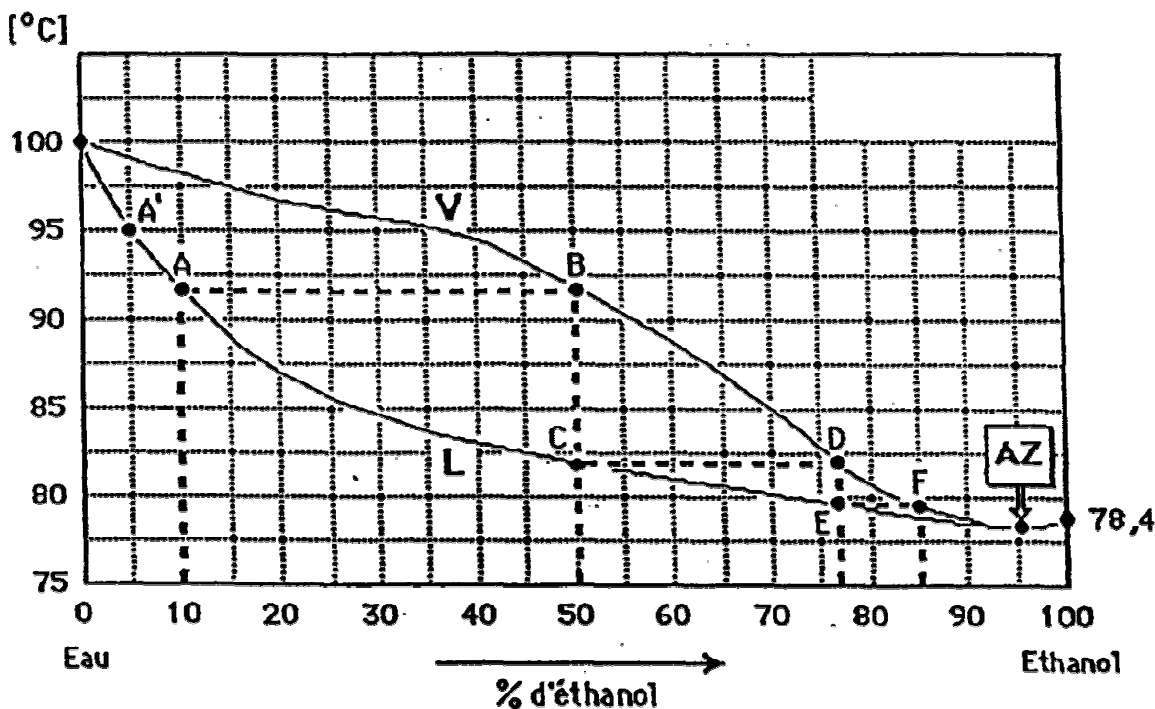


Distillation fractionnée

Diagramme de distillation

La distillation du vin permet de séparer globalement ses constituants volatils (alcool et eau) de ceux qui ne le sont pas. La vapeur d'alcool $T_{éb} = 78,4\text{ °C}$ est cependant plus volatile que la vapeur d'eau ($T_{éb} = 100\text{ °C}$). Aussi obtient-on un distillât plus concentré en alcool et un résidu plus dilué que le vin utilisé. Un mélange eau-alcool à 10%, par exemple, (point A du diagramme), produit une vapeur contenant 50% d'éthanol (point B). Par condensation, cette vapeur donne un distillât liquide de même concentration (point C). En redistillant ce distillât, on obtient une vapeur contenant 77% d'éthanol (point D). Une troisième distillation donnerait un distillât à 85% (point F), et ainsi de suite. On peut ainsi extraire complètement l'alcool, et le résidu ne contient plus que de l'eau (et les matières non volatiles du vin).



Le diagramme montre cependant que la courbe de vapeur (V) rejoint celle du liquide (L) pour une concentration en éthanol de 95,6%. Quand ce point, nommé azéotrope (AZ) est atteint, le liquide et sa vapeur ont la même composition et il devient impossible de concentrer d'avantage l'alcool par de nouvelles distillations.

