

TPO 03 : Purification d'un liquide : techniques de distillation

Objectifs de la séance :

- Se familiariser avec les techniques suivantes : utilisation de l'évaporateur rotatif, distillation fractionnée et hydrodistillation
- Conserver les fractions obtenues en vue d'analyses par mesure d'indice de réfraction lors de la séance de 2h suivante
- Conclure sur la particularité et les conditions d'utilisation de chacune des techniques.

Les 3 manipulations sont à réaliser par binôme.

I L'évaporateur rotatif

Le butan-1-ol est dissous dans le dichlorométhane. (Proportions 50/50). L'objectif de cette partie est d'éliminer le dichlorométhane.

- Introduire 30 mL du mélange dans un Buchi (ballon poire pour évaporateur rotatif) préalablement taré et le fixer à l'évaporateur rotatif.

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 du l'évaporateur rotatif.
- Graisser (graisse spéciale) l'embout de l'évaporateur rotatif et y accrocher le ballon.
- Faire circuler l'eau de refroidissement.
- 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.

- Une fois le solvant éliminé, peser le butan-1-ol et le conserver pour les analyses.

➡ **Résultats dans la fiche de résultats sur le cahier de labo.**

➡ **CR :**

I-a- Dessiner les molécules du mélange et préciser leur polarité ainsi que les caractéristiques physico-chimiques suivantes : masse molaire, densité, température d'ébullition, indice de réfraction.

I-b- A l'aide de vos connaissances sur les interactions intermoléculaires, expliquer pourquoi le mélange est homogène.

I-c- Expliquer sur quel principe physique repose la séparation effectuée.

I-d- Compléter la feuille de résultats.

I-e- Calculer le rendement de séparation et commenter vos résultats.

I-f- Conclure quant à l'efficacité de la séparation effectuée.

II La distillation fractionnée sous pression atmosphérique

Le mélange à séparer contient du butan-1-ol, de l'acétate d'éthyle et du pentan-1-ol (proportions 1/3 -1/3 -1/3). L'objectif de cette partie est de séparer ces trois espèces chimiques à l'aide d'une distillation fractionnée sous pression atmosphérique.

- Réaliser le montage de distillation fractionnée, et le faire vérifier par le professeur.
- Distiller 30 mL du mélange et récupérer les 3 fractions dans des erlenmeyers propres, secs et tarés. Au vu des températures d'ébullition des fractions, il sera peut-être nécessaire de placer les erlenmeyers dans un bain de glace afin de limiter l'évaporation des distillats.
- Peser les liquides séparés et les conserver pour les analyses.
- Injecter en CPG chacune des fractions ainsi que le mélange initial. (Un chromatogramme CPG doit contenir un titre et les informations importantes doivent être surlignées au fluo.)

➡ **Résultats dans la fiche de résultats sur le cahier de labo. Joindre les chromatogrammes CPG.**

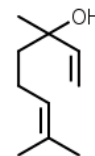
➡ **CR :**

- II-a- Dessiner les molécules du mélange et préciser leur polarité ainsi que les caractéristiques physico-chimiques suivantes : masse molaire, densité, température d'ébullition, indice de réfraction.
- II-b- A l'aide de vos connaissances sur les interactions intermoléculaires, expliquer pourquoi le mélange est homogène.
- II-c- Expliquer sur quel principe physique repose la séparation effectuée.
- II-d- Compléter la feuille de résultats.
- II-e- Calculer le rendement de séparation et commenter tout vos résultats.
- II-f- A l'aide des spectres CPG, et en assimilant le %surface au %massique (méthode des aires), déterminer la pureté de chaque échantillon.
- II-f- Conclure quant à l'efficacité de cette séparation.
- II-g- Dans quel cas serait-il plus judicieux de travailler sous $P_{\text{réd}}$? Justifier.

III Hydrodistillation

L'objectif de cette partie est d'extraire le linalol (ci-contre) des fleurs de lavande à l'aide d'une hydrodistillation.

