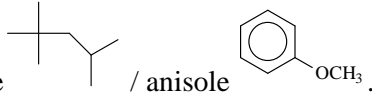


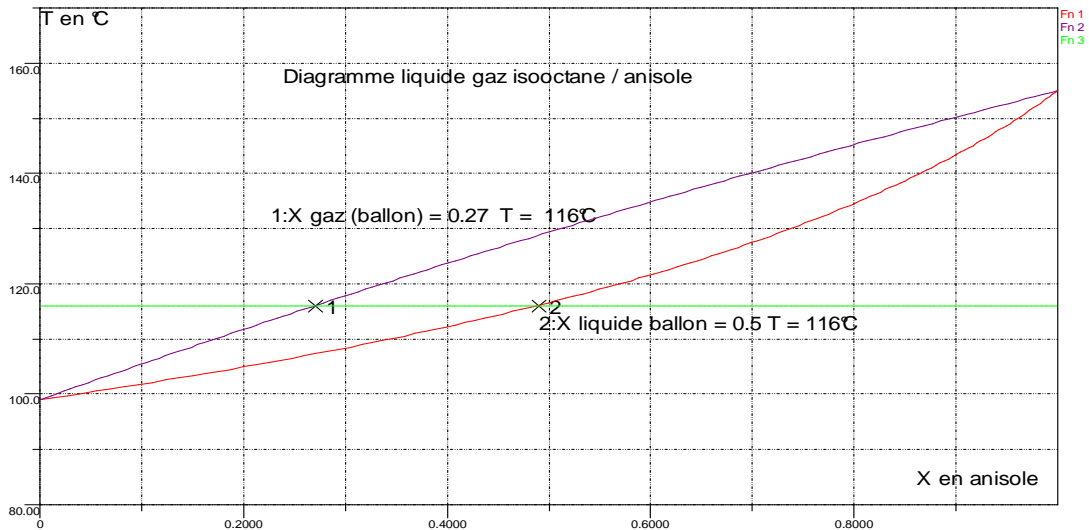
# Etude de la distillation

## I) Distillation d'un mélange zéotrope (liquides miscibles sans azéotrope)

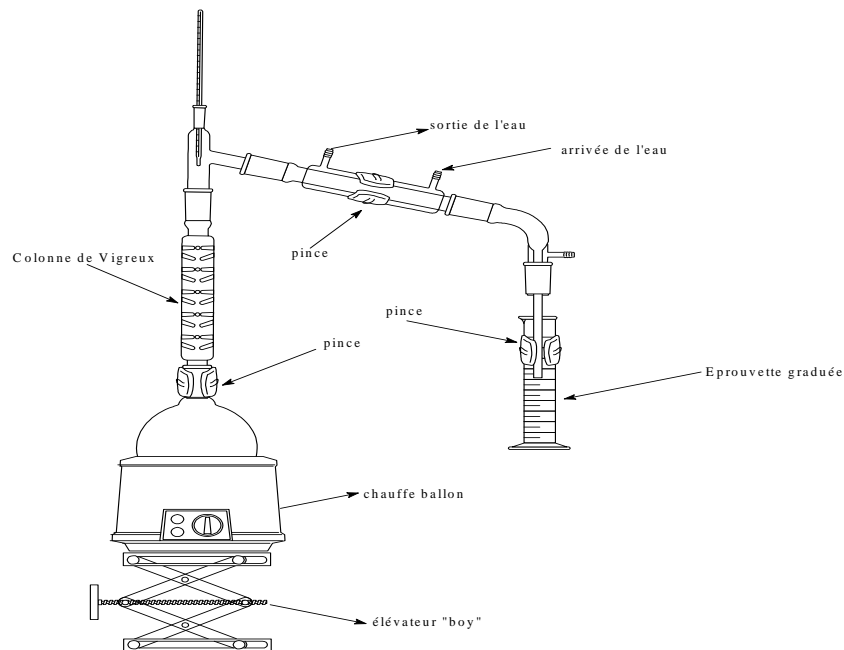
Etudions le mélange iso-octane / anisole



