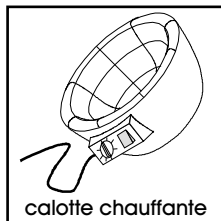
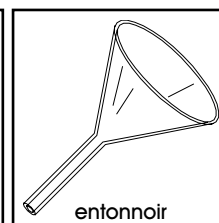
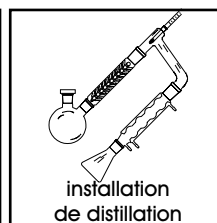
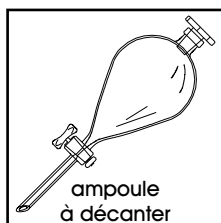


## BUTS

Effectuer la séparation d'un mélange de liquides par décantation puis par distillation.



## MATERIEL

1 ampoule à décanter, 1 bécher de 100 ml, 1 installation de distillation complète, 1 entonnoir, pierres à ébullition, 1 calotte chauffante, 1 chronomètre, laine de verre, feuille d'aluminium.



## REACTIFS

Mélange de solvants (eau,  $H_2O$ ; hexane,  $C_6H_{14}$ ; éthanoate de pentyle,  $CH_3COOC_5H_{11}$ ).

$H_2O$	$C_6H_{14}$	$CH_3COOC_5H_{11}$
état .....liquide	état .....liquide	état .....liquide
MM .....18.02 g/mol	MM .....86.18 g/mol	MM .....130.19 g/mol
		
CH F	CH 5	CH 5
	récup O	récup O

## RECOMMANDATIONS

Manipuler avec précaution le mélange de solvants. **Ne pas ingérer ou mettre en contact avec la peau; manipuler à l'abri de toute flamme.**

Manipuler avec précaution l'installation de distillation. Lors de la distillation, chauffer prudemment le mélange.

MANIPULATIONS  
ET DISCUSSION

## PREMIERE SEPARATION

1. Munir une ampoule à décanter d'un entonnoir et vérifier que le robinet de l'ampoule est fermé.

Introduire dans l'ampoule à décanter environ 100 ml du mélange de liquides à séparer.

2. Selon le schéma de la page suivante, placer un bécher sous l'ampoule à décanter, ouvrir précautionneusement le robinet de l'ampoule (tenir l'installation à deux mains pour une manipulation précise) et faire couler le liquide inférieur dans le bécher.

L'ampoule à décanter ne doit pas être munie de son bouchon, sinon, il se crée un vide qui entrave l'écoulement.

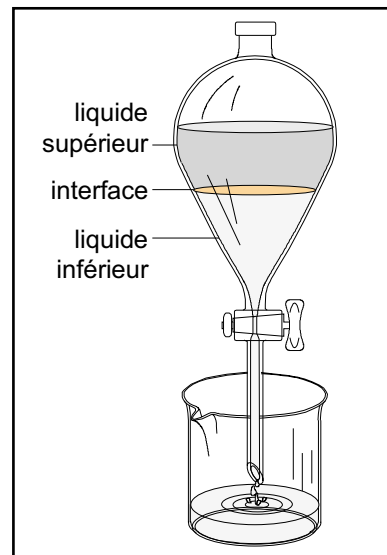
Ralentir la vitesse d'écoulement lorsque la fin de la séparation approche, puis fermer le robinet de l'ampoule à décanter lorsque tout le liquide inférieur est transvasé dans le bécher.

Effectuer un mouvement tournant avec l'ampoule, pour faire descendre l'eau qui reste accrochée sur les parois, puis la faire couler.

? 1. Indiquer si le mélange avant séparation est homogène ou hétérogène?

