

## **Laboratoire n° 2**

### **Purification de produit chimique par distillation**

Benoit Zaloum et Mykalina Laggis

Démonstrateur: Malick Diedhiou

Le 6 février 2020

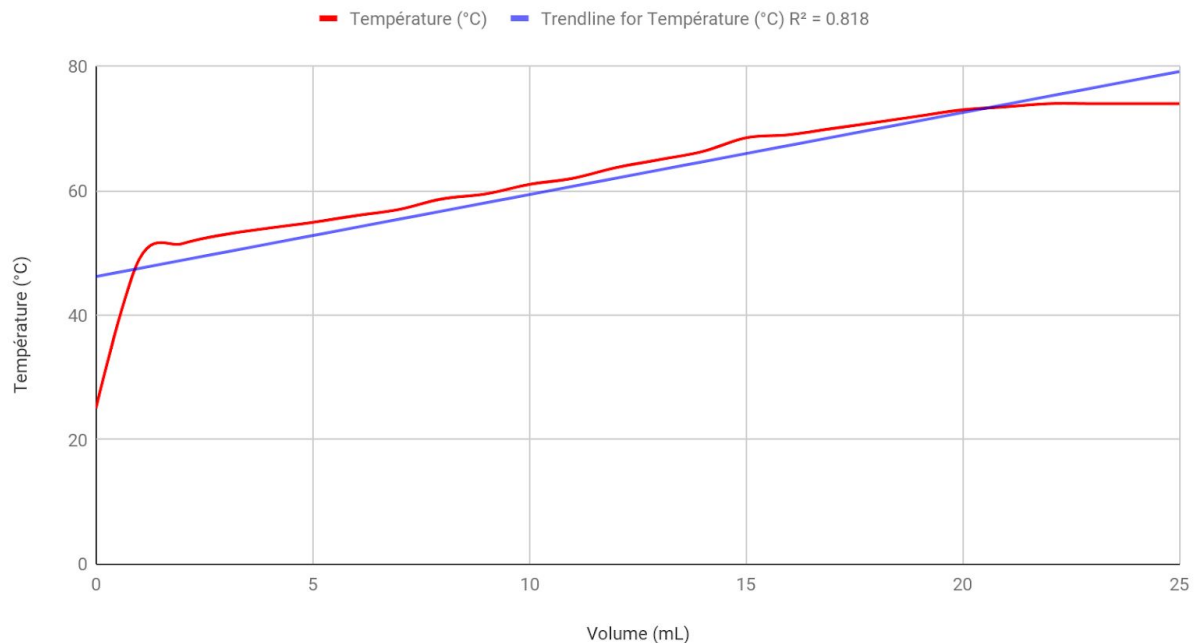
#### **Partie 1 : Distillation simple**

##### **Protocole :**

- Nous avons commencé par retirer les matériels nécessaires dans notre casier. La verrerie, un cylindre gradué de 50 mL, deux pinces Keck, une pince universelle, deux pinces à queue, trois supports à pince, un support élévateur, une plaque magnétique, un aimant, un thermomètre, deux tubes en plastique et un chauffe-ballon. Dans le coffre avec les verreries de chimie organique, nous avons utilisé un ballon à joint rodé de 250 mL, un condensateur « Liebig », une tête de distillation, adaptateur à thermomètre et un adaptateur pour filtration sous vide.
- La solution qui doit être distillée est 50:50 2-propanol et 1-butanol qui est une solution incolore et une senteur qui ressemble à alcoolé pur.
- L'assemblage se fait dans la hotte de laboratoire en mesure de sécurité.
- La manière que nous l'avons assemblé en trois parties
  - 1 : le ballon à joint rodé de 250 mL est attaché par une pince à queue sur son cou (juste en dessous de la bordure) et la pince est attachée environ 40 cm de la table sur le barreau verticale le plus à gauche par un support à pince (45 ° vers le droit). Ensuite, incorporer 25 mL de solution 50:50 2-propanol et 1-butanol et insérer l'aimant dans la solution. Sur le support élévateur, on installe la plaque magnétique et sur elle le chauffe-ballon. Avec le support élévateur, on monte jusqu'à tant que le ballon à joint soit installé dans le chauffe-ballon.
  - 2 : le condensateur « Liebig » doit être attaché le plus à la droite par une pince universelle et elle est attachée au barreau vertical à droite d'où le ballon est installé par un support à pince (le côté gauche doit être 45 ° vers le haut). Il doit être environ à la même hauteur. Ensuite, connecter la tête de distillation à la gauche et connecter aussi adaptateur pour filtration sous vide à droite. Les deux doivent avoir une pince Keck. Le thermomètre doit passer dans le petit trou du capuchon en plastique mou qui fait partie de l'adaptateur à thermomètre qui doit être connecté à la tête de distillation par l'entrée du haut. Le thermomètre doit être inséré jusqu'à ce qu'il est à la bordure de la jointure de la tête de distillation inférieure.
  - 3 : Le cylindre gradué de 50 mL doit être attaché avec une pince à queue et elle est attachée directement en dessous de l'adaptateur pour filtration sous vide par un support à pince pour accumuler la vapeur qui se recondense.

