

TP IV : Distillation fractionnée propanone-eau**❖ Mots-clés**

Distillation fractionnée, Distillation simple, Acétone, Eau, Séparation de mélanges, Point d'ébullition, Colonne de Vigreux, DNPH (2,4-dinitrophénylhydrazine), Réaction exothermique, Identification des aldéhydes et cétones, Techniques de distillation, Condensation, Vaporisation.

❖ Objectifs du TP

1. **Mettre en œuvre une distillation fractionnée** afin de séparer les constituants d'un mélange homogène d'acétone et d'eau, en exploitant la différence de leurs températures d'ébullition.
2. **Comparer les principes et les rendements** de la distillation simple et de la distillation fractionnée, en analysant leur efficacité pour séparer des mélanges liquides.
3. **Observer et analyser la formation du précipité de 2,4-dinitrophénylhydrazone (DNPH)** pour identifier la présence éventuelle de groupes fonctionnels carbonylés (aldéhydes ou cétones) dans les fractions distillées.
4. **Acquérir une maîtrise pratique du montage et de l'utilisation des équipements de distillation**, tels que la colonne de **Vigreux**, le réfrigérant et les systèmes de récupération de distillat.
5. **Comprendre l'impact des paramètres expérimentaux** (température, vitesse de chauffe, reflux) sur la qualité et la pureté des produits séparés.

VI.1 . Distillation Fractionnée dans l'Industrie Pétrochimique**❖ Principes et Techniques**

Dans le domaine de l'industrie pétrochimique, la séparation des différents hydrocarbures présents dans le pétrole brut est réalisée par distillation fractionnée. Ce processus repose sur des principes thermodynamiques fondamentaux régissant l'équilibre entre un liquide et sa vapeur.

❖ Principe de la Distillation

Lorsqu'un liquide est contenu dans un récipient fermé, il atteint un état d'équilibre avec sa vapeur, caractérisé par une pression de vapeur qui est exclusivement fonction de la température (McCabe et al., 2020). La température d'ébullition d'un liquide correspond à la température à laquelle sa pression de vapeur égale la pression atmosphérique. Ce phénomène est directement lié à la structure chimique des substances impliquées. Dans le cas d'un liquide pur, la distillation simple consiste à chauffer le liquide jusqu'à sa température d'ébullition, permettant aux vapeurs générées de se condenser dans un système de refroidissement et d'être collectées sous forme

liquide. Cependant, lorsqu'un mélange de composés, tels que les composants A et B, est distillé, la distillation simple ne permet pas une séparation complète. En effet, les vapeurs obtenues, bien que plus riches en la substance la plus volatile, conservent encore une certaine proportion de l'autre composé (Perry & Green, 2018).

Afin de pallier cette limitation, la distillation fractionnée est utilisée. Cette méthode implique une série de cycles d'ébullition et de condensation, permettant d'extraire successivement le composé le plus volatil, suivi par les autres substances. Par ailleurs, la distillation sous pression réduite est souvent employée pour les produits susceptibles de se décomposer avant d'atteindre leur température d'ébullition à pression atmosphérique (Roff, 2021).

❖ Technique de Distillation Fractionnée

La distillation fractionnée nécessite un équipement spécifique, comprenant les éléments suivants :

1. Un chauffe-ballon, un ballon à distillation, une colonne de distillation, une tête de colonne, un thermomètre, un réfrigérant et des ballons de récupération (Sinnott & Towler, 2017).
2. Le ballon de distillation doit être rempli au maximum des deux tiers. L'ajout d'une pierre ponce ou d'un matériau poreux est crucial pour éviter la surchauffe et faciliter l'évasion rapide des molécules vaporisées (Young et al., 2019).
3. Le chauffage doit être progressif, permettant une distillation régulière à un rythme de une à deux gouttes par seconde (Gates, 2020).
4. Le thermomètre doit être immergé dans la vapeur du produit en cours de distillation pour garantir des mesures précises (Harvey, 2022).
5. Le réfrigérant doit être conçu pour refroidir efficacement les vapeurs, avec un flux d'eau circulant dans la gaine externe de bas en haut, garantissant ainsi une efficacité optimale (Holliday & Bunt, 2021).

❖ Objectif de l'Expérience

L'objectif principal de cette procédure est de réaliser une distillation fractionnée d'un mélange homogène d'eau et d'acétone. Cette expérience vise à séparer les constituants d'un mélange de propanone et d'eau dans un rapport de 1:1 (v/v), en utilisant la technique de distillation fractionnée pour une séparation efficace des espèces chimiques (Liu & Liu, 2023).

