième, on a mis le mélange dans le ballon même si il était chauffe donc quelques millilitres sont évaporés, et à cause de ça, on a eu 19 ml de distillat dans le cylindre.

Questions:

- 1) Il est impossible de séparer un mélange de toluène et d'éthanol avec une distillation puisque c'est un mélange azéotrope (1). Ceci veut dire que lors d'une distillation le point d'ébullition est plus bas que celui des deux liquides présents dans le mélange. Dans ce cas-ci le point d'ébullition est de $76,7^{\circ}\text{C}$. Ce phénomène entraîne qu'une distillation d'un mélange avec 80,95% d'éthanol aura un distillat qui ne changera pas de composition et restera à température constante. Si le mélange a une concentration d'éthanol moins grande que 80,95% le distillat aura une plus grande concentration d'éthanol et si le mélange a une concentration d'éthanol plus élevée que 80,95% une plus grande concentration de toluène se retrouvera dans le distillat. Ce phénomène rend alors impossible la séparation d'un mélange d'éthanol et de toluène par distillation.
- 2) Le gradient de température uniforme est la façon la plus efficace afin de séparer un mélange. Puisque la colonne est isolée le haut de celle-ci a une température plus élevée que le bas et le tout augmente graduellement. Ceci permet aux gouttelettes qui se condensent sur le remplissage de se vaporiser permettant ainsi un distillat plus pur en composé ayant la température d'ébullition la plus faible.
- 3) Le point d'ébullition d'une substance pur est lorsque la pression de vapeur est égale à la pression appliquée sur le liquide. Dans ce cas-ci, la pression atmosphérique exerce une pression sur le liquide ce qui veut dire que la pression de vapeur serait de 103,1 kPa.
- 4) Une augmentation de la pression atmosphérique ferait augmenter la température d'ébullition d'une température.
- 5) L'alimentation d'eau froide se fait par le bas puisqu'ainsi le réfrigérant est mieux remplis d'eau froide. Si l'eau froide arrivait d'en haut la gravité la pousserait vers le bas et remplissait mal le réfrigérant.
- 6) La pression partielle du mélange serait égale à la somme de la pression de vapeur multiplier à la fraction molaire de chaque composé du mélange. Dans ce cas, le composé 'A' a une fraction molaire de 0.80 et le composé B a une fraction molaire de 0.20. La pression de vapeur du mélange est donc de 308mm Hg.

Données Brutes:

22 janvier 2020

expérience 2 distillation

Alcool
Solvant
Eau

| Simple | fractionné | Variaque = 60 |
|-------------|------------|---------------|
| 1ml 38°C | 2ml 39°C | |
| 2ml 41°C | 3ml 40°C | |
| 3ml 43°C | 4ml 42°C | |
| 4ml 44°C | 5ml 43°C | |
| 5ml 45°C | 6ml 44°C | |
| 6ml 47°C | 7ml 46°C | |
| 7ml 47°C | 8ml 49°C | |
| 8ml 48°C | 9ml 50°C | |
| 9ml 49°C | 10ml 52°C | |
| 10ml 50°C | 11ml 55°C | |
| 11ml 51°C | 12ml 58°C | |
| 12ml 53°C | 13ml 60°C | |
| 13ml 54°C | 14ml 63°C | |
| 14ml 55°C | 15ml 65°C | |
| 15ml 56°C | 16ml 65°C | |
| 16ml 57°C | 17ml 66°C | |
| 17ml 58°C | 18ml 66°C | |
| 18ml 59°C | 19ml 66°C | |
| 19ml 60°C | 20ml | |
| 20ml 60.5°C | | |
| 21ml 61.5°C | | |
| 22ml 60°C | | |
| 23ml | | |
| 24ml | | |
| 25ml | | |
| 26ml | | |

Références:

- (1) https://fr.wikipedia.org/wiki/Liste_de_m%C3%A9langes_az%C3%99otropes