- Après cela, la partie 2 peut connecter directement avec l'entrée supérieure du ballon à joint rodé de 250 mL avec la tête de distillation.
- Faire sûr que tout est solide et que le système est fermé jusqu'à la fin.
- Un tube en plastique doit recevoir et l'autre éjecter. Un tube en plastique doit connecter avec le robinet et l'autre l'entrée la plus droite et l'autre tube en plastique doit connecter là l'entrée la plus gauche et l'autre doit aller dans l'évier. L'ordre doit être entré de l'eau à droit et exit de l'eau à gauche pour le bon fonctionnement de la dissolution.
- Faire sûr que tout est solide et demander l'orienteur pour acceptation de l'assemblage.
- Activer le robinet a une petite force.
- L'expérience peut finalement commencer en allumant le chauffe-ballon et ensuite la plaque magnétique. Il est très important de le faire à cet ordre, car le magnétisme peut être amplifié par le courant électrique de la chauffe-ballon.
- La chaleur doit augmenter lentement et l'aimant dans la solution doit faire un peu de vague.

Distillation simple du mélange 50:50 2-propanol et de 1-butanol (Température Vs Volume)



- Le temps que la solution commence à former une vapeur est environ 10-15 minutes.
- Le débit du liquide qui tombe dans le cylindre gradué de 50 mL est très lent.
- La pression de bâtie très lentement. On peut même la voir monter et arrêter à la jointure ou elle peut prendre de l'espace et se faire recondenser dans le condensateur « Liebig ». De là nous observons un plus grand débit du liquide qui s'ajoute au cylindre gradué de 50 mL.

- Une personne observe le thermomètre et l'autre observe le cylindre gradué de 50 mL, car la chaque 1 mL, il faut noter la température.
- La température est très constante avec le volume.
- Après que la solution est complètement évaporée dans le ballon la température est devenue très stable à 74 °C.
- Vu que le système n'est pas parfait, le cylindre gradué n'est pas a 25 mL mes est situé à 22 mL. On a fait le mieux à attendre, mais nous avons assumé que les chances que la vapeur s'échappe étaient une possibilité ou que les gouttes sont restées prises dans le système.

**Observation:**

Température (°C)	Volume (mL)
25	0
49	1
51,5	2
53	3
54	4
54,9	5
56	6
57	7
58,7	8
59,5	9
61	10
62	11
63,7	12
65	13
66,3	14