❖ Principe de la Manipulation

Le mélange à distiller est constitué d'eau et d'acétone, deux liquides possédant des températures d'ébullition distinctes. Sous les conditions normales de température et de pression (CNTP), l'eau bout à 100 °C, tandis que l'acétone a un point d'ébullition de 56 °C. Comme l'acétone possède la température d'ébullition la plus basse, elle se vaporise en premier lors du chauffage progressif du mélange. Le distillat recueilli au début du processus sera principalement composé d'acétone, tandis que l'eau restera dans le ballon. Si le chauffage se poursuit, l'eau finira par atteindre son point d'ébullition et pourra être collectée dans un autre récipient, tel qu'un erlenmeyer.

Matériels & Réactifs

▪ Matériels

- Ballon monocl (100 ml), pipette et poire ;
- Chauffe-ballon électrique ou cristalliseur rempli d'eau ;
- Colonne à distiller (colonne de Vigreux) ;
- Tête de colonne et thermomètre ; élévateur ;
- Pierres ponce ; statifs et pinces ;
- Réfrigérant à eau (condenseur) ;
- Erlenmeyer pour la collecte du distillat ;
- Éprouvettes graduées, béchers et tubes à essai.

Produits Chimiques

- Acétone (propanone) ;
- Eau distillée ;
- DNPH (2,4-dinitrophénylhydrazine, réactif de Brady) ;
- Acide sulfurique concentré (H_2SO_4 98 %).

❖ Montage Expérimental

Le montage expérimental se compose de deux configurations distinctes : la distillation simple (Figure IV.1) et la distillation fractionnée (Figure IV.2). Dans le cadre de notre expérience, seule la distillation fractionnée a été utilisée.

