

IUT Département CHIMIE

Université du Maine

CAHIER DE PROTOCOLES  
TRAVAUX PRATIQUES DE GÉNIE CHIMIQUE

Atelier de demi-grand

Nom :

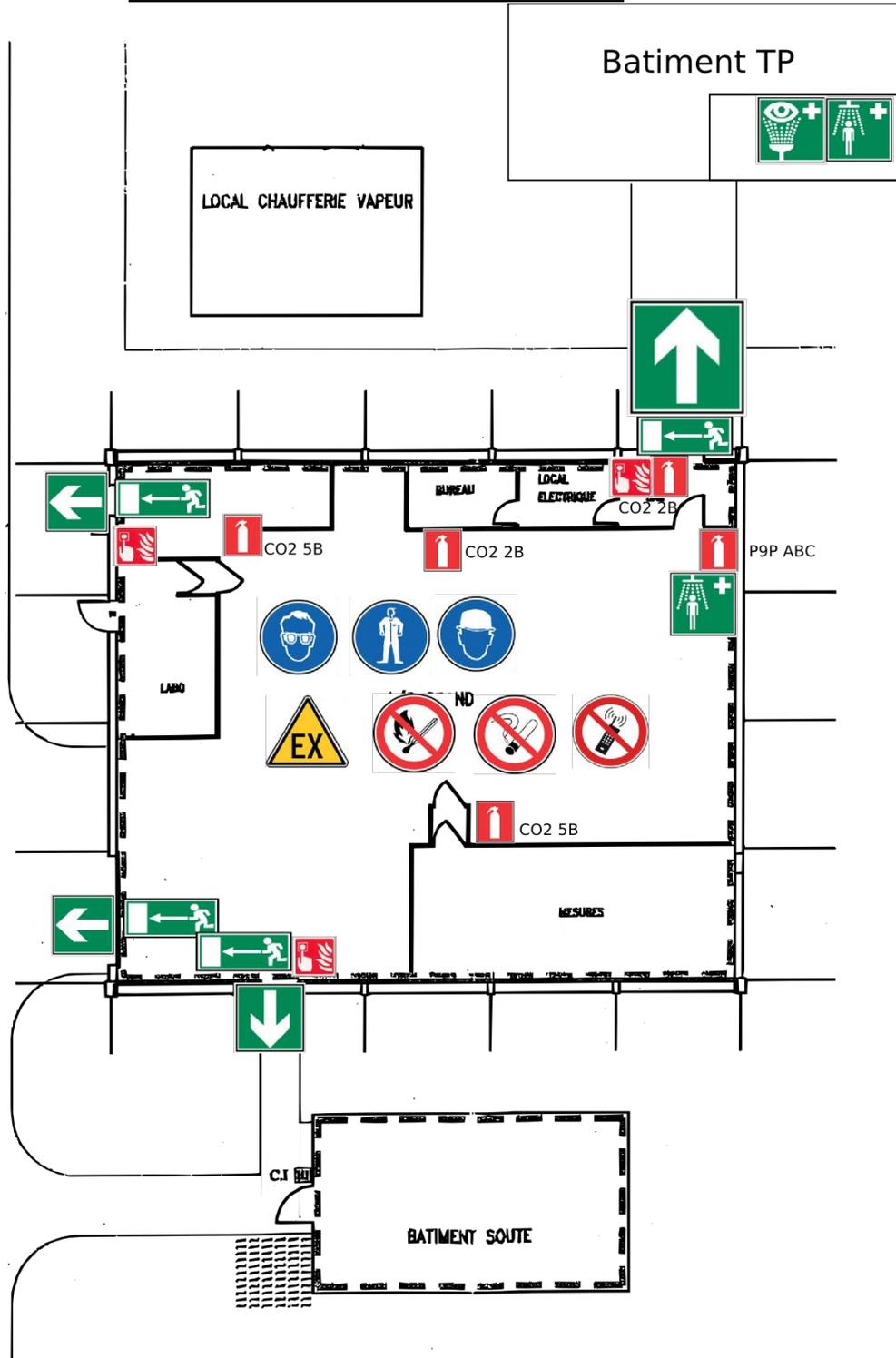
Prénom :

Année Scolaire 2015 - 2016

## TABLE DES MATIERES

<b>PLAN GENERAL DU 1/2 GRAND</b> .....	<b>3</b>
<b>CONSIGNES DE SECURITE</b> .....	<b>4</b>
<b>SECURITE INCENDIE</b> .....	<b>7</b>
<b>CONSIGNES D'EVACUATION</b> .....	<b>7</b>
<b>MARQUAGE DES TUYAUTERIES</b> .....	<b>8</b>
<b>PICTOGRAMMES DE SECURITE</b> .....	<b>8</b>
<b>TRAVAIL DEMANDE avant et pendant les séances de TP</b> .....	<b>9</b>
<b>REDACTION DU CAHIER DE LABORATOIRE</b> .....	<b>10</b>
<b>Chauffage et refroidissement dans un réacteur à double-enveloppe</b> .....	<b>13</b>
<b>Consignes communes aux différentes manipulations</b> .....	<b>14</b>
<b>Risques principaux des réactifs et solvants utilisés</b> .....	<b>15</b>
<b>MANIPULATION N° 1</b> .....	<b>16</b>
<b>MANIPULATION N°2</b> .....	<b>21</b>
<b>MANIPULATION N° 3</b> .....	<b>26</b>
<b>MANIPULATION N°4</b> .....	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
<b>MANIPULATION N° 5</b> .....	<b>34</b>
<b>MANIPULATION N °6</b> .....	<b>46</b>

# PLAN GENERAL DU 1/2 GRAND



## CONSIGNES DE SECURITE



L'ensemble du hall est classé ATEX (norme visant à classer les risques d'explosion) en raison de la présence dans l'atelier de quantités importantes de substances volatiles et inflammables. Ceci implique des comportements et des tenues vestimentaires adaptées.

### 1. Interdictions



Interdiction de fumer dans les locaux.



Interdiction d'utiliser une flamme nue.



Calculatrices, téléphones portables, appareils photos interdits.

- Cartables, sacs et vêtements doivent être laissés en dehors de l'atelier, au vestiaire ou dans la salle de travail.

- Ne peuvent rester dans l'atelier que le cahier de laboratoire et le matériel pour prendre des notes.

Garder les sorties d'urgence et les aires de circulation dégagées.

### 2. Protection individuelle obligatoire



- Dans le hall : **casque, lunettes** obligatoires.
- Dans les laboratoires : **lunettes** obligatoires.



- Hall et laboratoires : **blouse** en coton obligatoire.
- La tenue sera complétée d'un pantalon en coton épais de type jean. Aucun vêtement synthétique ne sera autorisé (risque électrostatique).



- Chaussures fermées à **dessus cuir** ou chaussures de sécurité obligatoires.



Lavez-vous les mains après l'utilisation de produits chimiques.  
**IL EST INTERDIT DE MANGER OU BOIRE DANS L'ATELIER OU LES SALLES ANNEXES**

### **3. Manipulation de produit chimique**

Informez-vous des données physico-chimiques et toxicologiques des produits dangereux afin de connaître les précautions à prendre :

- Sur les étiquettes
- Sur les fiches toxicologiques disponibles dans l'atelier, les banques de données (INRS : <http://www.inrs.fr>).
- Voir aussi le résumé des risques des produits utilisés p.16.

#### **SOLVANT ORGANIQUE**

Interdiction d'utiliser dans la salle d'analyse une quantité supérieure à 1 litre.

Enlevez tout produit chimique non utilisé, entreposé provisoirement dans le hall ou le laboratoire, afin de les stocker dans la soute extérieure.

#### **PRODUIT CORROSIF** (acide ou base)

Pour une manipulation d'acide ou de base, portez l'équipement de protection individuel complété par des gants :



- Enlever les **gants** tout de suite après leur utilisation.
- Les nettoyer à l'eau chaude et les ranger après usage.

### **4. Exposition par contact ou inhalation à des produits dangereux**

#### **a) Projection dans l'œil**



En cas de projection dans l'œil, rendez vous au rince-œil le plus proche situé au rez-de-chaussée du bâtiment TP (cf plan général).

#### **b) Projection d'un agent corrosif sur la peau**



Rendez-vous à la douche la plus proche (à l'entrée de l'atelier ou au rez-de-chaussée du bâtiment TP) et rincez abondamment à l'eau.

Dans tous les cas, informez immédiatement l'enseignant présent dans le hall.

### **5. Matériel de secours**

Pharmacie à l'entrée du ½ grand.



### **6. Épandage de solvant au sol**

Balisez le secteur et informer immédiatement votre entourage.

## APPELS EN CAS D'ACCIDENT

**EN CAS D'ACCIDENT OU DE PROBLEME, PREVENIR  
IMMEDIATEMENT UN ENSEIGNANT**

### **1. Urgences**

<b>Caserne de pompiers</b>	<b>18</b>
<b>SAMU</b>	<b>15</b>
<b>Centre anti-poison</b>	<b>02 41 48 21 21</b>
<b>Centre Hospitalier</b>	<b>02 43 43 43 43</b>
<b>Sauveteurs secouristes du travail</b>	<b>34 30, 35 15, 34 26</b>

### **2. Liste des services du campus**

<b>Assistant de prévention</b>	<b>34 40</b>
<b>Infirmierie</b>	<b>39 20</b>
<b>Responsable hygiène et sécurité</b>	<b>30 22</b>

## SECURITE INCENDIE

### En cas d'incendie

Donner l'alerte en cas d'incendie.

Informers l'enseignant présent et préciser l'emplacement du foyer.

Fermer ou faire fermer les installations en fonctionnement, ainsi que l'interrupteur général du réseau électrique ½ grand.

Arrêt d'urgence

Evacuer le bâtiment en refermant les portes derrière vous.

### Utilisation des extincteurs

Attaquer le feu avec l'extincteur le plus proche et de la bonne classe de feux.

Classe de Feu :

Classe A : Feux secs solides : bois, papier, tissus, certains plastiques.

Classe B1 : Feux gras ou liquides, hydrocarbure léger (alcool, essence).

Classe B2 : Feux gras ou liquides, hydrocarbure lourd (gas-oil, huile, graisse, peinture).

Classe C : Feux de gaz.

Classe D : Feux de métaux.

Agents extincteurs :

EAU : Classe A (jet plein ou pulvérisé), Classe B2 (jet pulvérisé uniquement).

POUDRES : Classe A, Classe B, Classe C.

CO<sub>2</sub> (ou neige carbonique) : Classe B, Classes C et origine électrique.

Procédés d'extinction :

Pour qu'il ait combustion, il faut la réunion de trois éléments :

COMBUSTIBLE : bois, papier, carton, chiffon, essence, huile.

COMBURANT : oxygène de l'air.

ENERGIE D'ACTIVATION : Flamme, frottement, électricité, température.

Il faut retirer un seul élément de la combustion pour que le feu s'éteigne.

~~Comburent~~ = Etouffement (on supprime l'oxygène de l'air nécessaire à la combustion.)

~~Chaleur~~ = Refroidissement (l'eau est le meilleur agent de refroidissement.)

~~Combustible~~ (Fermeture d'une vanne ou d'un robinet.)

## CONSIGNES D'EVACUATION

**Si l'alarme d'évacuation retentit ou sur l'ordre d'un enseignant :**

- Mettre les installations en arrêt
- Abandonner le poste de travail.



- Se rendre au lieu de rassemblement sous la conduite d'un enseignant (parking de l'IUT)
- L'enseignant fait l'appel des étudiants à son arrivée puis rend compte au chef de Département des absences anormales.

## MARQUAGE DES TUYAUTERIES

Afin d'être en conformité avec la législation, de travailler en toute sécurité et de gagner du temps les principales conduites des fluides utilisés dans le ½ grand ont été peintes selon les couleurs normalisées suivantes :

	Couleurs	AFNOR
	Vert	A466
	Bleu	A571
	Argent	A690

## PICTOGRAMMES DE SECURITE

Les pictogrammes de danger sont au nombre de neuf.

