

## F05\_Distillations

La distillation est la principale méthode de séparation des constituants d'un mélange liquide, utilisant les différences entre leurs températures d'ébullition respectives.

La distillation permet la purification des composés liquides mais elle est aussi utilisée pour isoler un produit au fur et à mesure de sa formation, pour déplacer un équilibre chimique ou éliminer un solvant.

### A- Distillation sous pression atmosphérique

#### 1°) Distillation simple

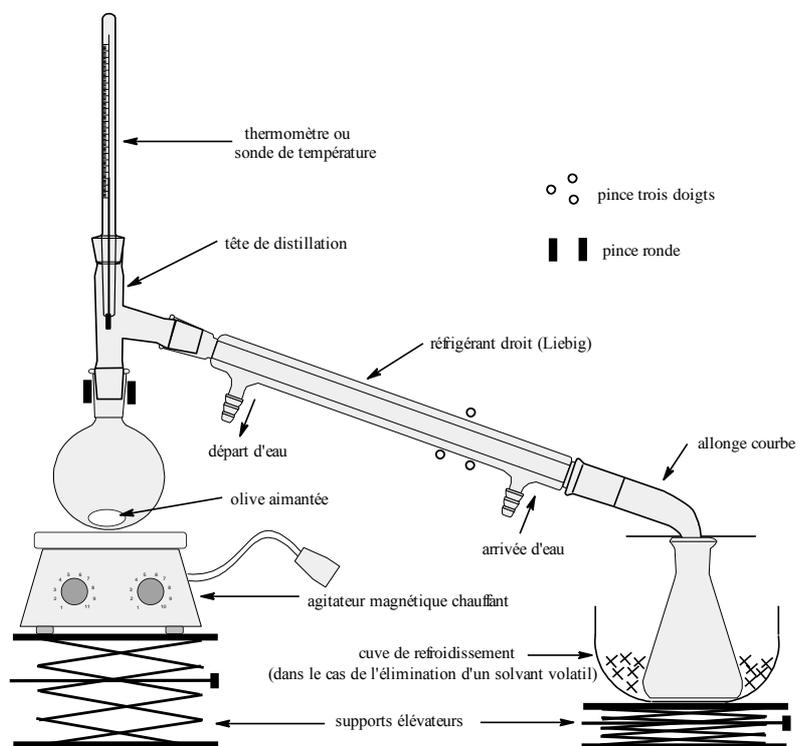
On effectue une distillation simple lorsque l'on veut séparer deux composés dont les points d'ébullition diffèrent d'au moins 60 à 80 °C. La plupart du temps, ce montage sera utilisé pour concentrer une solution (retirer le solvant) ou pour extraire un azéotrope du milieu réactionnel par hydrodistillation.

- L'ensemble du montage doit être fermement maintenu en deux points.

- Le support élévateur sous le chauffe-ballon ou la plaque chauffante est indispensable car la distillation doit pouvoir être stoppée à tout instant. Le montage doit être fixé assez haut pour que le support élévateur puisse jouer pleinement son rôle.

- Le ballon ne doit pas être rempli au-delà de la moitié de son volume et ne doit pas non plus être trop grand car l'augmentation du volume du ballon limite le rendement de la distillation. Il faut placer un petit aimant afin d'avoir une température homogène dans le ballon et de réguler l'ébullition.

Le réfrigérant est du type « Liebig » (tube intérieur droit). L'alimentation se fait de façon telle que l'eau entre par le bas du réfrigérant.