Le diagramme liquide gaz est donné ci-dessous:



Réalisons le montage suivant :



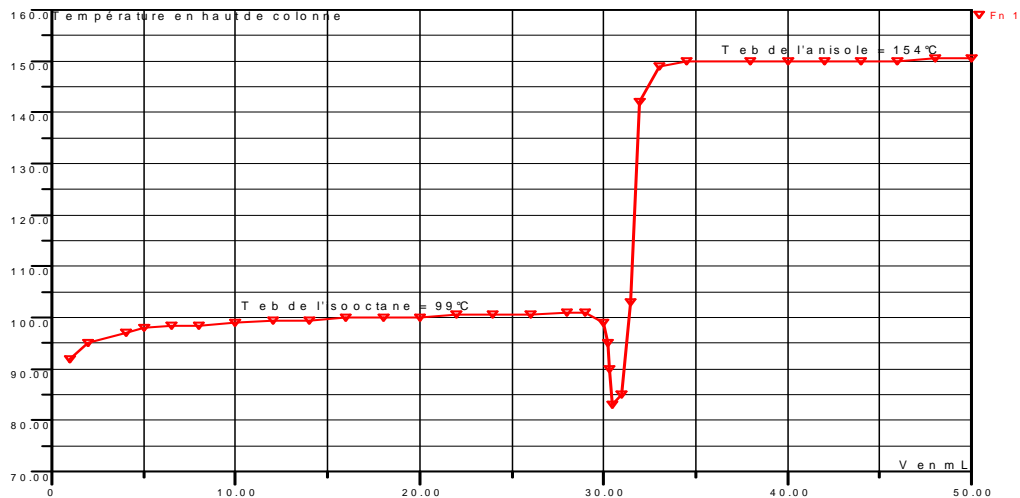
Nous déposons dans le ballon un mélange proche de l'équimolarité.

Lors du début de l'ébullition, la température est de 116°C dans le ballon (point 2). La composition du gaz émis est de 0.27 en anisole.

L'existence d'un fuseau entraîne une différence de composition entre le liquide et le gaz en équilibre à la même température. **C'est le fondement de l'enrichissement en l'un des constituants.**

La colonne de Vigreux permet de réaliser un gradient de température entre le bas et le haut de la colonne. Lorsque le gaz et le liquide de reflux ont envahi toute la colonne, on constate que la température en haut de colonne est proche de 100°C

Cela veut dire que le gaz qui se condense en haut de colonne est de l'isooctane quasiment pur. On a réalisé un fractionnement du mélange, d'où le nom de **distillation fractionnée**. On enregistre le volume de distillat obtenu en fonction de la température en haut de colonne. On obtient ce graphe :

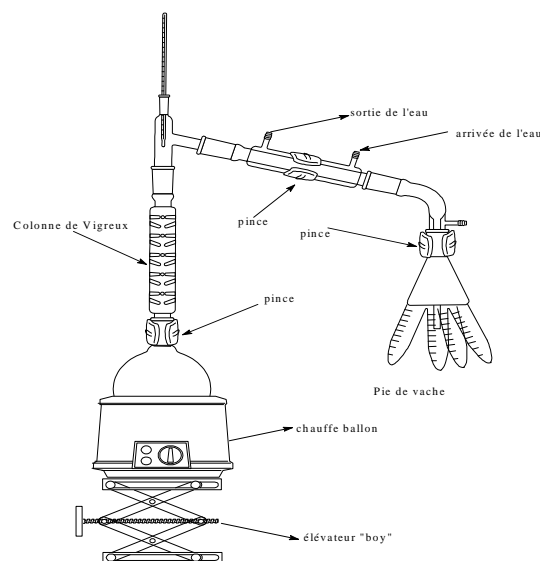


De 0 à 30 ml, la température en haut de colonne reste proche de la température d'ébullition de l'isooctane. Or pendant ce temps, le liquide restant s'enrichi en anisole, donc la température d'ébullition du mélange se rapproche de celle de l'anisole pure. Cela montre le **caractère variable** (élastique) du gradient de température. Vers 30 mL, il y a un « passage à vide ». Les quelques mL recueillis le sont en une durée assez grande. Il faut laisser le temps à la colonne de monter en température. Au-delà de ce volume, le **gradient de température s'annule quasiment**. On distille maintenant de l'anisole presque pure.