	<b>Corrosif</b> Brûlures de la peau et lésions oculaires graves		<b>Nocif ou irritant</b> par contact cutané, par ingestion, par inhalation		<b>Toxique</b> par contact cutané, par ingestion, par inhalation
	<b>Danger pour la santé</b> Risque CMR (cancérogène, muta- gène ou reprotoxique)		<b>Inflammable</b> ou extrêmement inflammable		<b>Comburant</b> Peut provoquer ou aggraver un incendie
	<b>Gaz sous pression</b> ou gaz réfrigéré ; peut exploser sous l'effet de la chaleur ou provoquer des brûlures cryogéniques		<b>Explosif</b>		<b>Dangereux pour l'environnement</b>

## **TRAVAIL DEMANDE avant et pendant les séances de TP**

Le présent cahier de protocole ne sert qu'à préparer la manipulation.  
Pendant le TP, **utiliser le mode opératoire sous pochette plastique noire** qui reste dans l'atelier et contient des informations supplémentaires.

### **TRAVAIL DE PREPARATION avant la séance**

- Une feuille comportant les réponses aux questions préliminaires devra être déposée dès l'entrée dans l'atelier demi-grand (une feuille par étudiant).
- Cette feuille comportera aussi un résumé en quelques lignes des consignes de sécurité (voir p.15).

### **CAHIER DE LABORATOIRE à rédiger pendant la séance**

Un cahier de laboratoire personnel doit être tenu par chaque étudiant dès la première séance. Les consignes de rédaction sont détaillées à la page suivante.

### **FICHE COMPTE-RENDU à rendre en fin de séance**

Une feuille par binôme sera distribuée en début de séance. Les fichiers Excel utilisés pendant la séance seront imprimés et joints au compte-rendu. Les éventuelles constructions graphiques à joindre sont à faire par chaque étudiant du binôme.

## REDACTION DU CAHIER DE LABORATOIRE

Un cahier de laboratoire personnel doit être tenu par chaque étudiant dès la première séance.

Ce cahier restera obligatoirement dans l'atelier. **Il sera rédigé pendant la séance de TP** sans faire de brouillon et au fur et à mesure.

**Le cahier devra être concis tout en vous permettant de refaire l'expérience sans aide ni autres documents le jour du TP examen.**

Le cahier devra donc contenir :

- Le nom de l'étudiant et son groupe
- Un sommaire en début de cahier
- La date et le but du TP
- Le **mode opératoire détaillé** à suivre (opérations réalisées, quantités pesées, risques et précautions de sécurité)
- Le **mode d'emploi de l'appareillage** et des vannes. Utiliser des schémas si nécessaire
- Les **résultats** expérimentaux et les calculs
- Le nom des fichiers informatiques utilisés et leur chemin d'accès
- Les tableaux Excel et constructions graphiques
- Les problèmes rencontrés et une **conclusion claire**

Pour les premiers TP, un exemple de plan de rédaction du cahier de laboratoire vous sera fourni (dans le cahier vert à prendre en début de séance) pour vous guider.

## NOTATION

L'évaluation en TP de demi-grand comprend 3 notes : moyenne des notes pratiques de chaque séance, note du cahier de laboratoire et note du TP contrôle.

### 1°) Note pratique /20

#### a) Note de séance /20

Chaque séance sera évaluée selon les critères suivants :

- La préparation du TP par l'étudiant (questions préliminaires).
- Le comportement et les compétences pratiques de l'étudiant.
- Les connaissances théoriques et les capacités de raisonnement de l'étudiant.
- La fiche compte-rendu et les documents joints.

#### b) **Modificateur HSQE** (Hygiène, sécurité, qualité, environnement)

La note précédente sur 20 sera diminuée à chaque erreur ayant trait à la HSQE comme indiqué dans la liste non-exhaustive de la page suivante.

### 2°) Note de cahier de laboratoire /20

Les cahiers de laboratoire seront récupérés et évalués pendant l'année.

### 3°) Note de TP contrôle

Un examen individuel aura lieu à la fin de la série de TP, il portera sur une des 3 dernières manipulations effectuées. Cette manipulation sera simplifiée et d'une durée de 4 heures. **L'étudiant ne pourra s'aider que de son cahier de laboratoire** (pas de son cahier de protocole) pour ce TP.

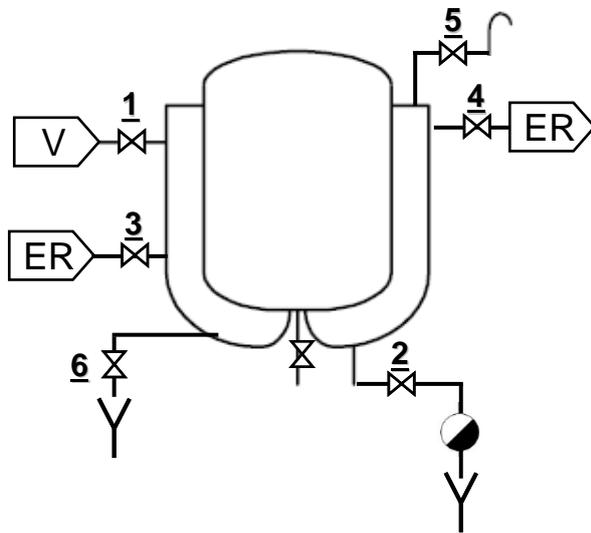
## EXEMPLES DE MALUS HSQE POUR LA NOTE PRATIQUE

Quelques erreurs à éviter au demi-grand	****	et le malus correspondant
<b><u>Tenue et accessoires</u></b>		
Pas de casque (atelier)		1
Pas de blouse (atelier / salle d'analyse)		2
Pas de lunettes (atelier / salle d'analyse)		2-3
Calculatrice dans l'atelier / salle d'analyse		1
Port de vêtements synthétiques		2
Téléphone portable dans le bâtiment		2
Utilisation des gants hors prélèvements produits		4
<b><u>Hygiène</u></b>		
Sacs et affaires pas à leur place		2
Repas dans les salles de travail		4
<b><u>Solvants</u></b>		
Solvant répandu au sol		1-4
Solvant à l'égoût		5
Flacon de liquide ouvert en salle d'analyse		1-2
<b><u>Lors de la pesée de la soude</u></b>		
Pas de gants		2
Balances souillées non nettoyées		3
Bidon de soude souillé		2
<b><u>Poste de travail</u></b>		
Trop encombré		1
Sale en fin de TP (matériel, réacteur, sol)		2-5
Flacons non identifiés		1
Oubli réfrigérant sur une distillation ou un reflux		2
<b><u>Manipulations</u></b>		
Chargement du mauvais produit		5
Utilisation de matériel inadapté		1-3
Défaut de surveillance		1-4
<b><u>Comportement</u></b>		
Non respect des consignes		2-5
Bâtiment quitté sans autorisation de l'enseignant		2 ou 5
Erreur dissimulée		<b>Exclusion</b>
Abandon de la manipulation (sauf autorisation)		5

Les éléments cités sont **cumulatifs**. Tout malus de 8 ou plus entraînera une exclusion pour cette séance de l'étudiant et une note de séance égale à zéro.

## Chauffage et refroidissement dans un réacteur à double-enveloppe

### Schéma d'un réacteur double enveloppe



### Identification des vannes

1. Entrée de vapeur à 140°C
2. Retour condensats vapeur
3. Entrée eau de refroidissement
4. Sortie eau de refroidissement
5. Mise à l'air
6. Vidange double-enveloppe

### Fonctionnement

- **Chauffage** : vannes 1 et 2 ouvertes, les autres fermées
- **Refroidissement** : vannes 3 et 4 ouvertes, les autres fermées
- **Vidange** : vannes 5 et 6 ouvertes, les autres fermées

METTRE LA DOUBLE-ENVELOPPE SUR LE CIRCUIT « VIDANGE » EN FIN DE TP.

### Ordre de manipulation des vannes

- 1°) Fermer toutes les entrées.
- 2°) Ouvrir la sortie correspondant au circuit souhaité
- 3°) Fermer les autres sorties
- 4°) Ouvrir l'entrée correspondant au circuit souhaité

### Précautions

- Ne jamais fermer toutes les sorties en même temps.
- Lors de la mise en route du circuit de chauffage, utiliser la sortie 6 plutôt que 2 pendant 1min puis repasser sur la sortie 2. Cela permet d'éliminer les sels minéraux provenant de l'eau de ville.

## **Consignes communes aux différentes manipulations**

Avant d'utiliser un réacteur :

- placer des seaux en plastique sous les vidanges
- vérifier que le réacteur est vide avant le chargement
- assurez-vous que la vanne de vidange est fermée avant de charger

Pendant l'utilisation des postes de travail, rester à proximité pour assurer une surveillance en continue (surtout pendant les étapes de chauffage).

Après l'utilisation d'un réacteur :

- nettoyer l'intérieur et l'extérieur à l'eau claire (et vider le réacteur)
- vérifier que tout est à l'arrêt (eau de refroidissement, vapeur, air comprimé, électricité)
- mettre la double-enveloppe en position de vidange

En fin de journée :

- ranger le matériel (seaux, pelles, bédons, ...) après l'avoir nettoyé à l'eau chaude. L'extérieur du seau doit aussi être nettoyé.
- nettoyer le sol à proximité de votre poste de travail à l'eau chaude. Tirer l'eau vers les caniveaux à l'aide des raclettes.

## Risques principaux des réactifs et solvants utilisés

Plus de détails sur [www.inrs.fr](http://www.inrs.fr) puis par recherche des **fiches toxicologiques**.

acétate d'éthyle : liquide et vapeurs très inflammables, provoque une sévère irritation des yeux, peut provoquer somnolence ou vertiges, l'exposition répétée peut provoquer des gerçures de la peau.

acétate d'isopropyle : liquide et vapeurs très inflammables, provoque une sévère irritation des yeux, peut provoquer somnolence ou vertiges, l'exposition répétée peut provoquer des gerçures de la peau.

acétone : liquide et vapeurs très inflammables, provoque une sévère irritation des yeux, l'exposition répétée peut provoquer des gerçures de la peau.

acide succinique : irritant pour les yeux et la peau, peut entraîner à long terme des effets néfastes pour l'environnement aquatique.

acide sulfamique : irritant pour les yeux et la peau, peut entraîner à long terme des effets néfastes pour l'environnement aquatique.

acide sulfurique : provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves.

cyclohexane : liquide et vapeurs très inflammables, peut être mortel en cas d'ingestion et de pénétration dans les voies respiratoires, provoque une irritation cutanée, peut provoquer somnolence ou vertiges, très toxique pour les environnements aquatiques : entraîne des effets néfastes pour l'environnement aquatique à long terme.

éthanol : liquide et vapeurs très inflammables.

heptane : liquide et vapeurs très inflammables, peut être mortel en cas d'ingestion et de pénétration dans les voies respiratoires, provoque une irritation cutanée, peut provoquer somnolence ou vertiges, très toxique pour les environnements aquatiques : entraîne des effets néfastes pour l'environnement aquatique à long terme.

hydroxyde de sodium : provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves.

méthanol : liquide et vapeurs très inflammables, toxique par inhalation/contact cutané/en cas d'ingestion, risque avéré d'effets graves pour les organes.

soude : voir hydroxyde de sodium

toluène : liquide et vapeurs très inflammables, susceptible de nuire au fœtus, peut être mortel en cas d'ingestion et de pénétration dans les voies respiratoires, risque présumé d'effets graves pour les organes, provoque une irritation cutanée, peut provoquer somnolence ou vertiges.

# MANIPULATION N° 1

## DISTILLATION CONTINUE

### BUT DE LA MANIPULATION

On veut produire de l'alcool à 95% en volume (95°) avec un débit convenable. Pour cela on va dans un premier temps rechercher les meilleures conditions de distillation en continu d'un mélange eau-alcool à 30-40% en volume. Dans un second temps, on distillera de l'alcool à 95% dans les conditions établies pendant une heure.