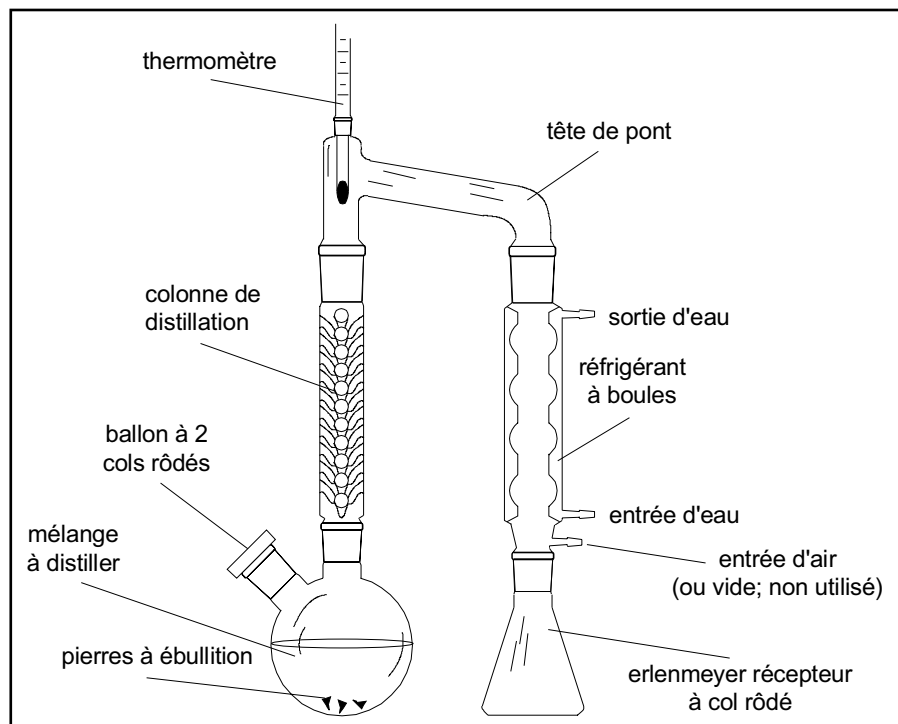
Justifier la réponse.

Proposer une explication pour rendre compte de la frontière distincte qui existe entre les deux phases du mélange.



## DEUXIEME SEPARATION

Le schéma de l'installation de distillation montée est indiqué ci-dessous, avec le nom de chacun de ses composants.



Les rôdages sont légèrement graissés pour éviter les contraintes physiques. Le réfrigérant est connecté à une arrivée d'eau froide en entrée et à l'évier en sortie. Le ballon à 2 cols est placé dans la calotte chauffante.

3. Isoler thermiquement la colonne de distillation en la couvrant de laine de verre recouverte d'une feuille d'aluminium.

Introduire 2-3 pierres à ébullition dans le ballon à deux cols.

Faire circuler de l'eau froide à vitesse modérée dans le réfrigérant.

Munir le ballon à deux cols d'un entonnoir et y verser le liquide qui reste dans l'ampoule à décanter.

4. Enclencher la calotte chauffante et la régler en position moyenne.  
En cours de préchauffage, préparer sur une feuille annexe un tableau à 2 colonnes, dans lequel seront consignés le temps écoulé et la température mesurée en tête de colonne.

5. Lorsque le mélange entre en ébullition, baisser le réglage de la calotte chauffante, de manière à chauffer prudemment.  
Enclencher le chronomètre et commencer à noter la température lue au thermomètre toutes les minutes.

S'assurer qu'un liquide s'écoule dans l'erlenmeyer récepteur en sortie de l'installation de distillation et que la température atteint un palier.

6. Lorsque la température décroît de plus de 10 °C, augmenter le réglage de la calotte de manière à chauffer plus fortement.

Remplacer l'erlenmeyer récepteur par un nouvel erlenmeyer dès que la température est de 10 °C plus élevée que lors du palier précédent.

Continuer de noter la température toutes les minutes et observer l'évolution de la distillation.

7. Lorsque la température décroît à nouveau et que le liquide se raréfie dans le ballon, débrancher la calotte.

Couper l'arrivée d'eau au réfrigérant quelques minutes plus tard.

S'assurer que le ballon à 2 cols qui contenait le mélange initial est vide.

? 2. Indiquer si l'élévation de la température en tête de colonne est provoquée par une phase liquide ou par une phase gazeuse.

Décrire le rôle de la colonne de distillation et celui du réfrigérant.

? 3. Sur du papier millimétré en position horizontale, tracer un graphique décrivant l'évolution de la température au cours de la distillation (température  $T = f(\text{temps } t)$ ). Pour le temps en abscisse, utiliser 5 cm = 10 min; pour la température en ordonnée, utiliser 1 cm = 10 °C.

Reporter sur ce graphique les valeurs lues en cours de distillation, ainsi que l'intensité du chauffage de la calotte.