68,5	15
69	16
70	17
71	18
72	19
73	20
73,5	21
74	22

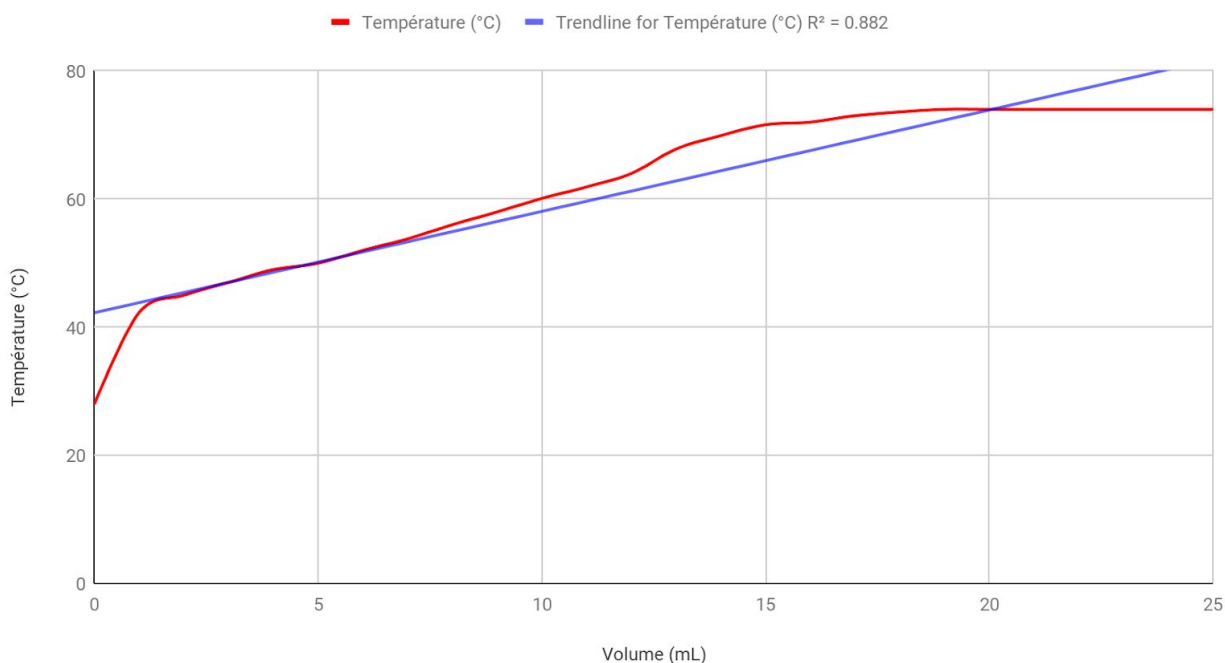
## Partie 2 : Distillation fractionnée

### Protocole :

- Pour la prochaine partie, nous avons besoin d'éteindre le chauffe-ballon et la plaque magnétique et de descendre le support élévateur le plus bas possible.
- Détacher la partie 1 et la descendre jusqu'à tant que le ballon à joint soit installé dans le chauffe-ballon.
- Insérer la solution dans le cylindre gradué dans le ballon.
- Insérer la colonne de fractionnement à l'entrée du ballon. La colonne de fractionnement est utilisée pour diviser les solutions finales en deux parties en condensant le 1-butanol qui a un point d'ébullition élevé comme 117,7 °C comparés au 2-propanol qui a un point d'ébullition comme 82,5 °C. Il est composé d'une éponge métallique qui interagit avec la vapeur.
- Ajuster la partie 2 et 3 pour que l'entrée supérieure de la colonne fractionnée soit connectée avec la tête de distillation.
- Faire sûr que tout est solide et demander l'orienteur pour acceptation de l'assemblage.
- L'expérience peut finalement commencer en allumant le chauffe-ballon et ensuite la plaque magnétique. Il est très important de le faire à cet ordre, car le magnétisme peut être amplifié par le courant électrique de la chauffe-ballon.
- La chaleur doit augmenter lentement et l'aimant dans la solution doit faire un peu de vague.
- Le temps que la solution commence à former une vapeur est environ 10-15 minutes.
- Le débit du liquide qui tombe dans le cylindre gradué de 50 mL est très lent.

- La pression de bâtie très lentement. On peut même la voir dans la colonne fractionner le 1-butanol de recondenser. De là nous observons un plus grand débit du liquide 2-propanol qui s'ajoute au cylindre gradué de 50 mL.
- Le 2-propanol et 1-butanol individuellement incolore et on a une senteur qui ressemble à alcool pur.