### QUESTIONS PRELIMINAIRES

- 1°) Quelles sont les hypothèses de Mac-Cabe et Thiele ?
- 2°) Quelles sont les conditions de distillation continue ?
- 3°) En cours de distillation, comment s'assure-t-on que la colonne est à l'équilibre ?
- 4°) Quelle est la particularité du mélange éthanol-eau en distillation ? Pourquoi ne peut-on pas obtenir de l'éthanol à 100° ? Quelle serait la pureté maximale atteinte avec une infinité de plateaux théoriques ?
- 5°) Quelle sera la température en tête de colonne si on produit de l'éthanol à 95° ? Justifiez.
- 6°) Si  $x_w \cdot W$  est effectivement négligeable dans l'équation (2) (cf Rappel de cours, page 18) , quelle sera approximativement la température d'ébullition du bouilleur ?
- 7°) Lors des distillations de 8 minutes, pourquoi ne commence-t-on à recueillir le distillat que 2 minutes après le démarrage de la distillation ?
- 8°) Risques (voir p. 9 et 15)

### I- INTRODUCTION

**Appareillage :** identifier et localiser les éléments suivants :

#### 1°) MATERIEL EN VERRE

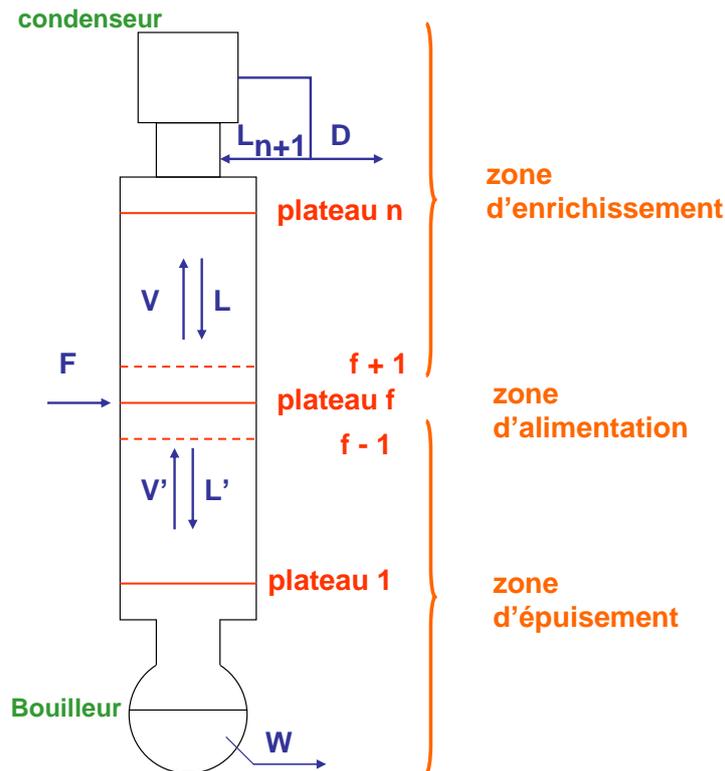
- Bouilleur
- Thermosiphon
- Éléments d'introduction de la charge
- Ballon de charge
- Débitmètre sur l'alimentation
- Recette des légers (D)
- Recette des lourds (W)
- Circuits de chargement et vannes correspondantes
- Tête de reflux
- Condenseurs en tête de colonne

#### 2°) CHAUFFAGE

- Vannes d'arrivée et de distribution de vapeur
- Détendeurs, filtres, purgeurs

#### 3°) REGULATION

- Régulateur de chauffage du thermosiphon
- Timer pneumatique
- Vannes à commande pneumatique



#### 4°) TEMPERATURES

Repérer les différents étages de prise des températures ( $T_1$  à  $T_5$ ) ainsi que l'affichage en continu sur le DIGI-SENSE (scanning thermocouple thermometer) et repérer sur l'ordinateur de la salle de travail l'acquisition des mesures de températures effectuée toutes les 5 minutes.

## II- MISE EN REGIME

**Avant de commencer, vérifier toutes les vannes, fermer les vidanges de recettes et la vanne de trop-plein du bouilleur.**

#### 1°) CHARGEMENT DU BOUILLEUR EN EAU DISTILLEE

En utilisant le ballon de charge, remplir le bouilleur jusqu'au repère avec **l'eau distillée** fournie (environ  $\frac{1}{2}$  ballon).

#### 2°) MISE EN CHAUFFE DE L'INSTALLATION

 **Suivre les consignes d'un enseignant.** 

#### 3°) CHARGEMENT DU MELANGE ETHANOL/EAU A DISTILLER

Mettre environ 30 L du mélange fourni dans le ballon de charge puis éteindre la pompe à vide.

#### 4°) MESURE DU TITRE APPARENT DU MELANGE ETHANOL/EAU FOURNI

A l'aide d'un alcoomètre (densimètre) approprié, mesurer le degré alcoolique ( $d_F^\circ$ ) du mélange à distiller fourni et noter le titre après correction à 20°C.

### 5°) CALIBRAGE DU DEBITMETRE DE L'ALIMENTATION

 **Suivre les consignes d'un enseignant.** 

- Déterminer le débit de la charge (i.e. de l'alimentation) en L/h pour des pourcentages d'ouverture du débitmètre de 50, 40, 30, 20 et 10%. Faire 2 mesures cohérentes par point.
- Tracer la courbe d'étalonnage du débitmètre donnant la valeur du pourcentage d'ouverture du débitmètre nécessaire pour atteindre le débit de l'alimentation F souhaité.

### 6°) MISE EN REGIME

 **Suivre les consignes d'un enseignant.** 

Introduire une quantité suffisante d'alcool dans l'installation pour permettre le fonctionnement de la distillation continue.

## **III- DETERMINATION DU DEBIT DE VAPEUR V DANS LA COLONNE**

On rappelle que, dans le cas général,  $V = L + D$ . Ceci implique deux cas particuliers :

Quand la vanne sur la tête de reflux est fermée, on est à reflux total, soit  $D = 0$  et  $V = L$

Quand la vanne est ouverte, on est en recette totale, soit  $L = 0$  et  $V = D$

On va se placer dans ce deuxième cas et mesurer le débit de distillat D en L/h pour en déduire le débit de vapeur V en L/h. La valeur V sera considérée comme constante par la suite.

 **Suivre les consignes de l'enseignant pour faire cette mesure.** 

## **IV- CONDITIONS OPTIMALES POUR LA PRODUCTION D'ETHANOL A 95°**

Avec un taux de reflux R fini, on va rechercher les meilleures conditions afin de pouvoir produire de l'éthanol titrant 95° au moins et avec un débit de distillat D convenable.

### 1°) RAPPEL DU COURS

Dans une installation de distillation continue, en régime permanent, on peut écrire les bilans suivants:

Bilan global

$$F = D + W \quad (1)$$

F, D, W sont les débits volumiques de l'alimentation, du distillat et du bouilleur respectivement.

D'où le bilan en éthanol

$$F.d_F^\circ = D.d_D^\circ + W.d_W^\circ \quad (2)$$

$d_F^\circ$ ,  $d_D^\circ$ ,  $d_W^\circ$  sont les titres en % volume de l'alimentation, du distillat et du bouilleur respectivement.

Si on suppose que le titre en alcool du bouilleur est très faible et peut être négligé, (2) devient

$$F.d_F^\circ = D.d_D^\circ \quad \text{soit} \quad F = \frac{D.d_D^\circ}{d_F^\circ} \quad (3)$$

D'autre part, en tête de colonne on a  $V = L + D$ , et par définition  $R = \frac{L}{D}$

$$\Rightarrow \text{donc } D = \frac{V}{R+1} \quad (4)$$

## 2°) RECHERCHE DU TAUX DE REFLUX OPTIMAL

On va alors réaliser une série de 3 études avec des taux de reflux successivement de **6**, **3** et **1**. Pour chaque taux de reflux, on réalisera une première distillation dans des conditions « grossières », puis on affinera les paramètres lors d'une seconde distillation.

### a) Pour $R = 6$

Dans un premier temps, calculer  $D$  à l'aide de l'équation 4. On utilisera la valeur de  $V$  déterminée précédemment et la valeur de  $R = 6$ . En supposant que  $d_D^\circ = 0,95$ , déterminer le débit  $F$  nécessaire à l'alimentation de la colonne en utilisant l'équation 3. Enfin, déterminer à l'aide de la courbe d'étalonnage du débitmètre le réglage de l'ouverture de ce dernier ( $\%_{\text{ouv}}$ ).

- Reporter ces valeurs sur Excel dans un tableau reprenant la présentation ci-dessous :

Paramètres initiaux						1 <sup>re</sup> distillation				2 <sup>e</sup> distillation		
R	L	D	D <sub>calc</sub>	F <sub>calc</sub>	% <sub>ouv</sub>	D <sub>mes</sub>	d <sup>o</sup> <sub>mes</sub>	F <sub>déf</sub>	% <sub>déf</sub>	D <sub>réel</sub>	d <sup>o</sup> <sub>réel</sub>	R <sub>réel</sub>
	(s)	(s)	(L/h)	(L/h)		(L/h)		(L/h)		(L/h)		
6												

Faire une première distillation pendant 10 minutes avec ce réglage.

**Attention :** Commencer par laisser couler le distillat sans le recueillir pendant environ 2 minutes. Recueillir ensuite le distillat pendant 8 minutes exactement puis couper la distillation (timer + alimentation).

- Relever les températures aux différents étages, toutes les 2 minutes, afin de pouvoir assurer un suivi de la manipulation.

Après 8 min, mesurer le débit  $D_{\text{mes}}$  ainsi que  $d_{\text{mes}}$  le degré alcoolique du distillat obtenu. Avec ces valeurs, refaire le calcul de  $F$  à l'aide de l'équation 3. On notera cette nouvelle valeur  $F_{\text{déf}}$ . Déduire de  $F_{\text{déf}}$  la valeur  $\%_{\text{déf}}$  d'ouverture du débitmètre à l'aide de sa courbe d'étalonnage. Faire alors une deuxième distillation comme précédemment avec ce nouveau pourcentage d'ouverture.

Mesurer  $D_{\text{réel}}$  et  $d_{\text{réel}}$  et en déduire  $R_{\text{réel}}$  à l'aide de l'équation 4.

- Reporter vos résultats dans le tableau et commenter les.

### b) Pour R = 3 et 1

Refaire de même pour les taux de reflux R = 3 et R = 1

**A l'issue de chaque distillation, vérifier que vous êtes toujours dans les conditions optimales de distillation de l'éthanol à 95° en vous référant aux températures dans la colonne.** Ajuster la quantité d'éthanol si nécessaire avant de commencer une nouvelle distillation.

**De temps en temps surveiller le niveau d'eau dans le bouilleur, le ramener au niveau du repère en évacuant de l'eau dans la recette des lourds. Vérifier aussi régulièrement le ballon de charge, et le recharger si nécessaire.**

- Comparer  $R_{\text{aff}}$  et  $R_{\text{réel}}$  et proposer une ou des hypothèses expliquant les différences éventuellement observées.

- Commenter les différences entre %ouv et %def entre les deux distillations pour chaque taux de reflux.  
- Cette différence vous paraît-elle cohérente avec l'évolution des températures au cours de chaque distillation ?

### 3°) PRODUCTION D'ETHANOL A 95°

En utilisant les résultats du tableau ci-dessus, choisir les meilleures conditions pour produire de l'alcool à 95° (**soumettre votre choix à un enseignant avant de commencer**).

**Avant de commencer**, vider le bouilleur jusqu'au repère afin de pouvoir faire un bilan en fin de distillation.

Procéder aux réglages permettant la production d'éthanol de titre au moins égal à 95° et avec un débit convenable pendant une heure en s'assurant au préalable qu'il reste suffisamment de mélange initial dans le ballon de charge.

Vérifier le titre instantané de l'éthanol distillé toutes les 10 min. Si le degré d'alcool diminue, vérifier les températures de la colonne et procéder éventuellement à un ajustement de %def.

- Faire le bilan matière global de cette distillation. Vérifier la relation  $F = D + W$  ainsi que la possibilité de négliger  $W.d_w^\circ$  devant  $D.d_D^\circ$ . Calculer le rendement en éthanol.

### 4°) EPUISEMENT DE LA COLONNE

Remettre la distillation en route **sans alimenter** jusqu'à ce qu'il n'y ait plus d'éthanol dans la colonne.

Arrêter alors la distillation puis vider le bouilleur à chaud à l'égout **en présence d'un enseignant**.