Délimiter 5 zones distinctes sur le graphique, sachant que les zones ② et ④ représentent des paliers de distillation.

Proposer une explication pour rendre compte de l'allure de la courbe de distillation dans chacune des zones ① à ⑤.

♦ Le point d'ébullition (P.E.) représente la température à laquelle une substance passe de la phase liquide à la phase gazeuse. Cette température est donnée à la pression de 1 atm.

Le tableau ci-dessous indique les points d'ébullition à pression atmosphérique de quelques substances pures solides, liquides ou gazeuses courantes

Substance	P.E. [°C]	Substance	P.E. [°C]
acétone $\text{CH}_3\text{COCH}_3$	56.2	éther $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$	34.5
azote	-195.8	fer Fe	2750
chlorure de sodium NaCl	1413	glycérine $\text{HOCH}_2\text{CHOHCH}_2\text{OH}$	290
cuiivre Cu	2567	hexane $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	69
DDT $(\text{ClC}_6\text{H}_4)_2\text{CHCCl}_3$	260	mercure Hg	356.6
eau $\text{H}_2\text{O}$	100	or Au	2807
éthanoate de pentyle $\text{CH}_3\text{COOC}_5\text{H}_{11}$	149	oxygène $\text{O}_2$	-183
éthanol $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	78.5	platine Pt	3827

en chimie et dans la vie quotidienne.

La température à laquelle les deux phases liquide et gaz sont présentes simultanément est une caractéristique de la substance considérée, à une pression donnée: c'est la **température d'ébullition**.

Une substance peut donc être identifiée grâce à la détermination de son point d'ébullition (pour autant que plusieurs substances de caractéristiques similaires ne possèdent pas des points d'ébullition proches).

? 4. Compte tenu de ces informations et des observations expérimentales, identifier les deux substances séparées lors de la distillation.

Indiquer notamment les températures d'ébullition obtenues expérimentalement et les comparer aux valeurs de la table ci-dessus.

Proposer des explications pour rendre compte de l'éventuelle différence entre les valeurs expérimentales et tabulées.

? 5. Pour conclure, préparer un tableau résumant:

- le nom des substances séparées au cours de l'expérience, dans l'ordre de leur séparation,
- le point d'ébullition expérimental de ces substances,
- leur miscibilité ou immiscibilité à l'eau (c'est-à-dire leur faculté à former ou non un mélange homogène avec l'eau).

#### RECUPERATION ET NETTOYAGE

Récupérer les deux fractions séparées par distillation dans le récipient de déchets O (solvants organiques).

Laver la verrerie utilisée à l'eau, puis la rincer à l'eau déminéralisée..

## PREPARATION

**Expérience pour un groupe de 2 étudiants.**

**1. Mélange  $H_2O/C_6H_{14}/CH_3COOC_5H_{11}$ :**

Préparer, pour chaque groupe, un flacon contenant approximativement 30-35 ml d'eau, 30-35 ml d'hexane et 30-35 ml d'éthanoate de pentyle.

La préparation de fractions individuelles, entièrement utilisées par chaque groupe, évite un prélèvement inadéquat (p.ex.: pipetage de l'une ou l'autre des deux phases exclusivement).

**2. Matériel nécessaire pour un groupe de 2 étudiants:**

1 ampoule à décanter de 100 ml

1 bécher de 100 ml

1 entonnoir

pierres à ébullition

1 chronomètre

laine de verre

feuille d'aluminium

1 installation de distillation complète et montée:

- 1 ballon à 2 cols rôdés de 100 ml

- 2 erlenmeyers à col rôdé de 50 ml

- 1 colonne de distillation

- 1 thermomètre

- 1 tête de pont

- 1 réfrigérant à boules

- 2 tuyaux en silicone ( $\varnothing_{int} = 8 \text{ mm}$ ,  $\varnothing_{ext} = 12 \text{ mm}$ ,  $L = 50 \text{ cm}$ )

- 1 calotte chauffante

**3. Durée de l'expérience:**

Environ 90 min de manipulations.

## DISCUSSION

**? 1. Indiquer si le mélange avant séparation est homogène ou hétérogène? Justifier la réponse.**

**Proposer une explication pour rendre compte de la frontière distincte qui existe entre les deux phases du mélange.**

Le mélange initial qui contient de l'eau de l'hexane et de l'éthanoate de pentyle, est un mélange hétérogène, car il se sépare en deux phases non miscibles (il serait d'ailleurs plus correct de parler de mélange possédant une lacune de miscibilité).