Distillation fractionnée du mélange 50:50 2-propanol et de 1-butanol (Température Vs Volume)



- La température est très constante avec le volume.
- À un certain volume, environ 12,5 mL dans le cylindre gradué, la température a augmenté très vite, car on estime que tout le 2-propanol s'avait évaporé et que le système a augmenté en chaleur pour faire passer la vapeur de 1-butanol à traversé la colonne fractionner.
- Nous avons observé dans le cylindre gradué une discordance entre le 2-propanol et le 1-butanol à environ 15 mL.
- Après que la solution est complètement évaporée dans le ballon la température est devenue très stable à 74 °C.
- Vu que le système n'est pas parfait, le cylindre gradué n'est pas à 25 mL mes est situé à 20 mL. On a fait de notre mieux à attendre, mais nous avons assumé que les chances que la vapeur s'échappe étaient une possibilité ou que les gouttes sont restées prises dans le système.
- On peut estimer que la solution est maintenant séparée en partie 2 partie en 3:1 2-propanol et 1-butanol.

- Pour le nettoyage nous devons vider la solution qui est dans le cylindre gradué dans le dépôt de déchet organique, éteindre le chauffe-ballon, la plaque magnétique et le robinet, défaire toutes les parties un par un et les nettoyer avec de l'eau distillée tous les morceaux de la verrerie.
- Sécher et replacer tout dans leur endroit original et redonner le thermomètre, aimant et la colonne fractionnée.

**Observation:**

Température (°C)	Volume (mL)
28	0
42,3	1
45	2
47	3
49	4
50	5
52	6
53,8	7
56	8
58	9
60,1	10
61,9	11
64	12
67,8	13
69,9	14
71,6	15

72	16
73	17
73,6	18
74	19
74	20

## Discussion :

### Partie 1 :

La distillation simple est le processus de chauffer une solution et de refroidir la vapeur qui en résulte dans le but de purifier le mélange. Nous avons utilisé le mélange 50:50 2-propanol et de 1-butanol comme distiller pour la distillation simple. Dans la distillerie, il fallait s'assurer d'y ajouter un barreau magnétique, qui, avec l'agitateur magnétique, permet de bien le mélanger et de produire un tourbillon toute au long de la distillation. Notre température parape pour 25 mL du mélange 50:50 2-propanol et de 1-butanol était de 25°C et il se réchauffait lentement au tout début. Une fois que la température a atteint 49°C, il y avait 1 mL du mélange 50:50 2-propanol et de 1-butanol dans le cylindre gradué et la température montait de façon rapide rendue à ce point. Lors de la distillation, la substance avec le point d'ébullition le plus bas, 2-propanol, va s'évaporer en premier et ensuite celui avec le point d'ébullition le plus haut, 1-butanol, s'évapore en dernier. À la fin de la distillation, on a obtenu 22 mL de la solution dans notre ballon récepteur (cylindre gradué) avec une température finale de 74°C. Pour chaque mL dans le cylindre gradué obtenu au cours de l'expérience, on voit une hausse de température, en moyenne, de 1,19°C.

### Partie 2 :

Lors d'une distillation fractionnée, on ajoute une colonne de fractionnement à notre montage de distillation simple. La colonne est placée entre le ballon à distillation et la tête de distillation. La colonne contient une éponge métallique qui donne une surface supplémentaire pour la vapeur de se condenser lors de la distillation. Ce processus donne à la substance ayant le point d'ébullition le plus faible, une vapeur plus concentrée puisque l'autre composé se condense et retourne dans le ballon de distillation sous forme de gouttes. Nous avons utilisé le mélange 50:50 2-propanol et de 1-butanol comme distiller pour la distillation fractionnée. Lors de la distillation, la substance avec le point d'ébullition le plus bas, 2-propanol, va s'évaporer en premier et ensuite celui avec le point d'ébullition le plus haut, 1-butanol, s'évapore en dernier. Dans la distillation fractionnée, nos données sont très similaires à nos données pour la distillation simple. Notre température

initiale était de 28°C et final était de 74°C avec une augmentation de température, en moyenne, de 1,67°C/mL.

**Questions :**

1. Il est possible de séparer un mélange d'éthanol et de toluène par distillation fractionnée, car leurs points d'ébullition ont une grande différence. Cela propose que l'ajoute de la colonne de fractionnement aille être en capacité de recondenser le toluène qui s'évapore et laisser l'éthanol passé seulement à la température de son point d'ébullition.