## MANIPULATION N°2

### RECYCLAGE DE SOLVANTS

#### QUESTIONS PRELIMINAIRES

- 1°) S'agit-il d'une distillation continue ou discontinue? Justifier.
- 2°) S'agit-il d'une distillation à  $x_D$  constant et R variable ou à  $x_D$  variable et R constant? Justifier.
- 3°) Comment maîtrise-t-on la qualité du solvant distillé ?
- 4°) Comment vérifie-t-on la qualité de l'acétone distillée ?
- 5°) Expliquer brièvement le fonctionnement d'un régulateur de type PID. Que signifie cet acronyme ?
- 6°) Risques (voir p. 9 et 15)

#### BUT DE LA MANIPULATION

En utilisant le réacteur De Dietrich en acier émaillé de 250 L, on séparera les composants du mélange fourni d'environ 200 L.

On recyclera soit :

- un mélange eau-acétone.

On déterminera dans ce cas la composition initiale par mesure de la densité.

- un mélange de cyclohexane, d'éthanol et d'eau : mélange appelé « phase inférieure ».
- du toluène.

Des indications spécifiques à chacun de ces mélanges sont disponibles page 25.

Après avoir chargé le réacteur avec le mélange à recycler, on séparera les composés du mélange par distillation en suivant les étapes suivantes :

- Dans un premier temps on portera le mélange à ébullition avec l'appareil à reflux total.
- Ensuite, on recherchera la puissance de chauffage entraînant un bon débit de vapeur dans la colonne, l'appareil étant toujours à reflux total.
- Enfin, les composants du mélange seront séparés par distillation.

#### I- CHARGEMENT DU MELANGE A DISTILLER

En utilisant le ballon de charge (le monte-jus) introduire le mélange fourni dans le réacteur, en mesurant son volume.

##### Attention :

- Dans le cas du recyclage de la phase inférieure, ne charger que ~120L et compléter avec de l'eau.

- Dans le cas du mélange eau-acétone, suivre les consignes de l'enseignant pour prélever et analyser un échantillon homogène du mélange.



**Dans tous les cas, suivre les consignes de l'enseignant pour allumer l'armoire électrique et mettre en route l'agitation du réacteur.**

On recherchera dans le "HANDBOOK" toutes les constantes physiques utiles pour cette manipulation (points d'ébullition, caractéristiques des azéotropes...).

- Indiquer les quantités chargées en évaluant la précision des mesures ainsi que la composition du mélange initial.  
- Détailler tous les calculs.

## **II- PREMIER TEMPS : REGLAGES DES REGULATEURS POUR PORTER LE MELANGE A EBULLITION**

### 1°) FONCTIONNEMENT DES REGULATEURS

Les vannes pneumatiques permettant respectivement l'introduction de la vapeur dans la double enveloppe du réacteur et la maîtrise de la qualité du distillat sont pilotées par un régulateur qu'il va falloir programmer.

Les régulateurs fonctionnent en mode manuel ou automatique :

- en mode automatique la consigne donnée est une température.
- en mode manuel la consigne donnée est un pourcentage d'ouverture de vanne.

### 2°) REGLAGES POUR PORTER LES MELANGES A EBULLITION

Régulateur de chauffage :

- mode automatique.
- consigne de température = la température d'ébullition du mélange à distiller : calculée pour le mélange eau/acétone à partir de la composition du bouilleur et des données disponibles dans le cahier vert, recherchée dans le HANDBOOK pour les azéotropes éthanol-eau-cyclohexane ou toluène-eau.

Régulateur de reflux :

- mode manuel.
- Pourcentage d'ouverture = 0% (vanne fermée, reflux total).



**Après avoir déterminé les consignes à afficher pour les deux régulateurs et étudié le fonctionnement de la double-enveloppe (voir schéma au début de ce cahier), suivre les consignes de l'enseignant pour porter le mélange à ébullition.**

- Tracer sur le même graphique l'évolution de la température du bouilleur et du % d'ouverture de la vanne vapeur au cours du temps.  
Commenter.

- Comparer la température d'ébullition déterminée à celle mesurée expérimentalement. Expliquer la différence éventuelle.

### **III- DEUXIEME TEMPS : REGLAGE DE LA PUISSANCE DE CHAUFFAGE**

Toujours à reflux total, rechercher le pourcentage d'ouverture de la vanne pneumatique de chauffage conduisant au débit de vapeur souhaité dans la colonne (le flotteur du débitmètre L se trouvant alors au niveau du trait repère).

#### 1°) REGLAGE INITIAL DES REGULATEURS

Régulateur de reflux inchangé : mode manuel, 0% d'ouverture (vanne fermée, reflux total).  
Régulateur de chauffage : mode manuel, faire afficher 15 % d'ouverture pour commencer.

#### 2°) TRAVAIL A FAIRE

Augmenter la consigne de 5% en 5% jusqu'à atteindre le bon débit de reflux.

### **IV- TROISIEME TEMPS : DISTILLATION**

#### 1°) REGLAGES DES REGULATEURS

Régulateur de chauffage en mode manuel avec un pourcentage d'ouverture correspondant à la valeur trouvée précédemment.

Régulateur de reflux en mode automatique avec pour consigne la température d'ébullition de l'acétone pour le mélange eau/acétone ou du premier azéotrope à récupérer pour les distillations d'azéotropes.

Pour mieux suivre la distillation, faire afficher le % d'ouverture de la vanne reflux au cours de la distillation.

En milieu de distillation, ajouter petit à petit de l'eau dans le bouilleur pour que le niveau de liquide y reste satisfaisant.

Au cours de la distillation, réaliser des fractions de distillat régulièrement.

- Au cours de la distillation, pourquoi ne peut-on pas distiller en mode automatique avec comme consigne au régulateur de chauffage la température utilisée au départ pour porter le mélange à ébullition ?

- Evaluer le débit D pour chaque fraction. En déduire comment évolue R qualitativement au cours de la distillation. Cette évolution est-elle logique ?

#### 2°) FIN DE LA DISTILLATION

Lorsque la distillation est terminée, refroidir le réacteur puis vidanger le bouilleur et la double-enveloppe à l'égout.

- - Présenter un bilan de la distillation. Commenter vos résultats en tenant compte de la précision des mesures de volume. Calculer le rendement de l'opération.

### **Distillation Eau-Acétone**

L'acétone contenue dans le bidon de 200 L est chargée *via* le monte jus en notant les volumes chargés.

L'acétone chargée est agitée pendant 5 minutes, puis un prélèvement est effectué dans un seau par la vanne de vidange. Une partie de ce prélèvement est placée dans un pilulier pour être analysée à l'aide du densimètre.

- A l'aide de la courbe ébullition-rosée, déterminer le point d'ébullition du mélange et fixer la consigne de chauffe sur le régulateur.

L'acétone est distillée suivant la procédure décrite précédemment. Le titre de l'acétone distillée est contrôlé à l'aide du densimètre au cours de la distillation.

### **Distillation de l'azéotrope Toluène-Eau**

Utiliser le toluène provenant du TP6. S'il n'a pas déjà été lavé à l'eau, procéder à deux lavages avant de commencer.

Attention! Attendre la séparation des phases et repérer l'interface. Attention au vortex généré par l'écoulement de la phase aqueuse qui peut entraîner à l'égout une partie du toluène.

Le toluène lavé est chargé dans le réacteur avec 50L d'eau.

- Quel est le rôle du florentin ?

La distillation est réalisée suivant la procédure décrite précédemment.

### **Récupération de l'éthanol et du cyclohexane dans la phase inférieure**

Le mélange fourni est chargé dans le réacteur puis agité. Afin d'optimiser la distillation de l'azéotrope, de l'eau pourra être ajoutée.

Contrôler le titre de l'éthanol distillé à l'aide d'un alcoomètre.

- Quel est le rôle du florentin ?

## MANIPULATION N° 3

### EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE

#### BUT DE LA MANIPULATION

La manipulation consiste dans un premier temps à déterminer un certain nombre de segments conjugués du système ternaire eau/acétone/heptane à l'aide d'un diagramme triangulaire, en utilisant le densimètre électronique.

Dans une seconde partie on utilise une colonne pulsée pour extraire l'acétone contenue dans un mélange acétone-heptane, par de l'eau. On pourra alors faire le bilan de l'extraction par deux méthodes différentes (graphique et calcul) et trouver graphiquement le nombre d'extracteurs théoriques de la colonne pulsée. L'essentiel des connaissances théoriques nécessaires à la compréhension de la manipulation est décrit ci-après.

#### QUESTIONS PRELIMINAIRES

- 1°) Quel est l'intérêt de la première partie du TP ?
- 2°) Pourquoi doit-on agiter longtemps les échantillons ternaires pour déterminer les segments conjugués ?
- 3°) Pourquoi doit-on réaliser un étalonnage pour les mélanges acétone/heptane ? Pourquoi choisit-on de le faire en % massique ?
- 4°) Calculer les masses et volumes d'acétone et d'heptane nécessaires pour préparer 40 L de mélange binaire à 25% massique en acétone.
- 5°) Risques (voir p. 9 et 15)

#### I- RAPPEL THEORIQUE

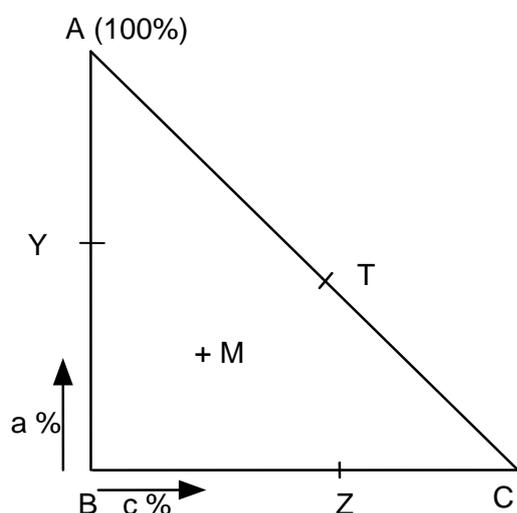
##### 1°) REPRESENTATION D'UN SYSTEME A TROIS CONSTITUANTS

Soit un mélange M de trois constituants A, B, et C ayant pour composition massique a, b et c. Pour représenter ce mélange ternaire dans un plan, il suffit de placer trois points A, B, C distincts qui constituent un triangle.

M est le barycentre de A, B et C ayant pour coefficients a, b et c. M est défini par la relation:

$$a.\vec{MA} + b.\vec{MB} + c.\vec{MC} = \vec{0}$$

##### 2°) A, B ET C FORMENT UN TRIANGLE RECTANGLE



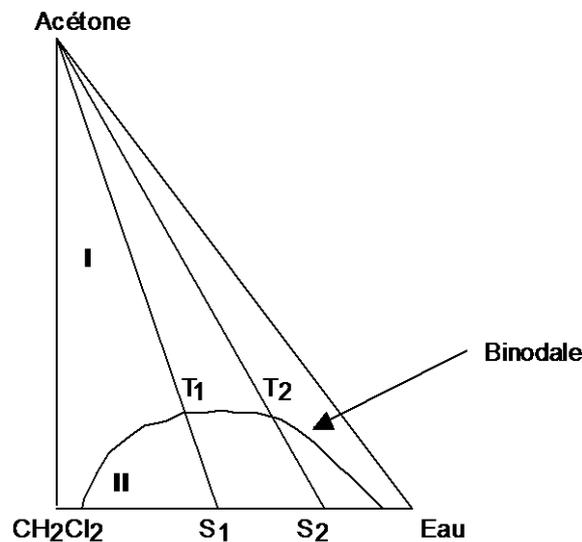
Avec ce système on a directement accès aux compositions de A et de C qui sont les coordonnées de M dans le repère  $(\vec{BA}, \vec{BC})$

La composition de B peut être obtenue par différence.

D'autre part, un point situé sur les côtés du triangle représente un mélange binaire. Par exemple, Y est un binaire de A et de B, Z un binaire de B et de C, et T est un binaire de A et de C.