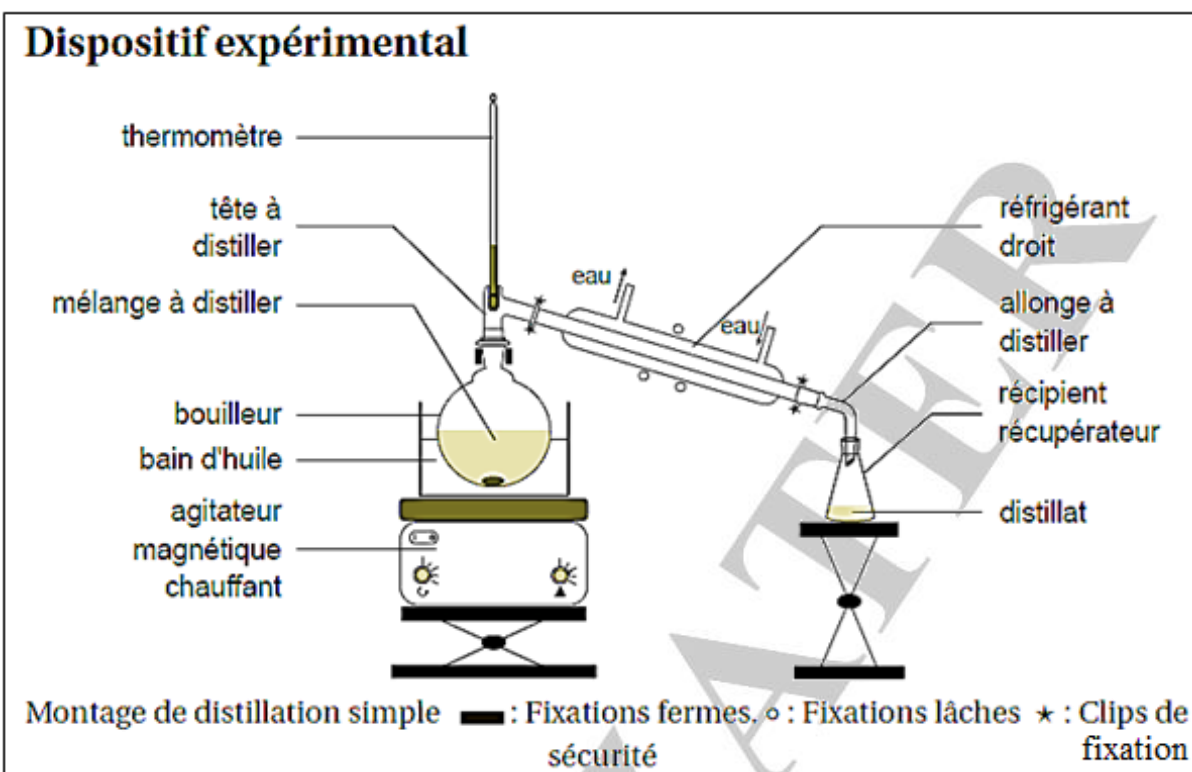


Figure IV.1: Montage de distillation simple

❖ Montage de notre expérience

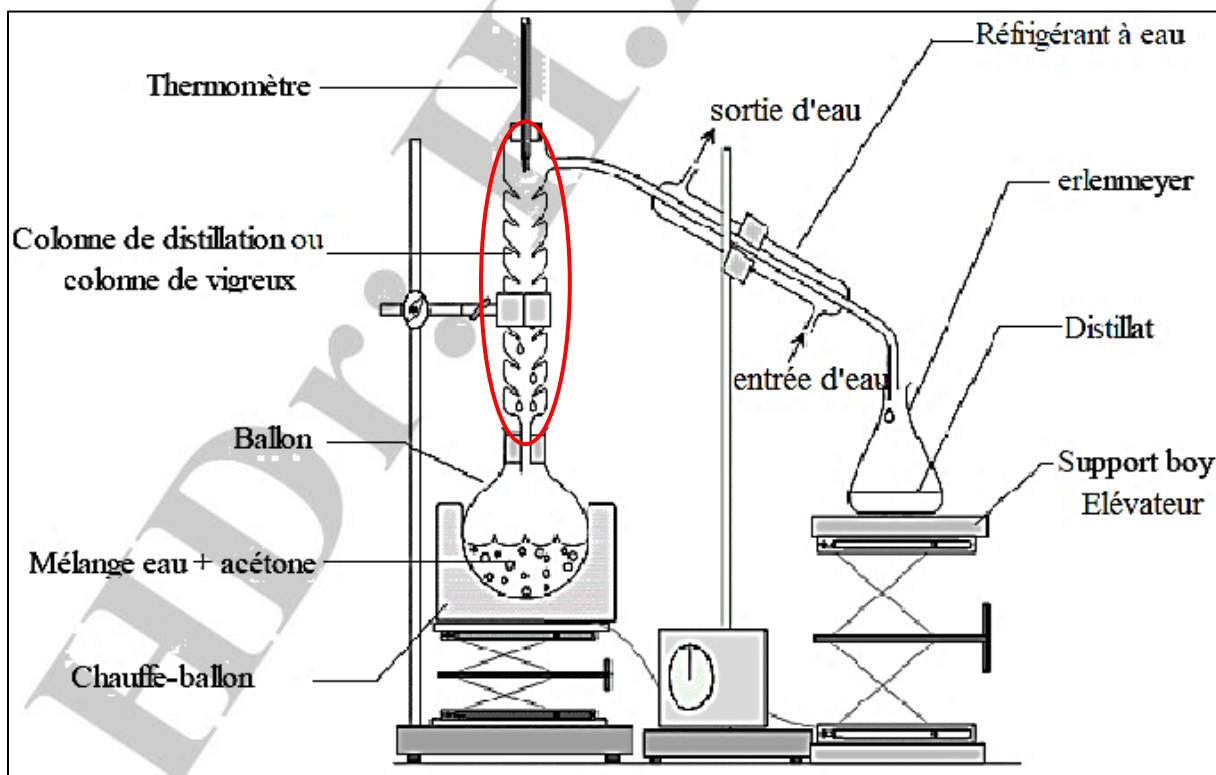


Figure IV.2 : Montage de distillation fractionnée

❖ Protocole expérimental (Figure IV.3)

La figure IV.3 illustre le montage expérimental réalisé dans le cadre de notre laboratoire pédagogique.

❖ Préparation du montage et identification du distillat

La première étape consiste à réaliser soigneusement le montage expérimental de distillation. Pour ce faire, introduire dans un ballon **24 mL** d'eau et **24 mL** d'acétone, en ajoutant quelques grains de pierre ponce afin de faciliter une ébullition homogène et éviter les surchauffes. Le distillat obtenu doit être recueilli dans un erlenmeyer propre. Afin de confirmer la nature chimique du distillat, procéder à un test d'identification à l'aide de la ,4-dinitrophénylhydrazine (DNPH), également appelée «**réactif de Brady**» (Figure IV.3), qui permet de mettre en évidence la présence d'aldéhydes ou de cétones par la formation d'un précipité jaune-orangé caractéristique.



Figure IV.3 : Montage expérimental mis en œuvre au sein de notre laboratoire pédagogique. L'obtention du distillat, suivie de la formation d'un précipité après l'ajout de la 2,4-dinitrophénylhydrazine (DNPH), confirme la présence d'un groupe fonctionnel carbonyle au sein du composé analysé.