78.37 °C = Éthanol (Liaison OH)

110.6 °C = Toluène (AUCUNE liaison OH)

2. Il est important de maintenir un gradient de température uniforme dans une colonne de fractionnement puisqu'au fur et à mesure que le mélange se vaporise, il se déplace dans le distillateur pour être collecté. Si la température n'est pas maintenue uniformément, il est alors difficile d'obtenir une bonne séparation. Le distillat se vaporiserait à une température et se condenserait ensuite si la température diminue, ce qui rendrait essentiellement la distillation inefficace.

3.  $P = ?$

$$P_o = 760 \text{ mm Hg}$$

$$N = 1$$

$$P = P_o \times N$$

$$P = 760 \text{ mm Hg}$$

La pression de vapeur du dichloromethane à ca température d'évolution est 760 mm Hg.

4. L'effet qu'une augmentation de la pression atmosphérique a sur le point d'ébullition d'un liquide est essentiellement que l'augmentation de la pression atmosphérique augmenterait également le point d'ébullition. Dans le même contexte, baisser la pression atmosphérique baisserait également le point d'ébullition. L'altération de la pression atmosphérique à cet impact sur le point d'ébullition d'un liquide du fait que la pression de vapeur est égale à la force appliquée.

5. Il est important que l'eau entre par le bas du réfrigérant et non par le haut parce que si l'eau entre par le bas, la chemise se remplit d'eau, tandis que si l'eau entre par le haut, elle a tendance à couler strictement d'un côté. De plus, pour que le distillat se condense, il doit être exposé à du verre froid et, par conséquent, la condensation ne serait pas aussi efficace si une partie seulement du condenseur était refroidie.

6.  $P_{\text{totale}} = ?$

$$P_{A_o} = 350 \text{ mm Hg}$$

$$P_{B_o} = 140 \text{ mm Hg}$$

$$P_{\text{totale}} = (P_{A_o} \times N_A) + (P_{B_o} \times N_B)$$

$$P_{\text{totale}} = (350 \times 0.8) + (140 \times 0.2)$$

$$P_{\text{totale}} = 308 \text{ mm Hg}$$

$$N_A = 0,8$$

$$N_B = 0,2$$

$$N_A + N_B = 1 = 0,8 + 0,2 \Rightarrow 4:1 = 80:20$$

La pression de vapeur d'un mélange à 4:1 des composés A et B à 95 °C est 308 mm Hg.

**Donnée brute:**

Hykalma Laga<sup>3</sup>  
300032114  
30 jan 20

Labo chimie #2

distillation simple		distillation fractionnée	
temp	mL	temp	mL
25	0	28	0
49	1	42,3	1
51,5	2	45	2
53	3	47	3
54	4	49	4
54,9	5	50	5
56	6	52	6
58,7	7	53,8	7
58,7	8	56	8
59,5	9	58	9
61	10	60,1	10
62	11	61,9	11
63,7	12	64	12
65	13	67,8	13
66,3	14	69,9	14
68,5	15	71,6	15
69	16	72	16
70	17	73	17
71	18	73,6	18
72	19	74	19
73	20	74	20
73,5	21		
74	22		

Observation:  
- discordance / distillation 18-20 mL → situés entre

00134445  
01/30/20

Lab 2

Distillation simple

To	mL
25	0
49	1
51,5	2
53	3
54	4
54,9	5
56	6
57	7
58,7	8
59,5	9
61	10
62	11
63,7	12
65	13
66,3	14
68,5	15
69	16
70	17
71	18
72	19
73	20
73,5	21
74	22

Observation:  
la première est battue

300134445

Distillation fractionnée

To	mL
28	0
42,3	1
45	2
47	3
49	4
50	5
52	6
53,8	7
56	8
58	9
60,1	10
61,9	11
64	12
67,8	13
69,9	14
71,6	15
72	16
73	17
73,6	18
74	19
74	20
74	21
74	22

Observation:  
- discordance / fractionnée entre 18 et 20 mL