

Chapitre 15 :

Distillation : **technique** de séparation de 2 liquides miscibles (solubles l'un dans l'autre) basée sur la différence de température d'ébullition entre ces 2 liquides.

Exemple : la distillation d'un vin (mélange d'eau et d'éthanol). A $P = 1013 \text{ hPa}$, l'éthanol a une température d'ébullition $T_{eb}(\text{éthanol}) = 78 \text{ }^\circ\text{C}$, l'eau $T_{eb}(\text{eau}) = 100 \text{ }^\circ\text{C}$. En chauffant le mélange homogène de ces 2 liquides, le 1er à passer sous forme gazeuse est celui qui a la température d'ébullition la plus basse (ici l'éthanol, à 78°C). Les vapeurs passent en tête (de colonne) et sont refroidies dans le réfrigérant (droit). Un changement d'état a lieu, les gaz passent à l'état liquide (liquéfaction), ce liquide arrive dans le récipient récupérateur. **Tant que toute l'espèce qui a la température d'ébullition la plus basse (ici l'éthanol) n'est pas passée en tête de colonne, la température reste stable (ici $T_{eb}(\text{éthanol}) = 78 \text{ }^\circ\text{C}$). Si en tête de colonne, la température remonte, on arrête la distillation, car l'eau va passer à l'état gaz.**

La **distillation** est un procédé permettant la séparation de différentes espèces chimiques liquides à partir d'un mélange homogène. La distillation consiste à porter le mélange à l'ébullition et à recueillir, après une vaporisation et une condensation, un liquide appelée le **distillat**. Celui-ci correspond au produit le plus volatil qui a le point d'ébullition le plus bas et qui distille en premier.

Dans le ballon, il reste la fraction dite lourde appelée le **résidu**. Les applications de la distillation sont :

- l'élimination d'un produit en cours de réaction chimique ou d'un solvant,
- l'isolation d'un composé naturel ou de plusieurs composés, obtenus après une réaction chimique.
- la purification d'un composé.

1. Distillation simple (sans colonne) :

La **distillation simple** est utilisée pour séparer des espèces à l'état liquide dont les températures d'ébullition sont très différentes.

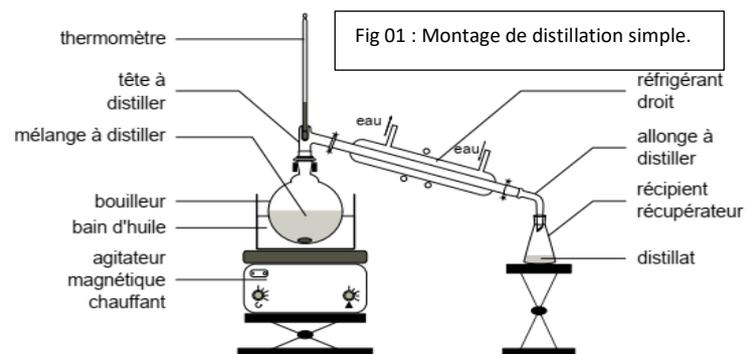
Le mélange à distiller est placé dans un **ballon** appelé **bouilleur** chauffé à une température suffisante pour atteindre l'ébullition.

Il est surmonté d'une **tête (de colonne) à distiller** reliée à un **réfrigérant** (ici **droit**) à eau dans lequel les vapeurs **se condensent**.

Le liquide formé, appelé **distillat**, tombe dans un récipient récupérateur, généralement un erlenmeyer.

Un **thermomètre** est placé à l'entrée du réfrigérant afin de contrôler la température des vapeurs qui y pénètrent.

Si on ne dispose pas de bain d'huile pouvant fonctionner avec un agitateur magnétique (et un barreau aimanté), on utilise un chauffe-ballon et de la pierre ponce est introduite dans le ballon afin de **réguler l'ébullition** et d'éviter un retard à l'ébullition.



2. Distillation fractionnée

La **distillation fractionnée** consiste en **une succession de distillations simples dans une seule pièce de verrerie** appelée **colonne à distiller**.

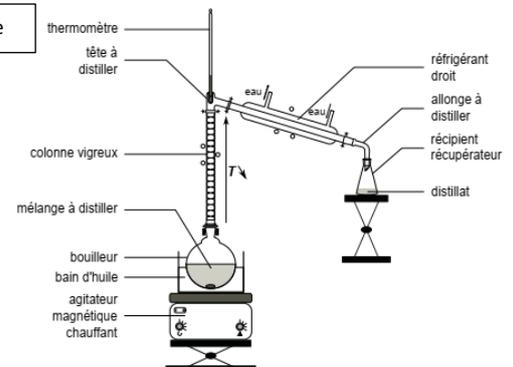
Fig 02 Montage de distillation fractionnée



La **colonne la plus couramment utilisée** au laboratoire est une **colonne Vigreux** qui possède des pointes (en verre) sur sa paroi interne sur lesquelles les vapeurs se condensent puis le liquide obtenu se vaporise à nouveau : une succession d'équilibres liquide vapeur (avec une meilleure séparation) s'établit ainsi le long de la colonne.

La colonne Vigreux s'insère dans le montage de distillation simple, entre le **ballon** et la **tête (de colonne) à distiller**

La distillation fractionnée permet, entre autres, de **purifier** un brut réactionnel ou de **déplacer un équilibre** (en éliminant un produit d'une réaction équilibrée au fur et à mesure, ce liquide est recueilli dans le récipient récupérateur).



3. Distillation fractionnée sous pression réduite

Quand les composés du mélange ont des **températures d'ébullition à pression atmosphérique élevées (supérieures à $150 \text{ }^\circ\text{C}$)**,

La distillation est difficile à mettre en œuvre. La **plupart des espèces chimiques** sont alors **sensibles à la chaleur**. Grâce aux températures de distillation plus basses (obtenues sous pression réduite), le rendement de la distillation peut être amélioré en évitant des réactions comme la polymérisation ou la dégradation.

Il est alors possible de **réaliser une distillation sous pression réduite afin de diminuer les températures d'ébullition des composés**

La pression réduite est obtenue à l'aide d'une trompe à eau ou d'une pompe.

Le montage utilisé est le même que pour la distillation fractionnée sous pression atmosphérique. Il doit cependant être fermé (et étanche) pour permettre d'établir une dépression à l'intérieur du système.

Le récipient récupérateur est constitué de 3 ballons rodés reliés au réfrigérant à l'aide d'un pis de vache qui peut tourner sur son axe, ce qui permet de changer de ballon récupérateur pendant la distillation sans avoir à ouvrir le montage.

L'ensemble des rodages doit être graissé pour assurer l'étanchéité du système.

Le principe de la distillation et le déroulement de la manipulation est ensuite similaire à celui de la distillation fractionnée sous pression atmosphérique