- Remplir le ballon avec 10 g de graines de fleurs de lavande et de l'eau (moitié du volume du ballon).
- Réaliser le montage d'hydrodistillation pour extraire l'huile essentielle de la lavande et le faire vérifier par le professeur.
- Distiller jusqu'à l'obtention d'un volume de distillat d'environ 30 mL ; surveiller régulièrement le niveau d'eau et en rajouter si nécessaire.
- Pendant le chauffage, préparer le montage de décantation et le suivi CCM (éluant : cyclohexane et références : linalol et huile essentielle de lavande commerciaux).
- Réaliser la décantation en rajoutant une 20^{aine} de mL d'eau saturée en NaCl au distillat.
- Récupérer l'huile essentielle dans un erlenmeyer taré bien sec et de contenance adaptée.
- Peser l'huile essentielle.
- Réaliser un spectre IR et mesurer conserver l'huile essentielle dans un pilulier.
- Réaliser la CCM en ajoutant un dépôt pour l'huile essentielle extraite dissoute dans l'éthanol et révéler au permanganate. Coller la plaque et la légènder dans le cahier de labo.



➡ **Résultats dans la fiche de résultats sur le cahier de labo.**

➡ **CR :**

- III-a- Préciser la polarité de la molécule de linalol ainsi que les caractéristiques physico-chimiques suivantes : masse molaire, densité, température d'ébullition.
- III-b- A l'aide de vos connaissances sur les interactions intermoléculaires, expliquer pourquoi le linalol et l'eau forment un mélange hétérogène.
- III-c- Expliquer le rôle du relargage.
- III-d- Compléter la feuille de résultats.
- III-e- Calculer le rendement d'extraction et commenter tous vos résultats.

➡ **CR : BILAN**

- IV- Expliquer les spécificités de chaque technique, et comment choisir la mieux adaptée pour un mélange donné.

Feuille de résultats TPO 03

Noms du binôme :

I Evaporateur rotatif

$m_{\text{mélange introduit}} =$ g $m_{\text{butan-1-ol recueilli}} =$ g $V_{\text{butan-1-ol recueilli}} =$ mL

Calcul du rendement de la séparation :

Conclusion :

$n^D_{\text{mesuré}} =$ à $T^\circ =$ $n^D \text{ à } 20^\circ\text{C} =$

II Distillation fractionnée (P_{atm})

$T_{\text{éb AcOEt tabulée}} =$ $T_{\text{passage AcOEt mesurée}} =$

$T_{\text{éb BuOH tabulée}} =$ $T_{\text{passage BuOH mesurée}} =$

$T_{\text{éb pentan-1-ol tabulée}} =$ $T_{\text{passage pentan-1-ol mesurée}} =$

$V_{\text{mélange introduit}} =$ mL

Densité des trois produits : $d_{\text{AcOEt}} =$ $d_{\text{BuOH}} =$ $d_{\text{pentan-1-ol}} =$

$m_{\text{AcOEt recueilli}} =$ g $V_{\text{AcOEt recueilli}} =$ mL

Calcul du rendement de la séparation :

$m_{\text{BuOH recueilli}} =$ g $V_{\text{BuOH recueilli}} =$ mL

Calcul du rendement de la séparation :

$m_{\text{pentan-1-ol recueilli}} =$ g $V_{\text{pentan-1-ol recueilli}} =$ mL

Calcul du rendement de la séparation :

Pour AcOEt : $n^D_{\text{mesuré}} =$ $T^\circ :$ $n^D_{\text{tabulé}} =$

Pour BuOH : $n^D_{\text{mesuré}} =$ $T^\circ :$ $n^D_{\text{tabulé}} =$

Pour pentan-1-ol : $n^D_{\text{mesuré}} =$ $T^\circ :$ $n^D_{\text{tabulé}} =$

III Hydrodistillation

$m_{\text{fleurs}} =$ g $m_{\text{huile essentielle}} =$ g Rdt d'extraction :