La phase la plus dense (l'eau) est en dessous de la phase la moins dense (le mélange homogène d'hexane et d'éthanoate de pentyle). Ces deux phases ne sont pas miscibles car elles présentent une différence de polarités élevée. L'eau est un solvant fortement polaire, tandis que la phase organique est apolaire.

**? 2. Indiquer si l'élévation de la température en tête de colonne est provoquée par une phase liquide ou par une phase gazeuse.**

**Décrire le rôle de la colonne de distillation et celui du réfrigérant.**

Lorsque l'énergie thermique apportée au mélange initial est suffisante pour induire l'ébullition des composés, les molécules de ceux-ci sont littéralement arrachées de la phase liquide, passent en phase gazeuse et montent dans la colonne de distillation.

La température de la colonne de distillation augmente progressivement pour atteindre la température de la phase gazeuse en mouvement ascendant.

Puisque la colonne n'est pas chauffée par un apport externe d'énergie, les molécules des composés les moins volatils passent graduellement de la phase gazeuse à la phase liquide lorsqu'elles gravissent la colonne; sous forme liquide, ces composés retombent alors dans le ballon initial, tandis que le composé le plus volatil, resté sous forme gazeuse, atteint la tête de colonne puis le réfrigérant, où il est recondensé en phase liquide et récupéré.

Le passage de la phase gazeuse à la phase liquide par déficit d'énergie thermique dans la colonne explique qu'on y observe du liquide qui s'écoule vers le bas.

C'est donc le composé le plus volatil en phase gazeuse qui est à l'origine de l'élévation de la température du thermomètre en tête de colonne. La température lue correspond à la température d'ébullition expérimentale de cette substance.

Etant donné que les parois de la tête de colonne et du thermomètre sont à la température d'ébullition expérimentale du composé le plus volatil, les molécules des composés moins volatils qui ont pu atteindre le haut de la colonne sous forme gazeuse se recondensent en phase liquide.

Le réfrigérant a pour but de diminuer rapidement la température de la substance volatile en phase gazeuse, et ainsi de la recondenser en phase liquide.

? 3. Sur du papier millimétré en position horizontale, tracer un graphique décrivant l'évolution de la température au cours de la distillation (température  $T = f(\text{temps } t)$ ). Pour le temps en abscisse, utiliser 5 cm = 10 min; pour la température en ordonnée, utiliser 1 cm = 10 °C.

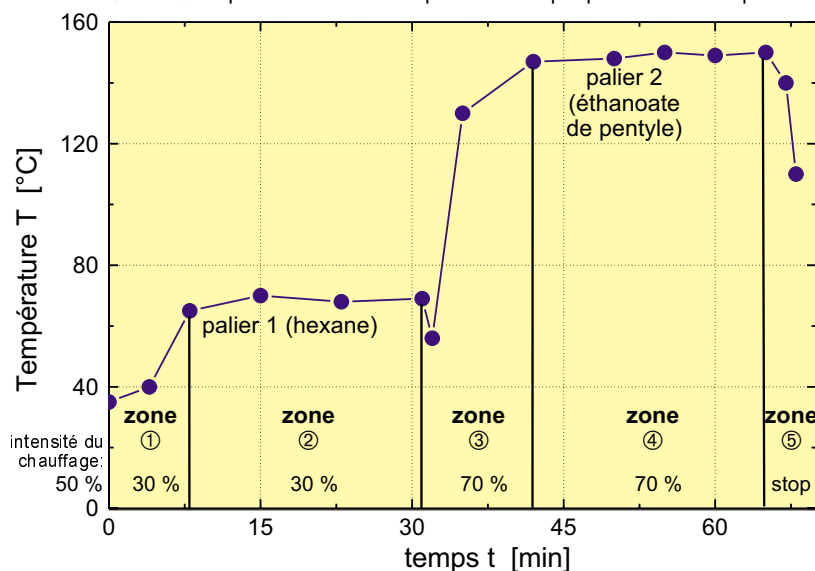
Reporter sur ce graphique les valeurs lues en cours de distillation, ainsi que l'intensité du chauffage de la calotte.