Ainsi on peut séparer les deux constituants de ce mélange homogène par distillation successive. Le plus volatil des deux est distillé en premier.

### Montage courant :

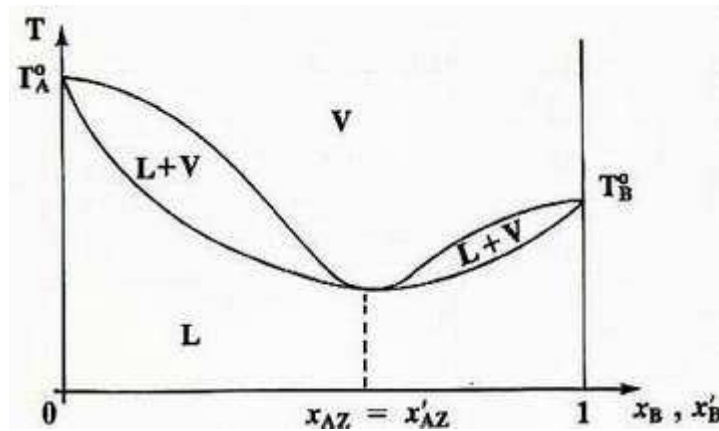
Pour pouvoir recueillir sans difficulté les différentes fractions de distillation, on utilise un « pie de vache ». On met le premier tube sous l'écoulement du réfrigérant pour recueillir le condensat obtenu lors de la montée en température de la colonne (pôt poubelle). On utilise le second pour récupérer le condensat lors du premier palier. On remet le premier pour recevoir le distillat lors de la transition de la température entre les deux paliers (mélange) puis le troisième pour récupérer le corps quasiment pur qui distille lors du deuxième palier.



## II) Distillation d'un mélange homogène azéotropique.

L'existence de la différence de fraction molaire entre les deux phases liquide et gaz à la même température est le fondement de la distillation.

Donc le pincement des courbes de rosée et d'ébullition au point azéotrope joue un rôle d'attracteur. Observons le diagramme suivant :



Si le mélange initial est situé à gauche de  $x_{AZ}$ , on distillera en premier le mélange azéotrope, puis A pur dans un second temps.

Si le mélange initial est situé à droite de  $x_{AZ}$ , on distillera en premier le mélange azéotrope, puis B pur dans un second temps.

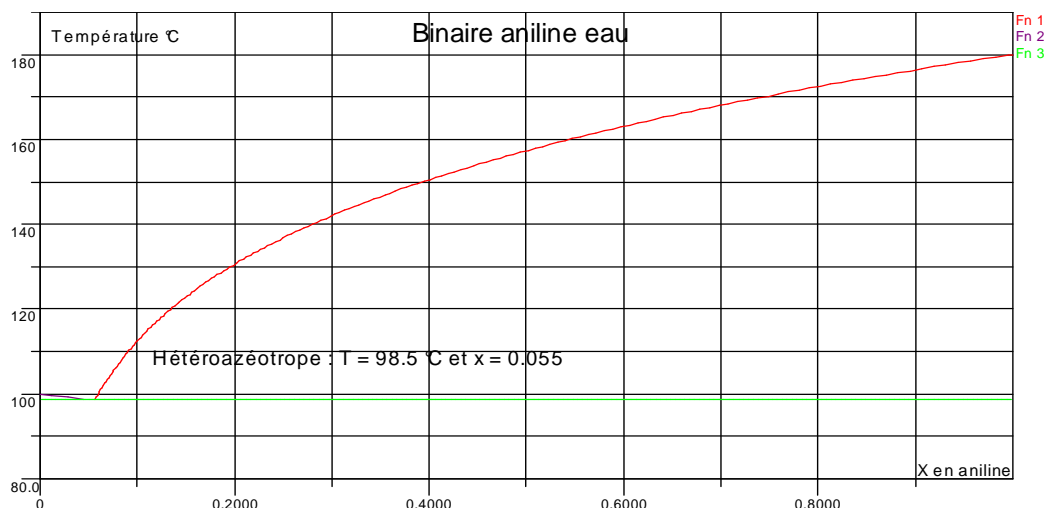
Jamais on pourra obtenir A ET B purs par distillations.

