

LC 28 - Distillation

Niveau: L2

Prérequis:

- * Diagrammes binaires liq-vap
- * Azeotrope
- * Theoreme moment et horizontal
- * Esterification Fisher
- * Deplacement d'equilibre
- * Melange ideal / reel

Bibliographie

- * Durupthy Thermo
- * A.S Bernard : Techn:Q exp
- * Chimie PC/PC* Durupthy

Introduction pédagogique

- * Ce cours se place au niveau L2 car il nécessite que les élèves maîtrisent l'utilisation des diagrammes binaires
- * Ce cours vient après un cours sur les diagrammes binaires L/V, il permet de mettre en application les diagrammes qui peuvent paraître abstraits et déconnectés de la réalité, élèves familiers avec diagrammes, notion mélanges idéaux, réels
- * Dans cette leçon on étudiera des diagrammes isobares qui sont les mieux maîtrisés par les élèves
 - ↳ En TD on pourra étudier les isothermes avec l'évaporateur relatif
- * On a fait le choix de ne pas tracer de courbes d'analyse thermique ou de ne pas calculer de variance par se focaliser sur l'essentiel, c'est à dire la compréhension de la distillation, et certaines applications (prérequis organo et eq)
- * Cette leçon va permettre aux étudiants de faire le lien entre les diagrammes et la réalité, cela peut être difficile, mais on s'efforcera de bien souligner ce lien à chaque fois en explicitant les phases en présence
- * On fait le choix de ne pas parler d'entraînement à la vapeur, on pourra l'aborder en TD
- * Il peut être difficile pour les élèves de comprendre quels produits on arrive à obtenir, surtout dans les cas avec azeotrope et hétéroazeotrope
 - ↳ on le détaillera bien à chaque fois
- * TD étude de binaire par distillation, calcul de quantités obtenues ou de plateau nécessaire
 - ↳ ~~plateau~~ colonne alimentée en continu, étude avec flux
- * TP: Extraction éther, identification d'un mélange inconnu avec séparation
- * Etude Doc sur certaines applications industrielles comme le raffinage du pétrole

Introduction

- * La distillation est une méthode utilisée depuis très longtemps, les premières distilleries apparaissent au IV^{ème} siècle avec la demande en liqueurs, elles étaient réalisées avec des alambics (projo)
- * La distillation est une méthode de séparation des constituants en phase liquide par vaporisation
- * Cette méthode est très utilisée de nos jours que ce soit dans le laboratoire de chimie ou bien en industrie
- * En effet on peut s'en servir pour
 - purifier un brut réactionnel
 - Extraire des composés d'une substance naturelle (huiles essentielles)
 - Séparer des mélanges (industrie pétrolière) (Voitures 6-10 atomes au moins 10-14 atomes) (projo)
 - Déplacement d'équilibre en chimie organique

Objectif : Comprendre le principe de la distillation à l'aide des diagrammes binaires

Transitions : Commençons par regarder la distillation de liquides miscibles

I - Distillation de liquides miscibles

A - Distillation Simple

* Pour commencer on va prendre le cas le plus simple à on va chercher à séparer un mélange idéal de 2 composants comme par exemple l'hexane et le dicane.

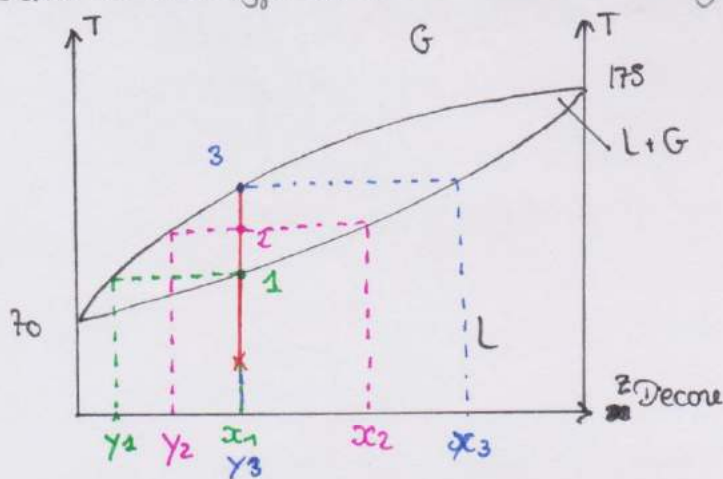
* Pour comprendre ce qu'il se passe, comme on a des mélanges on va devoir regarder des diagrammes binaires

* **Projo** pour le mélange qu'on étudie on a ce diagramme

* Le principe de la distillation est qu'on va chauffer le mélange jusqu'à ébullition, et en sortie on recondense les vapeurs

↳ **projo** : on utilise ce genre de montages

* Quand on chauffe on monte dans le diagramme binaire (faire dessin)



* Au point 1 le gaz a une composition y_1 en dicane $\Rightarrow$ il est $\oplus$ riche en hexane

↳ problème la quantité de gaz est très faible $\Rightarrow$ je chauffe plus ?

* Au point 2 le gaz est $\oplus$ riche en hexane que le mélange de départ, et le liquide est $\oplus$ riche en dicane $\Rightarrow$ si je chauffe plus ?