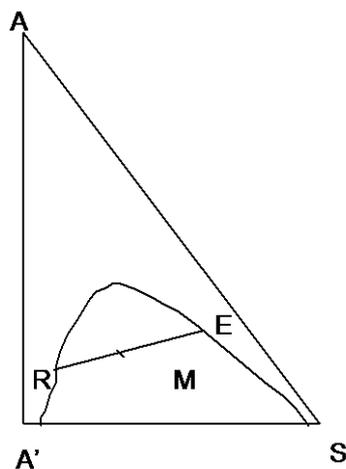
### 3°) RAPPEL, DIAGRAMME DE PHASE

Il a été vu l'an dernier en TP de chimie physique de 1<sup>ère</sup> année que la binodale du diagramme ternaire suivant pouvait être obtenue expérimentalement :



A un mélange binaire **hétérogène** de deux solvants non miscibles, l'eau et le dichlorométhane, représenté par un point S, on ajoute des quantités croissantes d'acétone jusqu'à l'obtention d'une phase unique représentée par le point T. Si l'on étudie divers mélanges représentés par des points S<sub>1</sub>, S<sub>2</sub>, etc....on obtient une courbe appelée **binodale** correspondant aux différents mélanges ternaires T. Cette courbe partage le triangle :

- la zone I qui correspond à une phase unique (mélange ternaire homogène)
- la zone II qui correspond à deux phases non miscibles (mélange ternaire hétérogène)



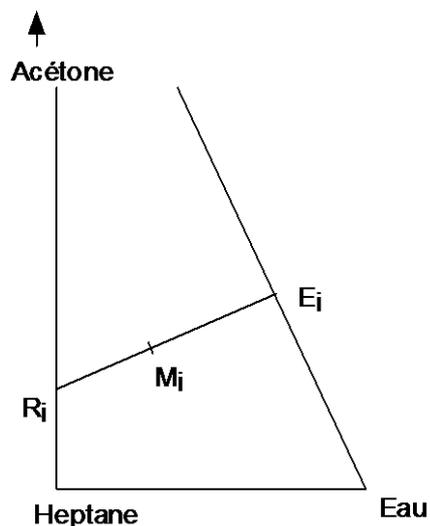
### 4°) DETERMINATION DES SEGMENTS CONJUGUES

La binodale étant connue, un mélange ternaire hétérogène représenté par le point M (dans la zone à deux phases) se sépare en un raffinat R et un extrait E dont les points représentatifs sont sur la binodale :  $E + R = M$

M est le barycentre de E et de R, les points E, R et M sont alignés.

Pour déterminer la composition de E et de R lorsqu'ils sont des ternaires (homogènes) on doit utiliser des méthodes spécifiques à chacun des constituants A, B et C, par exemple la RMN, la CPG, la densimétrie ou la méthode de Karl-Fischer pour le dosage de l'eau.

### 5°) CAS PARTICULIER DU MELANGE EAU/ACETONE/HEPTANE



Dans le cas du mélange M que l'on étudie, R et E sont des binaires, c'est à dire qu'ils sont représentés par des points R et E situés sur les côtés du triangle rectangle, ce qui les rend très faciles à placer. Il suffit donc de préparer des mélanges ternaires  $M_i$ , de titres connus en acétone et en eau, et de placer leurs points représentatifs  $M_i$  sur un diagramme triangulaire.  $M_i$  se sépare en deux phases  $R_i$  (supérieure) et  $E_i$  (inférieure). On peut doser l'acétone dans  $E_i$  et placer ce point. Ensuite, comme  $M_i$  est le barycentre de  $R_i$  et de  $E_i$  il suffit de tracer  $M_iE_i$  pour en déduire  $R_i$ .

## II- MANIPULATION: 1<sup>ERE</sup> PARTIE

### 1°) ETALONNAGE ACETONE/HEPTANE

#### AVANT DE COMMENCER

Vider le contenu de la bouteille d'heptane technique dans le bidon de récupération et le remplir à nouveau avec de l'heptane frais provenant de la soude. Ceci permettra de s'assurer que la qualité de l'heptane utilisé sera la même dans les deux parties de ce TP.

Le travail consiste à préparer par **pesée « à peu près précise »** quatre **solutions de référence** (acétone/heptane) contenant respectivement 2%, 5%, 10% et 25% en **masse** d'acétone et à mettre au point un dosage quantitatif de l'acétone dans l'heptane par densimétrie.

Peser des quantités de matière permettant une précision suffisante des données.

Mesurer au moins 2 fois chacune des solutions de référence ainsi que les produits purs.

- Reporter vos pesées et résultats sur un tableau Excel. Tracer la droite d'étalonnage.

### 2°) MELANGES TERNAIRES ET CONODALE

Préparer, toujours par pesée précise et dans des flacons soigneusement bouchés, huit mélanges ternaires acétone/heptane/eau de concentration croissante en acétone.

Agiter (**2 minutes minimum**) puis laisser décanter. Analyser les deux phases à l'aide du densimètre.

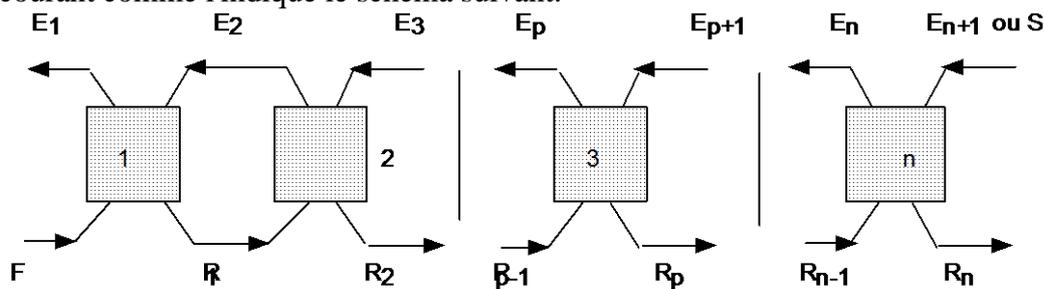
- Créer ce tableau sur Excel et compléter le par le calcul et avec les résultats des analyses.
- Comparer le résultat de % acétone dans  $R_i$  (donné par densimétrie) à celui obtenu graphiquement (après avoir tracé  $E_i M_i$ ). Commenter.

N°	Mélange $M_i$				Densimétrie				Graph	
	m <sub>acétone</sub> (g)	m <sub>heptane</sub> (g)	m <sub>eau</sub> (g)	%eau	%acét.	Densité $E_i$	%acét. dans $E_i$	Densité $R_i$		%acét. dans $R_i$
1	4	70	25							
2	8	70	35							
3	8	35	25							
4	12	35	25							
5	16	35	25							
6	20	35	25							
7	30	40	30							
8	32	35	25							

- Sur un diagramme ternaire, tracer les segments conjugués en utilisant les échelles : 20cm = 100% H<sub>2</sub>O ; 25cm = 50% Acétone (sur papier millimétré).
- A l'aide des données obtenues, tracer la courbe donnant  $E_i$  (densimétrie) en fonction de  $R_i$  (graph), dont on aura besoin pour la partie IV.

### III- EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE A CONTRE-COURANT: RAPPEL THEORIQUE

La colonne que l'on va utiliser peut être assimilée à une batterie d'extracteurs montés à contre-courant comme l'indique le schéma suivant:



Dans un extracteur  $p$  quelconque l'extrait  $E_p$  et le raffinat  $R_p$  sont en équilibre, et les points représentatifs  $E_p$  et  $R_p$  sont sur un segment conjugué.

Si l'on effectue un bilan de matière sur chaque extracteur on obtient:

$$\text{N}^\circ 1 \quad F + E_2 = E_1 + R_1 \quad \text{d'où} \quad F - E_1 = R_1 - E_2$$

$$\text{N}^\circ 2 \quad R_1 + E_3 = E_2 + R_2 \quad \text{d'où} \quad R_1 - E_2 = R_2 - E_3$$

-----

$$\text{N}^\circ p \quad R_{p-1} + E_{p+1} = E_p + R_p \quad \text{d'où} \quad R_{p-1} - E_p = R_p - E_{p+1}$$

-----

$$\text{N}^\circ n \quad R_{n-1} + E_{n+1} = E_n + R_n \quad \text{d'où} \quad R_{n-1} - E_n = R_n - E_{n+1}$$

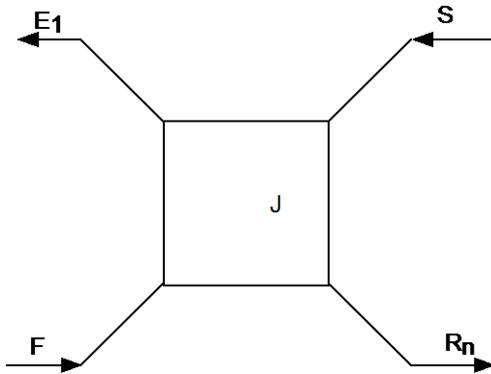
On obtient quel que soit p:  $R_p - E_{p+1} = F - E_1 = R_n - E_{n+1} = K$

⇒ Ainsi les points  $R_p, E_{p+1}$  sont alignés avec un point fixe K.

⇒ De plus, on rappelle que  $E_p, R_p, M_p$  sont alignés.

### Extracteur théorique J :

L'ensemble des extracteurs à contre-courant peut être assimilé à un extracteur équivalent unique représenté de la façon suivante :



F : charge à extraire, par exemple: acétone dans l'heptane

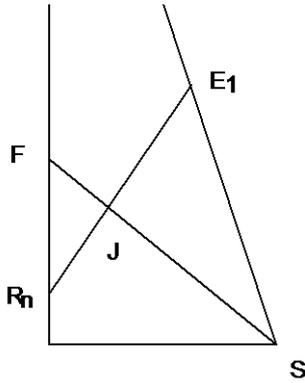
S : solvant d'extraction : eau

E1 : extrait final : recette lourde : acétone dans l'eau

Rn : raffinat ou recette légère : acétone dans l'heptane

Le bilan général de l'opération s'établit de la manière suivante :

$F + S = E_1 + R_n$  équation que l'on peut vérifier après l'expérience.  
Représentation graphique :



J est le barycentre de F et de S d'une part, et de E<sub>1</sub> et de R<sub>n</sub> d'autre part. Supposons que les points F, S et R<sub>n</sub> soient connus et que l'on veuille déterminer graphiquement la position de E<sub>1</sub>. Il faut d'abord placer les points connus puis tracer FS.

Pour placer J on applique la règle des barycentres :

$$\frac{f}{s} = \frac{JS}{JF} \text{ et } \frac{f}{f+s} = \frac{JS}{JF+JS} = \frac{JS}{FS} \text{ d'où } JS = \frac{f}{f+s} \times FS$$

On place le point J puis en traçant R<sub>n</sub>J on en déduit le point E<sub>1</sub> sur l'hypoténuse du triangle.

#### IV- MANIPULATION: 2<sup>EME</sup> PARTIE

- Reprendre les calculs préliminaires (masses et volumes d'acétone et d'heptane nécessaires pour préparer 40 L de mélange binaire à 25% massique) en utilisant la densité expérimentale de l'heptane technique.

Préparer 40 L d'un mélange binaire acétone/heptane contenant 25% d'acétone en masse et vérifier son titre par densimétrie.

 **Suivre les consignes d'un enseignant.** 

Afin d'équilibrer la colonne pulsée, charger 20 L de ce mélange dans l'installation et effectuer l'extraction de l'acétone par de l'eau. Prendre des échantillons E<sub>1</sub> et R<sub>n</sub> au cours d'extraction tous les 5L.

 **Suivre les consignes d'un enseignant.** 

- Calculer le volume de la colonne d'extraction (hauteur : 3 m; diamètre : 50 mm). Le volume chargé pour la mise en équilibre de la colonne est-il suffisant ?  
 - Comment évoluent les composition de E<sub>1</sub> et R<sub>n</sub> au cours de la 1<sup>ère</sup> extraction ? Quel est l'intérêt de faire ces prélèvements ?

Vider les recettes E<sub>1</sub> et R<sub>n</sub>, refaire le niveau de S. Repérer la hauteur actuelle dans S et F. Charger enfin le reste du mélange F en déterminant précisément la masse de F introduite pour cette seconde opération.

Prendre à nouveau des échantillons de E<sub>1</sub> et R<sub>n</sub> tous les 5L. Mesurer la teneur en acétone de R<sub>n</sub> et E<sub>1</sub> par densimétrie (la courbe tracée lors de la manipulation 2 sera réutilisée).