## III) Distillation d'un mélange de liquides non miscibles. Diagramme à hétéroazéotrope.

L'intérêt est de séparer les deux liquides de composés dissous et non volatils (en général des résidus végétaux ou minéraux). L'un des liquides est souvent de l'eau.

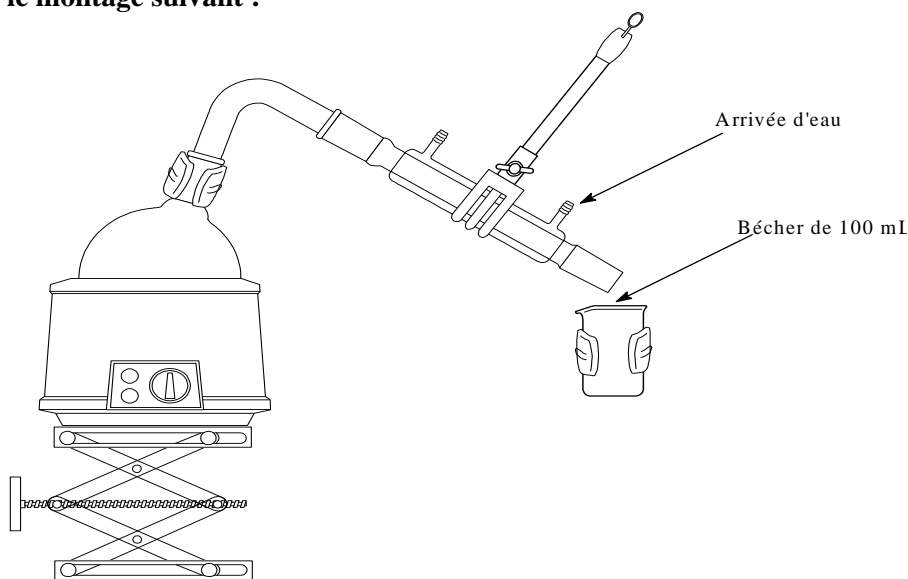
Prenons l'exemple d'un mélange eau / aniline.

Le diagramme binaire est le suivant :



Tant que les deux liquides non miscibles (et pollués) sont dans le ballon et qu'il y a ébullition, le mélange correspond au point hétéroazéotrope. Ainsi, la composition de la phase gazeuse est constante (0.055 en aniline). La température d'ébullition est bloquée à 98.5 °C.

Si l'on opère avec le montage suivant :



On parle **d'hydro distillation**.

Si l'on ajoute un générateur de vapeur d'eau qui envoie de l'eau gaz dans le ballon de distillation pour compenser la perte d'eau, on parle **d'entraînement à la vapeur**.

Dans les deux cas, la colonne de Vigreux est inutile car il n'y a pas de gradient de température.

C'est seulement si l'un des deux liquides est épuisé que la température du ballon peut enfin changer et prendre la valeur de la température d'ébullition du liquide restant.

Comme on distille en général un mélange d'eau et de composés organiques plus précieux que l'eau, on s'arrange pour se situer initialement du côté eau de l'hétéroazéotrope. Ainsi, c'est le composé organique qui vient à manquer en premier. La température en fin de distillation grimpe alors vers 100°C.

Dans tous les cas le distillat se démixte en deux phases : l'eau pure et le composé organique pur. Tous les composés polluants non volatils restent dans le ballon.

**Remarque :**

*En général, la fraction molaire en composé organique est faible. Mais, comme la masse molaire de l'eau est souvent très petite devant celle de ce composé, la fraction massique en composé organique est importante. Ceci signifie que le distillat contient souvent entre un tiers et un quart en masse du composé désiré. L'extraction est assez efficace !*