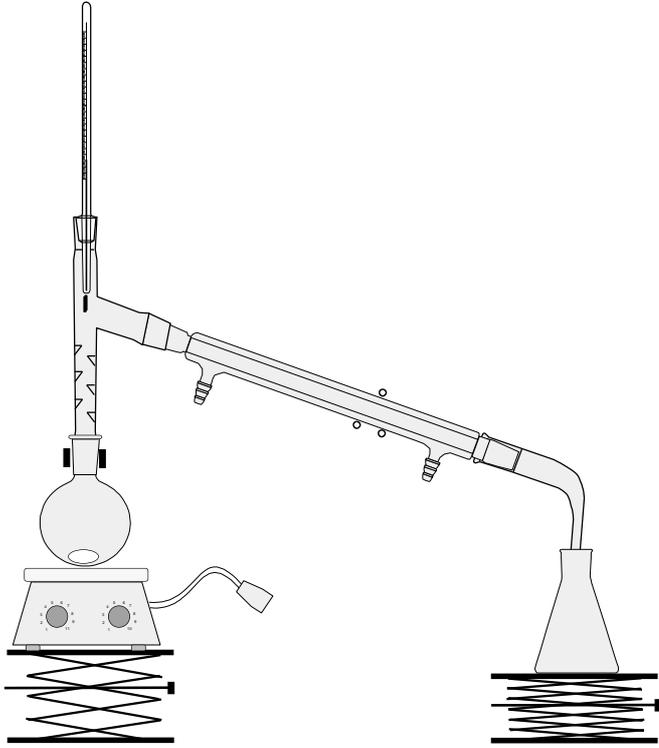


- Si on souhaite suivre l'évolution de la température des vapeurs qui vont se condenser dans le réfrigérant, on placera soit un thermomètre ou une sonde de température en tête de colonne.

- La partie terminale du montage comporte le système de recueil du composé que l'on distille ; c'est le plus souvent un erlenmeyer que l'on place dans la glace et que l'on recouvre d'un papier filtre et que l'on place dans un bain de glace si l'on distille un solvant volatil.

#### 2°) Distillation fractionnée

Le montage diffère de celui de la distillation simple par la présence d'une colonne Vigreux (à la place d'une colonne vide) entre le ballon et le réfrigérant. On peut ainsi mieux séparer les composants du mélange. La température diminue quand on monte dans la colonne ce qui fait que l'on a une succession d'équilibres liquide-vapeur. Le système est équivalent à une suite de distillations simples successives.



- La taille de la colonne dépend des produits à séparer. Si les produits à séparer ont des températures d'ébullition voisines, il faut utiliser une grande colonne qu'il conviendra de calorifuger en l'entourant d'un papier d'aluminium contenant du coton de façon à limiter les échanges avec le milieu extérieur.
- La partie terminale du montage comporte le système de recueil des fractions de distillation qui est le plus souvent un simple erlenmeyer que l'on change à chaque nouvelle fraction.
- Au lycée, les différentes parties de verrerie sont reliées par des bouchons en caoutchouc troués, qu'il faudra munir de glycérine afin de faciliter le montage et démontage.

### 3°) Réalisation de la distillation

Le mélange est chauffé progressivement. Les vapeurs dégagées montent dans la colonne où s'établissent rapidement les premiers équilibres liquide-vapeur. En quelques instants, la colonne est « chargée » et les premières gouttes de liquide apparaissent en haut du réfrigérant.

On recueille trois fractions :

- la fraction de tête : la température en haut de la colonne est inférieure à la température du produit recherché
- la fraction principale appelée aussi fraction de cœur : la température en haut de la colonne reste constante tant que la vapeur qui se condense dans le réfrigérant est pure
- la fraction de queue : lorsque le produit en haut de la colonne n'est plus pur, la température lue sur le thermomètre n'est plus constante. Elle diminue et peut ensuite remonter si un deuxième composé distille.

#### Précautions à prendre :

- il convient de régler le chauffage afin d'éviter l'engorgement de la colonne c'est à dire la formation d'un « bouchon » de liquide au milieu de la colonne
- **le ballon ne doit jamais être chauffé à sec en fin de distillation**

### B- Distillation sous pression réduite

Un liquide bout lorsque sa pression de vapeur saturante est égale à la pression extérieure. La température d'ébullition peut être abaissée par réduction de la pression imposée.

Une distillation sous pression réduite permet de distiller :

- des composés dont le point d'ébullition sous pression atmosphérique est élevé et impossible à atteindre avec les moyens de chauffage « classiques »
- des composés « fragiles » qui se dégradent thermiquement ou qui s'oxydent à l'air

En pratique, les composés dont le point d'ébullition est supérieur à 160 °C sont généralement distillés sous pression réduite.