- A la fin de l'opération faire un bilan-matière global (i.e. déterminer les masses de F, S,  $E_1$  et  $R_n$ ).
- Placer J graphiquement à partir des positions de F, S,  $E_1$  et  $R_n$  d'une part, et à partir des positions et des masses de F et S d'autre part. Comparer et commenter.
- Faire un bilan global sous forme de tableau et comparer la position de J déterminée graphiquement précédemment et la position calculée par le tableau. Commenter.
- Déterminer le rendement de l'opération.
- A l'aide d'une construction graphique, déterminer le nombre d'extracteurs théoriques de la colonne pulsée (cf. V).
- Expliquer la construction graphique précisément.

## **V- DETERMINATION DU NOMBRE D'EXTRACTEURS THEORIQUES DE L'INSTALLATION**

Sur un graphique triangulaire utilisant les échelles (sur papier millimétré) : 10cm = 100% H<sub>2</sub>O (utiliser la moitié droite de la feuille et laisser la partie gauche pour placer K) ; 25cm = 50% Acétone, on effectue la construction suivante :

1°) PLACER LES POINTS CONNUS F, S,  $R_n$  ET  $E_1$

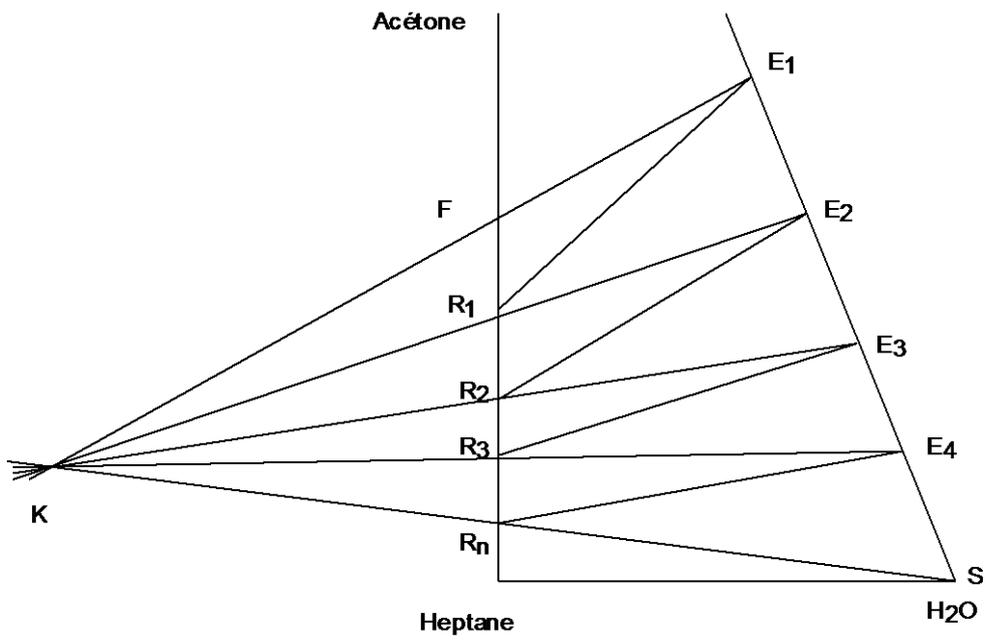
2°) K EST A L'INTERSECTION DE  $E_1F$  ET DE  $R_nS$

3°) A L'AIDE DE LA CONODALE  $E_i = F(R_i)$ , PLACER  $R_1$  D'OU LE SEGMENT CONJUGUE  $E_1R_1$

4°) TRACER  $R_1K$  QUI COUPE L'HYPOTENUSE EN  $E_2$  PUIS PLACER  $R_2$  DE LA MEME FAÇON QUE PRECEDEMMENT

5°) CONTINUER AINSI JUSQU'A L'OBTENTION D'UN POINT  $R_i < R_n$

6°) LE NOMBRE D'EXTRACTEURS THEORIQUES CORRESPOND AU NOMBRE DE SEGMENTS CONJUGUES  $E_iR_i$



## MANIPULATION N° 4

ESTERIFICATION

*Kilolab*

Kilolab De Dietrich 10L en verre avec groupe chaud/froid

### MANIPULATION

Estérification de l'acide succinique ou **acide butane-1,4-dioïque**.

#### Principe

L'acide succinique va être estérifié par l'éthanol en présence d'acide sulfurique.

La production de l'ester sera favorisée par élimination de l'eau du milieu réactionnel par entraînement azéotropique au cyclohexane.

Rechercher dans le "Handbook" toutes les caractéristiques **utiles** des réactifs et des solvants. Ne pas oublier celles des **azéotropes** : éthanol-eau-cyclohexane et éthanol-cyclohexane.

**N.B.** : L'azéotrope éthanol-eau-cyclohexane est hétérogène. Il se sépare dans le ballon de recette en 2 phases. La phase supérieure contient essentiellement du cyclohexane et un peu d'éthanol. La phase inférieure a la composition suivante en volume : 15% eau / 73% éthanol / 3% méthanol / 9% cyclohexane.

#### Questions préliminaires

- 1°) Que faire en cas de projection de NaOH ou de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ?
- 2°) Ecrire l'équation bilan de la réaction d'estérification.
- 3°) Calculer la masse d'acide succinique nécessaire à la réaction.
- 4°) Ecrire le mécanisme de la réaction d'estérification.
- 5°) Quelles sont les particularités de la réaction ? Comment obtenir une conversion totale de l'acide en ester ?
- 6°) Quel est le rôle de l'acide sulfurique ?
- 7°) Comment élimine-t-on l'eau du milieu réactionnel ?
- 8°) Sous quel forme le mélange eau-éthanol-cyclohexane s'évapore-t-il ? En conséquence, qu'élimine-t-on en même temps que l'eau ? Que risque-t-il de se passer si on distille trop ?
- 9°) Déterminer le volume V<sub>1</sub> d'eau pure à éliminer pour que la réaction soit totale. En déduire le volume V<sub>inf1</sub> de phase inférieure à éliminer pour que la réaction soit totale.
- 10°) Déterminer le volume V<sub>2</sub> d'éthanol que l'on peut éliminer sans que l'éthanol ne devienne le réactif limitant. En déduire le volume V<sub>inf2</sub> de phase inférieure.
- 11°) Risques (voir p. 9 et 15)

## **I- MODE OPERATOIRE**

### 1°) CHARGEMENT DU REACTEUR

En utilisant le "monte-jus", charger environ 4 L d'alcool éthylique à 95°, puis environ 5 L de cyclohexane technique ou de cyclohexane recyclé appelé phase supérieure (noter les quantités exactes chargées sur le cahier de labo).

Charger ensuite l'acide succinique (environ 10 moles) par le trou de poing après avoir mis en route l'agitation.

**Noter les quantités exactes chargées de chaque constituant.**

**Demander à un enseignant de charger 0,1 litre d'acide sulfurique concentré.**

### 2°) MISE EN CHAUFFE

Chauffer avec précaution en choisissant la régulation  $\Delta P$  et en indiquant une valeur de 0,8mbar en consigne.

 **Suivre les consignes d'un enseignant.** 

Pendant ce temps, prélever un échantillon d'alcool dans le bidon pour mesurer son titre.

### 3°) DISTILLATION

Afficher une consigne suffisamment élevée sur le régulateur de reflux pour distiller dans le ballon de recette en verre et en même temps ajouter par le ballon de charge, et au rythme de la distillation, 2 litres d'éthanol.

- Evaluer la variation de la vitesse de production de la phase inférieure.

Récupérer le distillat et l'introduire dans l'ampoule à décanter à disposition.

Soutirer la phase inférieure, mesurer son volume, et la stocker dans le bidon prévu à cet effet.

Stocker la phase supérieure dans le bidon bleu phase sup cyclo.

Ajouter ensuite par le ballon de charge 8L de cyclohexane au même rythme que la distillation et continuer à récupérer le distillat et à le séparer.

Si la température du réacteur augmente ajouter encore du cyclohexane.

 **Suivre les consignes d'un enseignant.** 

#### 4°) CALCULS ET PREPARATION

(Pendant la réaction)

- A l'aide des calculs préliminaires et de la composition de la phase inférieure en eau, déterminer le volume minimum ( $V_{inf1}$ ) de phase inférieure à éliminer pour que la réaction soit totale.
- De même, à l'aide de la composition de la phase inférieure en alcool, déterminer le volume maximum ( $V_{inf2}$ ) de phase inférieure à ne pas dépasser pour que la quantité d'alcool restant dans le réacteur soit suffisante pour la production de l'ester.
- Déterminer les 3 critères qui permettront d'évaluer la fin de la réaction.

Préparer dans le décanteur la solution d'eau salée pour le lavage final : Introduire d'abord 9L d'eau puis sous agitation 2 kg de chlorure de sodium (NaCl).  
Mettre environ 4 litres de toluène technique dans le bidon. Peser le bidon plein et inscrire la tare sur la fiche du bidon.

#### 5°) DISTILLATION SOUS VIDE

Lorsque les critères indiquant la fin de la réaction sont atteints, distiller le reste des solvants à la pression atmosphérique, puis sous vide (  **Suivre les consignes d'un enseignant.**  ).

## II- TRAITEMENT DE LA REACTION

#### 1°) REFROIDISSEMENT DU REACTEUR

« Casser le vide »

**Demander de l'aide à un enseignant pour refroidir le réacteur.**

Pendant que le réacteur refroidit, récupérer les solvants qui ont été distillés sous vide.  
Séparer la phase inférieure de la phase supérieure.  
Introduire 1/3 de l'eau salée dans le ballon de charge.

#### 2°) LAVAGE DE L'ESTER

 **Suivre les consignes d'un enseignant.** 

Laver l'ester avec l'eau salée en **trois fois** (3 lavages).  
Ne pas jeter les phases aqueuses.

Mesurer le pH de chaque phase aqueuse au papier pH.

- En déduire si le lavage est efficace.

Séparer et peser l'ester brut.

**Demander à un enseignant de contrôler sa pureté en C.P.G.**

**Après le résultat de la CPG stocker l'ester dans le bidon prévu à cet effet si l'ester est de bonne qualité.**

Réunir les phases aqueuses, et les extraire en une fois avec les 4 litres de toluène technique préparés préalablement dans le décanteur.

**Peser le bidon de toluène après l'extraction** pour déterminer la quantité d'ester extraite et remplir la fiche.

- Calculer le rendement de l'estérification en prenant en compte la masse d'ester extraite dans le toluène.

### 3°) NEUTRALISATION DES PHASES AQUEUSES

- Calculer la masse d'hydroxyde de sodium nécessaire pour neutraliser les phases aqueuses et **faites vérifier votre calcul par un enseignant.**

Peser le tiers environ de la quantité calculée d'hydroxyde de sodium, avec beaucoup de précautions (gants).

**Prendre énormément de précautions pour peser la soude :** gants, lunettes.

Utiliser 2 petits béchers et la plus petite pelle en inox.

Un bécher pour mettre l'hydroxyde de sodium et le 2<sup>ème</sup> pour poser la pelle après usage.

Les gants ne serviront qu'à prélever l'hydroxyde de sodium dans le bidon et surtout pas à manipuler la balance ou le réacteur.

Ajouter cette quantité à la totalité des eaux de lavage, agiter, puis mesurer le pH.

Recommencer les ajouts jusqu'à pH neutre.

Lorsque les phases aqueuses rassemblées sont neutralisées, les jeter à l'égout.

Ranger tout le matériel après l'avoir nettoyé à l'eau chaude.

#### Nettoyage :



**Suivre les consignes d'un enseignant.**

- Rincer les deux ballons de charge à l'eau chaude.
- Remplir le réacteur à moitié d'eau chaude et agiter 5 min.
- Vider le réacteur puis le nettoyer au tuyau d'eau chaude.
- Nettoyer le sol à l'eau chaude et tirer l'eau vers les caniveaux.
- Nettoyer la balance près du bac de soude.

## MANIPULATION N° 5

### DISTILLATION DISCONTINUE A REFLUX CONSTANT

#### BUT DE LA MANIPULATION

On étudie la distillation discontinue d'un mélange binaire homogène **d'acétate d'éthyle et d'acétate d'isopropyle** et le travail se décompose de la façon suivante :

1°) MISE EN CHAUFFE DE L'INSTALLATION

2°) DISTILLATION DISCONTINUE DU MELANGE D'ESTERS

a) Détermination du nombre de plateaux théoriques à reflux total.

b) Distillation discontinue à reflux  $R = 9$ , avec vérification de la relation suivante étudiée en cours (équation de Rayleigh) :  $\ln \frac{N_i}{N_f} = \int_{x_{wf}}^{x_{wi}} \frac{dx}{x_D - x}$

Un bref rappel théorique présente l'essentiel de la théorie avant le mode opératoire

Analyse : les compositions molaires des différents mélanges à analyser seront déterminées par CPG en utilisant la méthode de normalisation interne avec facteurs de réponse.