Délimiter 5 zones distinctes sur le graphique, sachant que les zones ② et ④ représentent des paliers de distillation.

Proposer une explication pour rendre compte de l'allure de la courbe de distillation dans chacune des zones ① à ⑤.

Un graphique semblable à la figure ci-dessous devrait être obtenu.

Les zones ① et ③ représentent les laps de temps pendant lesquels la co-



lonne de distillation se réchauffe à la température adéquate pour laisser passer un seul composé en phase gazeuse.

Deux paliers horizontaux apparaissent sur la courbe de distillation, à des températures proches de 67-70 °C, respectivement 145-148 °C (zones ② et ④).

Ces deux paliers correspondent aux points d'ébullition des deux phases présentes dans le mélange homogène obtenu lors de l'étape précédente.

En l'occurrence, l'hexane, qui est plus volatil que l'éthanoate de pentyle, passe en ébullition plus rapidement que ce dernier; les vapeurs d'hexane gravissent plus aisément la colonne de distillation, puis sont condensées lors de leur passage dans le réfrigérant (zone ②).

Durant cette étape, les vapeurs d'éthanoate de pentyle sont condensées avant d'atteindre le haut de la colonne, ce qui permet une séparation efficace des deux substances.

Après distillation de l'hexane, la température au thermomètre redescend un peu, puis augmente; la fraction récupérée est impure, car elle contient un mélange d'hexane et d'éthanoate de pentyle. La dernière fraction ne contient plus que de éthanoate de pentyle (zone ④).

Dans la zone ⑤, la température redescend car il n'y a plus de composé en phase gazeuse dans la colonne et plus de liquide dans le ballon initial.

La séparation par distillation (appelée distillation fractionnée) est basée sur les différences de points d'ébullition (P.E.) entre substances; lorsque ces P.E. sont proches, il est tout de même possible de séparer les substances en utilisant une colonne de distillation plus haute, ou un garnissage différent (perles de verre, céramiques, pièces en acier inoxydable) dans cette dernière.

La distillation est un procédé de séparation couramment employé dans l'industrie pour la purification des substances liquides; les colonnes de distillation industrielles peuvent atteindre 10 m.

**? 4. Compte tenu de ces informations et des observations expérimentales, identifier les deux substances séparées lors de la distillation.**

**Indiquer notamment les températures d'ébullition obtenues expérimentalement et les comparer aux valeurs de la table ci-dessus.**

**Proposer une explication pour rendre compte de l'éventuelle différence entre les valeurs expérimentales et tabulées.**

Les deux substances séparées lors de la distillation sont, dans leur ordre d'apparition, l'hexane puis l'éthanoate de pentyle. La lecture des paliers de distillation indique que l'hexane bout à environ 68 °C et que l'éthanoate de pentyle bout à environ 148 °C. La table indique que les P.E. des deux substances considérées sont à 69 °C, respectivement 149°C.

Une légère différence négative observée entre la température de distillation et le point d'ébullition tabulé provient du fait qu'expérimentalement, la pression atmosphérique n'est pas exactement de 760 mm Hg (1 atm); dans ces conditions, l'installation de distillation est en légère dépression, ce qui, selon la loi des gaz parfaits, provoque un abaissement de la température.

Cette propriété est exploitée à bon escient lorsque la substance à distiller est susceptible de se dégrader thermiquement, ou lorsque son point d'ébullition est trop élevé. Il est dans ce cas possible de placer l'installation de distillation en dépression, afin d'abaisser la température d'ébullition de la substance.

Une différence positive observée pour le premier palier peut être due à un excès de chauffage de la calotte, ce qui fait passer un peu d'éthanoate de

pentyle sous forme gazeuse jusqu'à la tête de colonne, en même temps que les vapeurs d'hexane.

? 5. Pour conclure, dresser un tableau résumant:

- le nom des substances séparées au cours de l'expérience, dans l'ordre de leur séparation,
- le point d'ébullition de ces substances,
- leur miscibilité ou immiscibilité à l'eau (c'est-à-dire leur faculté à former ou non un mélange homogène avec l'eau).

Substance	P.E. expérimental [°C]	miscibilité à l'eau
eau H <sub>2</sub> O	100	-
hexane C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	environ 68	non
éthanoate de pentyle CH <sub>3</sub> COOC <sub>5</sub> H <sub>11</sub>	environ 142	non