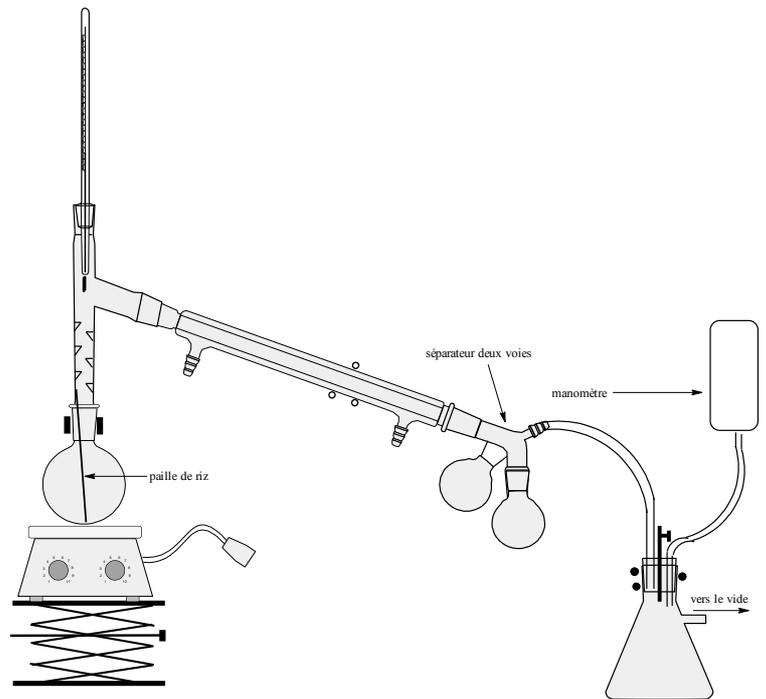
### 1°) Montage

Le montage est analogue à celui de la distillation sous pression atmosphérique sauf en ce qui concerne le dispositif de régulation de la pression interne.

- L'allonge courbe est remplacée par un séparateur deux voies et est reliée à la pompe à vide par l'intermédiaire d'un manomètre et éventuellement d'une garde à  $\text{CaCl}_2$ .

- La pierre ponce, vite épuisée sous pression réduite, doit être remplacée par un autre moyen de régulation de l'ébullition. On introduit dans le ballon un brin de paille de riz dont l'une des extrémités est au fond du ballon et l'autre largement au-dessus du niveau du liquide. Une vigoureuse agitation magnétique peut également convenir.

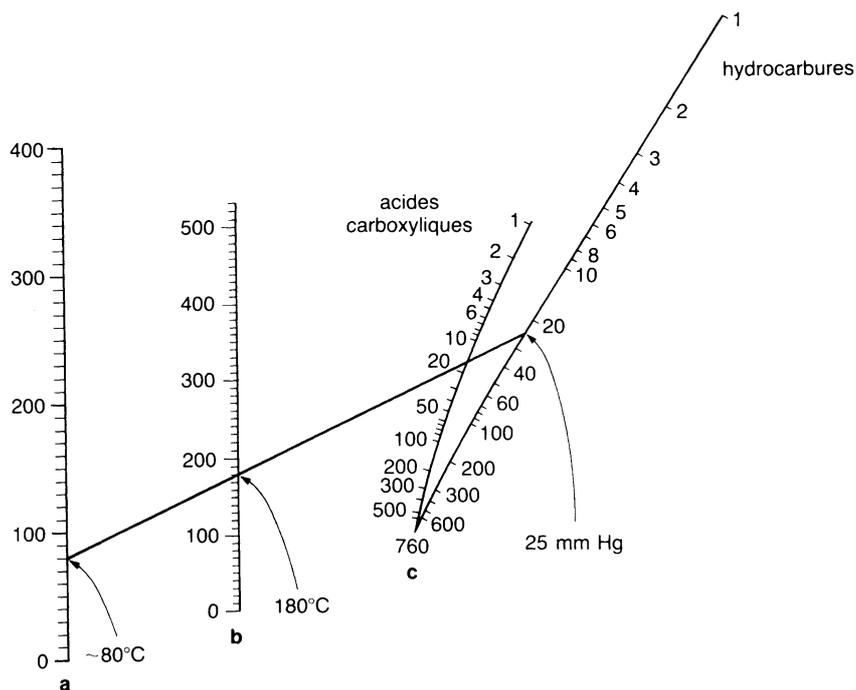
- L'étanchéité étant de rigueur, il faut bien choisir les bouchons (plutôt un peu trop gros de façon à ce qu'ils ne soient pas aspirés lorsque l'appareillage sera mis sous vide).



### 2°) Réalisation de la distillation

La distillation est menée comme une distillation sous pression atmosphérique mais l'ébullition peut être assez « heurtée ».

- **En fin de distillation, il est impératif de laisser le montage refroidir** avant de le remettre sous pression atmosphérique afin d'éviter les risques d'implosion et les dégradations des produits distillés.