#### QUESTIONS PRELIMINAIRES

1°) S'agit-il d'une distillation à  $x_D$  constant et  $R$  variable ou à  $x_D$  variable et  $R$  constant? Justifier.

2°) En quoi consiste la méthode des trapèzes utilisée pour calculer la valeur d'une intégrale ?

3°) Quelle est la formule mathématique donnant l'aire d'un trapèze ? Dans le cas du TP, les aires de quels trapèzes souhaite-t-on calculer ? Adapter la formule précédente avec les notations du TP.

4°) A quoi servent les sondes de température positionnées sur l'installation ?

5°) Calculer les masses d'acétate d'éthyle et d'acétate d'isopropyle à peser, pour préparer les quatre solutions de référence (voir III p.44).

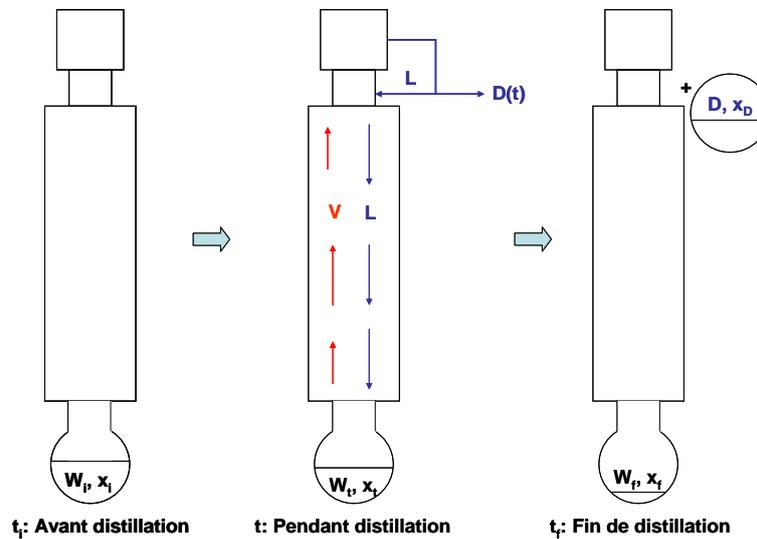
6°) En CPG, expliquer ce qu'est un facteur de réponse. Le facteur de réponse est-il le même pour l'acétate d'éthyle et l'acétate d'isopropyle ? Expliquez le principe de la méthode de normalisation avec facteurs de réponse et donner son intérêt.

7°) A quoi servent les quatre solutions de références-préparées dans la partie III

8°) Risques (voir p. 9 et 15)

## I- RAPPEL THEORIQUE

### 1°) METHODE DE MAC-CABE ET THIELE



Hypothèses: distillation d'un mélange binaire homogène A et B

-x et y: fractions molaires du liquide et de la vapeur en équilibre

-régime permanent

-colonne adiabatique

-condensation totale des vapeurs en tête de colonne

-chaleurs de vaporisation  $L_A$  et  $L_B$  égales et constantes

-connaissance de la relation  $y=f(x)$

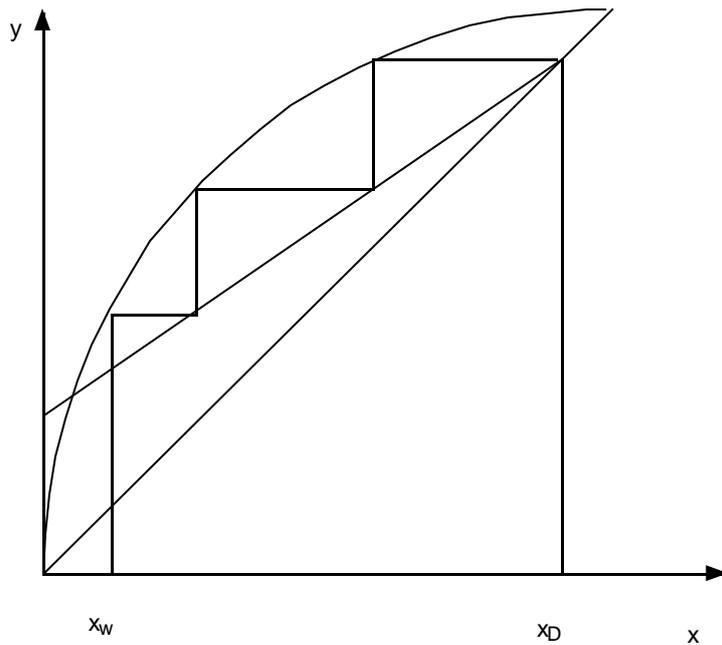
-taux de reflux :  $R = L/D$

- équation de la droite opératoire:

$$y_p = \frac{R}{R+1} x_{p+1} + \frac{x_D}{R+1}$$

**ATTENTION : NE PAS RINCER LES FLACONS A L'ACETONE**

Diagramme de Mac-Cabe et Thiele



## 2°) DISTILLATION DISCONTINUE A TAUX DE REFLUX CONSTANT

Problème: qu'obtient-on en distillant avec une colonne de plateaux constants et avec un taux de reflux constant ?

$N \rightarrow D + W$  avec  $D$  variable et  $W$  instantané variable  
Si l'on se fixe un  $x_w$  final calculer  $D$ .

On a les relations suivantes :

soit  $N_i$  le nombre de moles initial dans le bouilleur et  $N_f$  le nombre de moles dans le bouilleur à la fin de l'opération. On a alors comme bilan global:

$$N_i = N_f + D$$

soit en composé le plus volatil:

$$N_i x_i = N_f x_w + D x_D$$

à un instant  $t$ :

on a  $N$  moles dans le bouilleur de composition  $x$

à un instant  $t + dt$ :

on a  $N - dN$  moles dans le bouilleur de composition  $x - dx$   
et on distille  $dN$  moles de composition  $x_D$  variable

d'où le bilan: 
$$Nx = (N - dN)(x - dx) + dN x_D$$

soit 
$$Nx = Nx - Ndx - dNx + dNdx + dNx_D$$

d'où 
$$Nx - Nx = dN(x_D - x) - Ndx \quad \text{en négligeant le terme du 2° ordre } dNdx$$

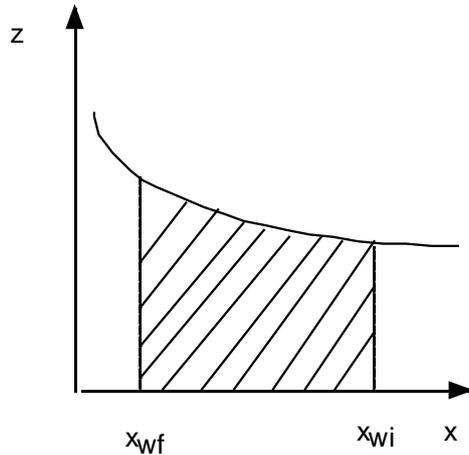
soit 
$$Ndx = dN(x_D - x)$$

ce qui donne en intégrant :

$$\int_{x_{wi}}^{x_{wf}} \frac{dN}{N} = \int_{x_{wi}}^{x_{wf}} \frac{dx}{x_D - x}$$

d'où

$$\boxed{\ln \frac{N_i}{N_f} = \int_{x_{wf}}^{x_{wi}} \frac{dx}{x_D - x}} \quad (\text{équation de Rayleigh})$$



or  $x_D = f(x)$  et  $(x_D - x) = f(x)$  donc seule une solution graphique permet de résoudre le problème. Il faut construire la courbe  $z = 1/(x_D - x)$  en fonction de  $x$  et intégrer graphiquement entre  $x_{wi}$  et  $x_{wf}$  par la mesure de l'aire sous la courbe.

## II- MISE EN CHAUFFE DE L'INSTALLATION

### 1°) APPAREILLAGE

Sur l'installation, repérer les parties suivantes:

- bouilleur avec l'échangeur monté en thermosiphon
- colonne à garnissage
- condenseur
- dispositif de reflux
- système de recyclage de distillat
- système de capture des températures et leur affichage en permanence sur le DIGI-SENSE.

- Que contrôlent les vannes du 1<sup>er</sup> étage ? Quel est l'intérêt de ces vannes ?

 Suivre les consignes d'un enseignant pour le réglage initial des vannes. 

### 2°) MISE EN CHAUFFE DE L'INSTALLATION

 Suivre les consignes d'un enseignant. 

Prélever 3 échantillons au bouilleur pendant la mise en chauffe de l'installation.

Penser à surveiller régulièrement l'installation.

**ATTENTION : NE PAS RINCER LES FLACONS A L'ACETONE**

### III- MISE AU POINT DE L'ANALYSE PAR CPG

Après avoir préparé **quatre solutions de référence** (environ 50g) contenant respectivement 10 %, 20%, 50 % et 90 % d'AcOEt en **moles**, mettre au point un dosage quantitatif de ces composés par CPG en utilisant la méthode de normalisation.



Suivre les consignes d'un enseignant pour la CPG.

### IV- DISTILLATION A DIFFERENTS TAUX DE REFLUX ( $R = \infty, 9$ )

#### 1°) DETERMINER LE NOMBRE DE PLATEAUX THEORIQUES DE LA COLONNE A REFLUX TOTAL

Lorsque la colonne est équilibrée à reflux total, relever les températures  $T_6$  à  $T_{10}$  et prélever simultanément un échantillon au bouilleur et en tête de colonne. Déterminer  $x_D$  et  $x_W$  et utiliser ces valeurs pour déterminer le nombre de plateaux théoriques de la colonne à reflux total en traçant un diagramme de Mac-Cabe et Thiele.

- Déterminer le nombre de plateaux théoriques à reflux total. Commenter.

#### 2°) DISTILLATION A TAUX DE REFLUX CONSTANT $R = 9$ – MISE EN EQUILIBRE

**Attention : on recyclera le distillat au bouilleur dans cette étape. Régler les vannes en conséquence.**

Sans toucher à la vanne L, déterminer puis imposer la valeur de D nécessaire pour avoir  $R = 9$ . Laisser la colonne s'équilibrer à ce taux de reflux et faire à nouveau un prélèvement dans le bouilleur et en tête de colonne. Noter les températures  $T_6$  à  $T_{10}$  au moment du prélèvement, ainsi que les valeurs de L et D.

**Ajuster si nécessaire la valeur de D pour maintenir R constant.**

- Commenter l'évolution de  $x_D$  à  $R = 9$  par rapport à  $R = \infty$ .

#### 3°) DISTILLATION A TAUX DE REFLUX CONSTANT $R = 9$ – DISTILLATION

Lorsque la colonne est à l'équilibre, démarrer la distillation *réelle* en modifiant le réglage des vannes au premier étage.

Toutes les 10 min, noter les températures  $T_6$  à  $T_{10}$ , les valeurs de L et D, et prélever simultanément un échantillon dans le bouilleur et en tête de colonne pour déterminer  $x_w$  et  $x_D$ .

**Après 1h30, repasser en mode recyclage du distillat au bouilleur (vannes 1<sup>er</sup> étage).**  
Vidanger le ballon de recette dans le bidon prévu à cet effet et homogénéiser.  
Déterminer la quantité de distillat recueillie et le titre global du distillat par CPG.

- Comment ont évolué les températures et les compositions  $x_W$  et  $x_D$  pendant les 90 minutes de distillation? Pourquoi ?



**Suivre les consignes d'un enseignant pour arrêter le chauffage.**

#### 4°) EXPLOITATION DES RESULTATS

a) Calculer  $N_i$  le nombre total de moles dans le bouilleur au départ ( $V_i = 41,2$  L)

b) Calculer le nombre de moles dans le distillat global D puis en déduire le nombre de moles dans le bouilleur à la fin de l'opération  $N_f$ .

c) Déterminer  $N_f$  en utilisant l'équation de Rayleigh.  
$$\ln \frac{N_i}{N_f} = \int_{x_{if}}^{x_{wi}} \frac{dx}{x_D - x} \quad (\text{utiliser la méthode des trapèzes pour l'intégration})$$

d) Comparer cette valeur à celle trouvée à partir de  $N_i$  et D à la question précédente.