➤ Préparation du réactif de DNPH (2,4-dinitrophénylhydrazine)

1. Dissoudre 3 g de DNPH (Figure IV.4) dans un mélange contenant 15 mL d'acide sulfurique concentré (98 %), 20 mL d'eau et 70 mL d'éthanol.
2. Étant donné que la réaction est exothermique, il est conseillé de refroidir le mélange en utilisant de la glace.
3. Ajouter ensuite quelques gouttes de la solution de DNPH à l'échantillon à tester.
4. Si un précipité de couleur jaune-orangé, correspondant au 2,4-dinitrophénylhydrazone, apparaît, cela indique un résultat positif, confirmant la présence d'une cétone ou d'un aldéhyde.
5. En l'absence de formation de précipité, cela suggère que le composé analysé ne correspond pas à l'une de ces deux classes chimiques.

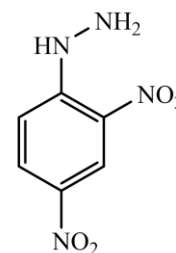


Figure IV.4 : structure du DNPH

Remarque importante : Il est essentiel d'ajouter le composé carbonylé à la solution alcoolique acidifiée de DNPH, et non l'inverse, afin de limiter au maximum la solubilité de l'hydrazone formée dans le composé analysé, ce qui pourrait compromettre l'observation du précipité.

Tests supplémentaires

- **Pour l'identification des alcools** (éthanol et butan-1-ol), il convient de réaliser un test au permanganate de potassium acidifié. La disparition de la coloration violette de la solution constitue une indication positive de la réaction.
- **Pour l'acide acétique**, l'utilisation de papier indicateur pH permet de confirmer son caractère acide par la mesure directe du pH.
- **Précautions de sécurité**

Étant donné que l'acétone est une substance extrêmement inflammable, il est indispensable de la manipuler loin de toute source de chaleur ou flamme nue. Lors de l'introduction du mélange eau-acétone dans le ballon, il est essentiel de veiller à ce que le ballon soit éloigné du dispositif de chauffage, afin de prévenir tout risque de déversement accidentel susceptible de provoquer un incendie. Par ailleurs, avant de commencer le chauffage, il est fortement recommandé de sécher soigneusement la surface externe du ballon pour éliminer toute goutte ou trace de liquide, réduisant ainsi le risque d'inflammation accidentelle.

▪ Variation de la température du mélange au cours de la distillation

Lors du chauffage progressif du mélange, la température augmente jusqu'à atteindre la température d'ébullition de l'acétone, située à **56,1 °C**. À ce stade, la température se stabilise, traduisant le passage de l'acétone de l'état liquide à l'état gazeux à température constante. Une fois que l'acétone a entièrement été évaporée, la température reprend son élévation pour atteindre le point d'ébullition de l'eau, marquant ainsi le début de l'évaporation de celle-ci (voir Figure IV.5).

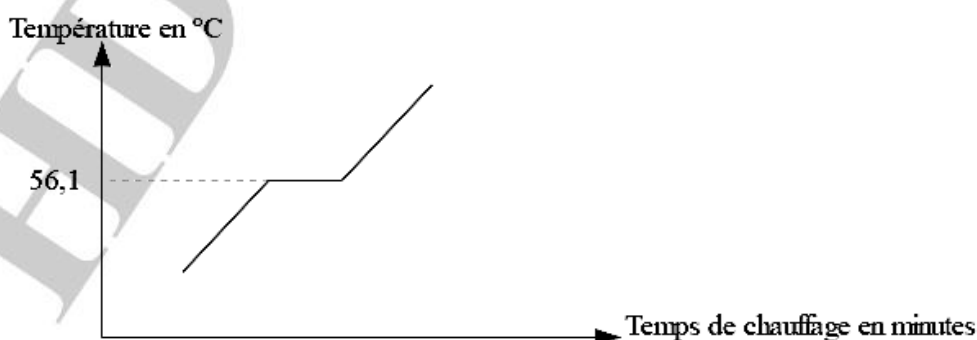


Figure IV.5 : Évolution de la température du mélange en fonction du temps $T = f(\text{Temps})$