Abaque « température-pression »

On aligne le point d'ébullition normal (colonne b) avec la pression mesurée (colonne c) ;

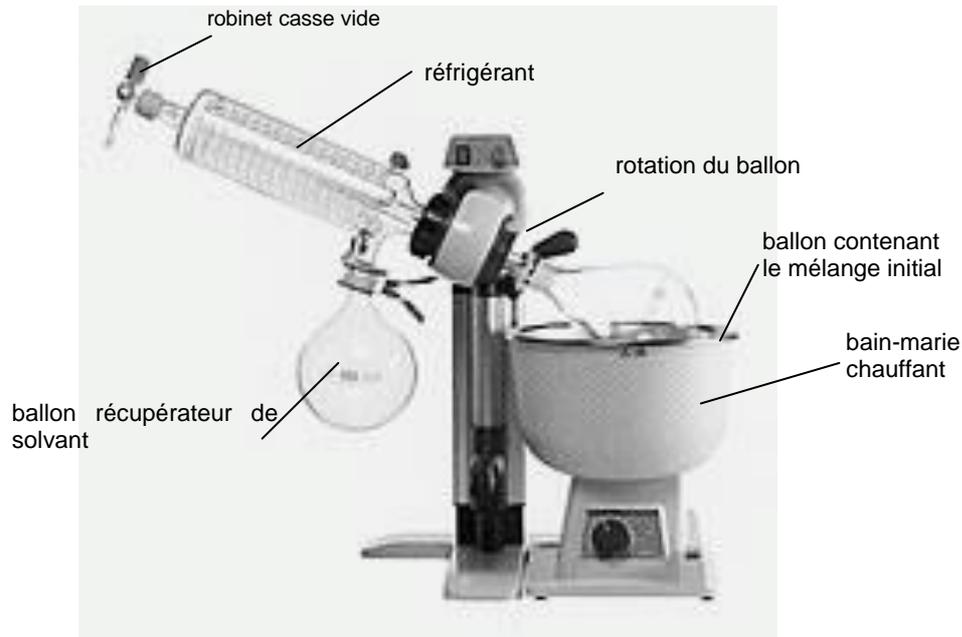
**la température d'ébullition est alors lue sur la colonne a.**

## C- L'évaporateur rotatif

Un évaporateur rotatif permet d'effectuer la distillation d'un solvant rapidement. Le principe de son fonctionnement repose sur l'évaporation et la condensation du solvant à l'aide d'un ballon d'évaporation rotatif.

Pour chasser le solvant plus rapidement, il est possible de travailler sous pression réduite.

### 1°) Montage



### 2°) Fonctionnement

- Le moteur assure une rotation continue à vitesse constante (et réglable) du ballon contenant le mélange. Le ballon et son contenu sont réchauffés à l'aide du bain-marie. A l'intérieur du ballon en rotation, une fine pellicule de liquide se forme sur la surface ce qui augmente le taux d'évaporation du solvant. De plus, la rotation assure un mélange homogène du contenu du ballon et évite une surchauffe locale.
- La vapeur du solvant pénètre dans le réfrigérant et y est condensée.
- Le solvant est récupéré dans le ballon prévu à cet effet. L'évaporation étant endothermique, il est souhaitable que le ballon récupérateur de solvant soit refroidi.
- Le vide (le fait de mettre l'appareil sous pression réduite) permet d'abaisser la température d'ébullition du solvant ce qui permet de le chasser plus rapidement.
- \* L'évaporation des solvants très volatils (par exemple l'éther diéthylique) peut être très vive.

#### **Utilisation de l'évaporateur rotatif :**

- Amener son Buchi (ballon poire) bouché avec un valet (surtout ne pas laisser d'olive dans le Buchi).
- Vérifier la propreté de l'évaporateur rotatif et l'allumer.
- Faire circuler l'eau de refroidissement.
- Graisser (graisse spéciale) l'embout de l'évaporateur rotatif et y accrocher le ballon en le maintenant toujours d'une main.
- Mettre la pompe et le robinet de vide en route.
- Mettre l'agitation du ballon en route.
- Fermer doucement l'embout noir pour diminuer la pression dans l'évaporateur rotatif, puis tourner lentement le robinet en verre.
- Surveiller que l'ébullition dans le ballon ne soit pas trop violente.
- Si besoin, plonger le ballon dans le bain d'eau chaude (en fonction des températures d'ébullition des solvants à éliminer).

Lorsque l'élimination du solvant est finie, faire toutes les étapes **en sens inverse**. Ne pas oublier de vider le ballon de récupération dans le bidon à solvant organique (halogéné ou non), puis le rincer à l'acétone.

Remarque : Le volume de la solution ne doit pas dépasser le tiers du volume total du Buchi.