* Au point 3 : gaz avec composition initiale : pas intéressant, liquide est $\oplus$ riche en dicane, mais en toute petite quantité

Transition : On peut grâce à une distillation simple séparer en partie 2 composés, mais pas complètement (cf évaporateur rotatif)

B. Distillation Fractionnée

- * On a vu qu'on pouvait obtenir un gaz $\oplus$ riche en hexane, quand on le recondense on obtient un liquide plus riche que celui de départ.
- * Mais si on recommençait la même opération avec ce nouveau liquide on pourrait encore augmenter la pureté.
- * C'est exactement ce qu'on fait en distillation fractionnée (projo), mais au lieu de récupérer le distillat et de recommencer, les reconcondensations se font au sein de la colonne.
- * Si on regarde le diagramme binaire, on va juste réaliser une suite de distillation fractionnées.
- ↳ projo on retourne le diagramme car le haut de la colonne est là où il y a la température la plus basse.
- * Partons d'un mélange 50-50.
- * On récupère la première fois un mélange plus riche en hexane : $y_1 = 0,08$.
- * À la fin on a recaté ~~un mélange~~ l'hexane pur et il reste dans le ballon le décane pur.
- * Les horizontales dans le diagramme constituent les plateaux théoriques de la colonne (pour une colonne dépendent hauteur, géométrie, etc. et TP 3 plateaux).
↳ Les diagrammes permettent de nous donner le nombre de plateaux théoriques nécessaires.
- * Si jamais certains produits ont une température d'ébullition trop élevée et qu'en chauffant on risque de dégrader d'autres produits on peut procéder à une distillation sous pression réduite (projo).
- * La distillation fractionnée peut nous permettre de séparer des mélanges avec plusieurs composés.
- * ~~Si on se~~ Comme en haut de colonne les produits sont purs, et mettant un thermomètre, on est censé obtenir une température qui est celle d'ébullition du produit $\Rightarrow$ tant qu'elle est constante on a le même produit.

- * Mais comme vous le savez tout les mélanges ne sont pas idéaux
- * Si on a un azeotrope on ne pourra pas obtenir les deux produits pur: **projo**
 - Azeotrope à maximum on peut obtenir un distillat pur, mais pas le résidu
 - Azeotrope à minimum le distillat est l'azeotrope, et le résidu est un produit pur.
- * C'est la raison pour laquelle on a souvent de l'ethanol à 95%
- ↳ regardons sur diagramme binaire avec l'eau **projo**
- ↳ Sous pression réduite (0,26 bar) l'azeotrope a une composition de 95% en ethanol

Transition : On a vu comment grâce à la distillation on peut obtenir des produits purs par des liquides miscibles, mais on va voir qu'avec des liquides non miscibles on peut extraire par exemple de l'essence du clou de girofle (utile en parfumerie)

II - Distillation de liquides non miscibles

A - Hydrodistillation

* Pour faire une hydrodistillation on utilise le même montage que celui d'une distillation simple avec une ampoule de coulée en plus (projo)

* La première question est pourquoi de l'eau ?

↳ peu cher, non toxique

↳ facilement séparable car non miscible

↳ possible à grande échelle

* Comme l'eau n'est pas miscible avec l'essence on obtient un diagramme binaire à hétéroazéotrope (projo)

↳ on voit déjà qu'on aura une température d'ébullition de 99°C au lieu de 253°C pour l'essence seul $\Rightarrow$ à 253°C on aurait dégradé le clou de girofle, ici on peut bien moins chauffer

* Le but est de mettre une très grande quantité d'eau pour être dans la partie de gauche

↳ à l'ébullition on récupère une vapeur à la composition de l'hétéroazéotrope

↳ ensuite une extraction nous donne l'essence

* Cette technique est utilisée industriellement

* Plus attention comme on chauffe parfois on dégrade quand même les produits comme pour le jasmin (hydrocarbure puis éthanol)
en fleurage $\Rightarrow$ celle se gâche cf le parfum

Transition : On a vu qu'on pouvait se servir de la distillation quand on a de l'eau en excès, mais peut-on utiliser la situation inverse

B. Le Dean - Stark

- * Dans le cas de certaines réactions chimio, comme l'esterification de Fischer **projo** on produit de l'eau
- * La réaction se fait dans le cyclohexane, qui n'est pas miscible avec l'eau **projo**.
- * Quand on va porter à ébullition, on va éliminer l'azéotrope au milieu, qui contient de l'eau
↳ comme on élimine un produit on va déplacer la réaction dans le sens direct
- * **Projo** les vapeurs montent et sont recondensées, mais elle ne retombe pas dans le ballon
- * Il faut un solvant $\oplus$ léger que l'eau pour qu'il aille au dessus et qu'il puisse déborder et retourner dans le ballon
↳ évite de ne plus rien avoir dans le ballon
- * On peut mesurer le volume d'eau produit pour savoir si la réaction est totale
- * La distillation nous permet ici d'avoir une réaction totale

Conclusion La distillation est une méthode qui nous permet dans un premier temps de séparer des produits, avec des grandes colonnes industrielles (**projo**) on peut réussir à séparer un grand nombre de produits du pétrole.

On peut ensuite se servir de la distillation pour extraire des produits ou rendre des réactions totales

$\Rightarrow$ Pour bien comprendre ce qu'il se passe il faut toujours regarder les diagrammes binaires