❖ Étapes de la distillation fractionnée

1. **Chauffage progressif** : Commencez par chauffer le mélange de manière modérée et continuez à observer l'élévation de la zone d'équilibre liquide-vapeur à l'intérieur de la colonne de distillation.
2. **Stabilisation de la température** : Lorsque cette interface atteint le bulbe du thermomètre, ralentissez l'intensité du chauffage et démarrez la circulation d'eau dans le réfrigérant afin d'assurer un refroidissement efficace des vapeurs.
3. **Collecte du distillat** : Maintenez un débit de distillation régulier, idéalement de **une à deux gouttes par seconde**, tout en surveillant en permanence la température affichée par le thermomètre.
4. **Observation du reflux** : Identifiez le phénomène de reflux se manifestant par le double mouvement dans la colonne : montée des vapeurs et redescente partielle du liquide condensé, contribuant à une meilleure séparation des composants.
5. **Arrêt du chauffage** : Dès que la température au sommet de la colonne augmente à nouveau, interrompez le chauffage et sollicitez l'intervention de l'enseignant pour la validation du dispositif.
6. **Relevé des données** : Notez la température observée au sommet de la colonne et mesurez précisément le volume de distillat recueilli. Ces informations doivent être consignées dans un tableau récapitulatif.
7. **Changement de récipient** : Dès que la température atteint **56 °C**, correspondant au point d'ébullition de l'acétone, remplacez le récipient de collecte afin de séparer la fraction suivante, qui sera principalement constituée d'eau.



Risques liés aux produits et précautions

Les substances utilisées, telles que l'acétone, présentent des risques chimiques spécifiques, notamment leur caractère hautement inflammable. Il est donc impératif de consulter les fiches de sécurité (fournies dans les catalogues et sur les flacons des produits) et d'appliquer strictement les mesures de prévention adaptées (travail sous hotte, éloignement des sources de chaleur, port de lunettes et de gants).

Analyse et exploitation des résultats

1. **Représenter et légender le schéma** d'un montage de distillation fractionnée, en précisant les éléments essentiels du dispositif.
2. **Préciser le rôle de la pierre ponce** dans le déroulement de la distillation.

3. **Décrire l'évolution de la température** observée tout au long du processus de distillation, en expliquant les phénomènes mis en jeu. Analyser les résultats et calculer les rendements des produits distillés.
4. **Identifier la nature des phases** au sein de la colonne lors du reflux : distinguer la vapeur ascendante du liquide redescendant.
5. **Réaliser un schéma annoté** du test d'identification utilisé pour caractériser le distillat et préciser la nature de ce dernier.
6. **Identifier le liquide résiduel** dans le ballon de distillation et proposer une méthode expérimentale adaptée pour vérifier cette identification.
7. **Compléter le tableau suivant** en y inscrivant les propriétés physico-chimiques des deux liquides utilisés dans l'expérience.
8. **Tracer une courbe sur du papier millimétré**, représentant la variation de la température mesurée au sommet de la colonne en fonction du volume de distillat recueilli. Fournir une explication détaillée concernant les plateaux observés sur cette courbe et leur signification en termes de phénomènes thermodynamiques.

Tableau IV.1 : Caractéristiques physico-chimiques des liquides analysés.

	Propan2-one (Acétone)	H ₂ O (eau distillée)
Formule brute		
Masse molaire (g/mol)		
Densité (d)		
Points de fusion F (C°)		
N ²⁰ _D		
Points d'ébullition (C°)		

Conclusion:

9. Quel est l'objectif principal de la distillation fractionnée ?
10. Sur quelle propriété physique fondamentale des substances chimiques repose le procédé de distillation fractionnée ?

Références

1. Gates, W. H. (2020). *Separation Processes in the Chemical Industry*. Wiley-Interscience.
2. Harvey, A. H. (2022). *Thermodynamics and Heat Transfer in Chemical Engineering*. McGraw-Hill.
3. Holliday, A. & Bunt, M. (2021). *Heat Exchanger Design and Operation*. Elsevier.
4. Liu, H., & Liu, Q. (2023). *Distillation Techniques in Chemical Engineering*. Springer Nature.
5. McCabe, W. L., Smith, J. C., & Harriott, P. (2020). *Unit Operations of Chemical Engineering*. McGraw-Hill.
6. Perry, R. H., & Green, D. W. (2018). *Perry's Chemical Engineers' Handbook* (9th ed.). McGraw-Hill.
7. Roff, G. (2021). *Vacuum Distillation: Principles and Applications*. CRC Press.
8. Sinnott, R. K., & Towler, G. (2017). *Chemical Engineering Design: Principles, Practice, and Economics of Plant and Process Design*. Elsevier.
9. Young, P., Kumar, S., & Lee, K. (2019). *Distillation: Principles and Design*. Wiley-VCH.