- L'équation de Rayleigh est-elle vérifiée ? Expliquer.

TABLE DES ECHANTILLONS – tableau\_TP5.xls disponible sur C:\...\bureau\

Quand effectuer le prélèvement?	Bouilleur		Distillat	
	Nom fichier	$x_w$	Nom fichier	$x_D$
<b>Démarrage</b>				
1 min après mise en chauffe	BOU_INI_1	$x_{wi} 1 =$		
4 min après mise en chauffe	BOU_INI_2	$x_{wi} 2 =$		
7 min après mise en chauffe	BOU_INI_3	$x_{wi} 3 =$		
	Moyenne			
<b>Reflux total</b>				
à l'équilibre à R total	R_TOT_BOU1	$x_w 1 =$	R_TOT_DIST1	$x_D 1 =$
5-10 min plus tard	R_TOT_BOU2	$x_w 2 =$	R_TOT_DIST2	$x_D 2 =$
5-10 min plus tard	R_TOT_BOU3	$x_w 3 =$	R_TOT_DIST3	$x_D 3 =$
	Moyenne		Moyenne	
<b>Reflux R = 9 sans distiller</b>				
à l'équilibre à R = 9	R_9_BOU1	$x_w 4 =$	R_9_DIST1	$x_D 4 =$
5 min plus tard	R_9_BOU2	$x_w 5 =$	R_9_DIST2	$x_D 5 =$
10 min plus tard	R_9_BOU3	$x_w 6 =$	R_9_DIST3	$x_D 6 =$
	Moyenne		Moyenne	

Quand effectuer le prélèvement?	Bouilleur		Distillat		Calculs	
	Nom fichier	$x_w$	Nom fichier	$x_D$	$1/(x_D - x_w)$	Aire trapèze
<b>Distillation à R = 9</b>						
à $t_0$ , i.e. quand la distillation est lancée	R_9_BOU_t0	$x_w 0 =$	R_9_DIST_t0	$x_D 0 =$		
à $t_0 + 10\text{min}$	R_9_BOU_t10	$x_w 10 =$	R_9_DIST_t10	$x_D 10 =$		
à $t_0 + 20\text{min}$	R_9_BOU_t20	$x_w 20 =$	R_9_DIST_t20	$x_D 20 =$		
à $t_0 + 30\text{min}$	R_9_BOU_t30	$x_w 30 =$	R_9_DIST_t30	$x_D 30 =$		
à $t_0 + 40\text{min}$	R_9_BOU_t40	$x_w 40 =$	R_9_DIST_t40	$x_D 40 =$		
à $t_0 + 50\text{min}$	R_9_BOU_t50	$x_w 50 =$	R_9_DIST_t50	$x_D 50 =$		
à $t_0 + 60\text{min}$	R_9_BOU_t60	$x_w 60 =$	R_9_DIST_t60	$x_D 60 =$		
à $t_0 + 70\text{min}$	R_9_BOU_t70	$x_w 70 =$	R_9_DIST_t70	$x_D 70 =$		
à $t_0 + 80\text{min}$	R_9_BOU_t80	$x_w 80 =$	R_9_DIST_t80	$x_D 80 =$		
à $t_0 + 90\text{min}$ <i><b>arrêter la distillation</b></i>	R_9_BOU_t90	$x_w 90 =$	R_9_DIST_t90	$x_D 90 =$	<b>Aire totale</b>	=
<b>Fin</b>						
après arrêt de la distillation	BOU_FIN_1	$x_w \text{ fin1} =$	DIST_FIN_1	$x_D \text{ fin1} =$	<b>N<sub>i</sub></b>	=
5 min plus tard	BOU_FIN_2	$x_w \text{ fin2} =$	DIST_FIN_2	$x_D \text{ fin2} =$	<b>N<sub>f</sub></b>	=
<b>Contrôle des rejets</b>						
Injecter les rejets, i.e. l'ensemble des purges du bouilleur et du distillat mélangés aux différents prélèvements						

## MANIPULATION N °6

### RÉCUPÉRATION D'ACIDE SUCCINIQUE

On utilise le réacteur automatisé de 65 L en acier inoxydable pour les réactions en milieu basique ou neutre.

#### BUT DE LA MANIPULATION

A partir d'un mélange d'esters (succinates), on veut récupérer l'acide succinique (acide butane-1,4-dioïque).

Le mélange d'esters est un produit brut provenant de l'estérification de l'acide succinique par l'alcool éthylique dénaturé, en présence d'acide sulfurique.

Il contient principalement le succinate de diéthyle (butane-1,4-dioate d'éthyle).

#### PRINCIPE DE LA MANIPULATION

L'ester brut va, dans un premier temps, être saponifié par l'hydroxyde de sodium.

La solution aqueuse de succinate de sodium obtenue va ensuite être acidifiée par l'acide sulfamique ( $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$ ) pour faire précipiter l'acide succinique.

#### QUESTIONS PRELIMINAIRES

- 1°) Que faire en cas de projection de soude ?
- 2°) Ecrire l'équation bilan de la réaction de saponification.
- 3°) Calculer la masse de soude théoriquement nécessaire.
- 4°) Ecrire le mécanisme de la réaction de saponification.
- 5°) Ecrire l'équation bilan de la réaction du succinate de sodium avec l'acide sulfamique.
- 6°) Calculer la masse d'acide sulfamique théoriquement nécessaire.
- 7°) Que contiennent les phases aqueuse et organique à l'issue de l'étape de saponification ? Quelle phase doit-on conserver ?
- 8°) Qu'élimine-t-on lors de la distillation ? Pourquoi réalise-t-on cette distillation ?
- 9°) Justifier le choix de l'acide sulfamique pour effectuer la neutralisation du succinate de sodium.
- 10°) Risques (voir p. 9 et 15)

#### RAPPEL

Il est **impératif** de noter dans le cahier de laboratoire toutes les « opérations » effectuées dans les rubriques « synoptique », « grafctet » et « régulation » du logiciel tout au long du TP. Il convient également de préciser la position au repos des différentes vannes et d'indiquer quelles vannes sont ouvertes et fermées au cours des différentes étapes du TP.

## I- PREMIERE PARTIE : SAPONIFICATION (REACTION SUR LE GRAFCET)

### 1°) MISE EN MARCHE

 Suivre les consignes d'un enseignant. 

### 2°) DETAILS DES REACTIFS ET CHARGEMENT

- 3 kg de succinate de diéthyle brut.
- 10 L de toluène technique ou 10 L de solution fournie, solution récupérée à l'estérification qui peut contenir un peu d'ester dissous (voir fiche).
- 25 L d'eau.

Peser l'ester en tenant compte de la quantité déjà présente dans la solution de toluène.

Indiquer les quantités de réactifs et de solvants chargées

Prendre un échantillon de cet ester brut ( $A_1$ ) dans un petit pilulier.  
Prendre un échantillon ( $A_2$ ) de la solution fournie d'esters dans le toluène.

Ajouter l'ester brut pesé à la solution fournie, agiter le bidon jusqu'à dissolution.

Charger cette solution puis les 25 L d'eau (ballon de charge) en deux fois.

Porter à 50°C (Régulation, Refroidissement).

Analyser en CPG les échantillons  $A_1$ ,  $A_2$ .

 Suivre les consignes d'un enseignant pour le démarrage de la CPG. 

Donner les conditions de la CPG et décrire les chromatogrammes  $A_1$  et  $A_2$ .

### 3°) AJOUT DE LA SOUDE

#### **Pesée de l'hydroxyde de sodium solide (NaOH) :**

**Prendre énormément de précautions :** gants, lunettes.

Utiliser 2 petits béchers et la plus petite pelle en inox.

Un bécher pour mettre l'hydroxyde de sodium et le 2<sup>ème</sup> pour poser la pelle après usage.

Les gants ne serviront qu'à prélever l'hydroxyde de sodium dans le bidon et surtout pas à manipuler la balance ou le réacteur.

- Calculer la quantité théorique d'hydroxyde de sodium. **Faire vérifier vos calculs par un enseignant.**

Prendre **deux échantillons** de phase organique ( $B_0$  et  $B_0'$ ) puis ajouter les premiers 400 g d'hydroxyde de sodium.



Suivre les consignes d'un enseignant pour l'échantillonnage et l'étalonnage de la CPG. 

Toutes les 10 min, prendre un échantillon ( $B_1$  à  $B_n$ ).

Remettre le reste du prélèvement dans le réacteur par le trou de poing avec 200g d'hydroxyde de sodium.

Analyser tous les échantillons ( $B_0$ ,  $B_1$  à  $B_n$ ).

Continuer l'addition d'hydroxyde de sodium 200g par 200g **jusqu'à la masse théorique**.

Seule l'analyse en C.P.G permettra de connaître la quantité d'hydroxyde de sodium réellement nécessaire (voir ci-dessous).

### Exploitation de la C.P.G

Renouveler l'addition d'hydroxyde de sodium tant que la masse théorique n'est pas atteinte et tant qu'il reste du succinate d'après les analyses.

- Faire un tableau des résultats des analyses  $B_1$  à  $B_n$ .
- Construire une courbe donnant l'évolution du % de succinate restant en fonction de la masse d'hydroxyde de sodium ajoutée.
- Commenter l'allure de la courbe obtenue.

L'extrapolation de cette courbe permet de déterminer la quantité d'hydroxyde de sodium nécessaire à la réaction.

### 4°) FIN DE LA SAPONIFICATION

Refroidir jusqu'à température ambiante.

**Après avoir vérifié que la vanne de vidange du décanteur est fermée**, vidanger le contenu du réacteur dans le décanteur, mesurer le volume de la phase aqueuse.

**Arrêter le cycle réaction.**

Rincer le réacteur avec un minimum d'eau (  Suivre les consignes d'un enseignant.

).

## II- DEUXIEME PARTIE : RECUPERATION DE L'ACIDE SUCCINIQUE : DISTILLATION SUR LE GRAFCET

### 1°) CONCENTRATION DE LA PHASE AQUEUSE JUSQU'A 10L

Lancer le cycle « **Distillation** » sur l'ordinateur.

Charger la phase aqueuse.

Noter le volume de phase aqueuse chargé.

Laver la phase organique (toluène) 3 fois avec de l'eau dans le décanteur puis la stocker dans le bidon prévu à cet effet dans la soute extérieure. Puis nettoyer les deux décanteurs à l'eau claire.

Distiller de l'eau jusqu'à ce qu'il ne reste plus qu'environ 10 L dans le réacteur.

### 2°) CALCUL DE LA QUANTITE NECESSAIRE D'ACIDE SULFAMIQUE

- Calculer la quantité d'acide sulfamique ( $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$ ) à ajouter pour neutraliser la solution de succinate de sodium et ainsi faire précipiter l'acide succinique.

Peser l'acide sulfamique **après avoir fait vérifier vos calculs par un enseignant.**

### 3°) PRECIPITATION DE L'ACIDE SUCCINIQUE

Lorsqu'il ne reste plus qu'environ 10 L de solution dans le réacteur, arrêter le chauffage.

Attendre que la température redescende vers 70 °C puis ajouter l'acide sulfamique.

Laisser réagir à 90°C (grafcet : temporisation de 10 min).

Vider à chaud le réacteur directement dans un seau en inox (prévoir deux seaux au cas où le volume de phase aqueuse serait supérieur à 10L).

Laver le réacteur et la tuyauterie en verre à l'eau chaude.



**Suivre les consignes d'un enseignant pour le nettoyage final des canalisations.**

Puis arrêter le cycle « Distillation ».

Refroidir la solution d'acide succinique avec le serpent.

Essorer l'acide avec la centrifugeuse.

- Noter la masse d'acide succinique récupérée.  
- Calculer le rendement de la manipulation. Commenter.

Rincer la centrifugeuse à l'eau très chaude.

Vider et rincer la recette de la centrifugeuse.

Nettoyer tout le matériel à l'eau chaude et le ranger.

Nettoyer le sol à proximité du poste de travail et de la centrifugeuse à l'eau chaude. Tirer l'eau vers les caniveaux.



**Suivre les consignes d'un enseignant pour le nettoyage final.**