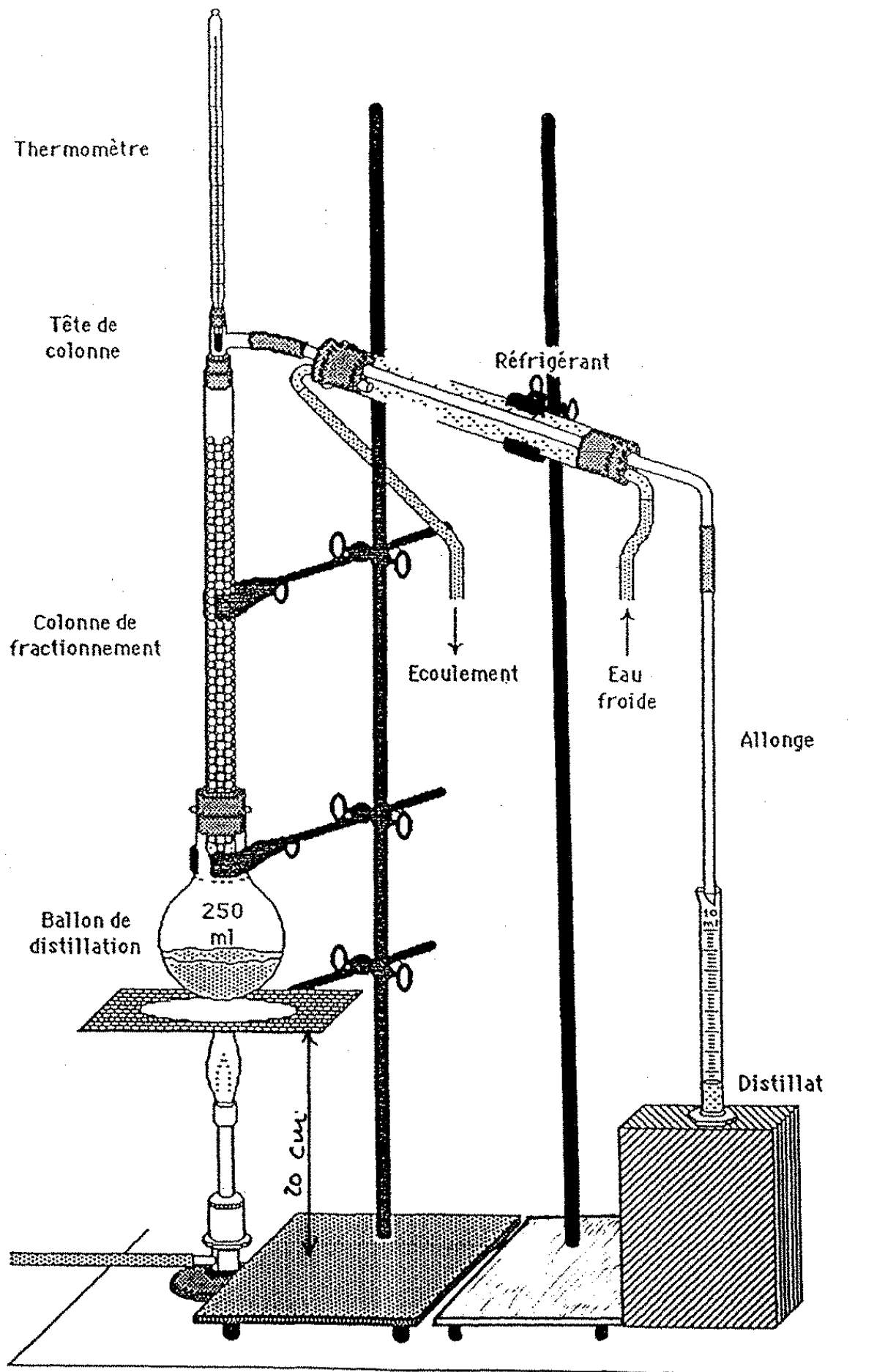
Par une série de distillations successives, il est donc possible de séparer l'eau et l'alcool d'une solution en deux fractions contenant l'une de l'eau pure (résidu), et l'autre un mélange azéotrope à 95,6% d'alcool (distillât). Ce processus porte le nom de **distillation fractionnée**.

Appareillage

A l'échelle du laboratoire, on se sert d'un ballon de distillation équipé d'une colonne de fractionnement, dont le rôle est d'effectuer simultanément toute une série de distillations successives du fait des nombreux équilibres qui s'y établissent entre la vapeur qui monte et le liquide condensé qui descend. On y parvient en augmentant au maximum la surface interne de la colonne, en remplissant celle-ci de nombreux petits anneaux de verre. Un thermomètre placé en tête de colonne indique la température de passage des vapeurs, ce qui permet de contrôler la bonne marche de la distillation.

Montage

Le montage de l'appareillage se fait selon le dessin ci-dessous. Après avoir fixé le ballon à environ 2 cm au-dessus du treillis, y introduire 70 ml de vin rouge et quelques pierres à distiller. Fixer ensuite la colonne et son thermomètre, puis au moyen d'un deuxième statif, le réfrigérant et l'allonge. Ouvrir l'alimentation en eau du réfrigérant de manière qu'un mince filet d'eau s'écoule.



Distillation.

Allumer le bec Bunsen et le glisser sous le ballon. Surveiller attentivement l'apparition de mouvements de convection et de mousse à la surface du vin. Réduire alors le chauffage. Dès que le vin commence à bouillir, retirer le bec Bunsen jusqu'à ce que l'ébullition se calme. Observer le reflux du liquide de plus en plus haut dans la colonne. Cette ascension de la zone de reflux doit être lente (2 à 3 minutes) pour qu'un gradient de température s'établisse entre le bas et le haut de la colonne. Si l'ébullition est mal maîtrisée au départ, ou si l'on distille trop rapidement, la colonne s'échauffe en bloc; le gradient de température est alors insuffisant pour provoquer un reflux complet de l'eau dans la ballon.

Dès que le reflux atteint le thermomètre placé en tête de colonne, la température s'élève brusquement et se stabilise vers 77°C (point d'ébullition de l'éthanol). Si l'opération est bien conduite, ce palier de température se maintient tant que passe l'alcool. Il faut pour cela régler le chauffage de façon que la vitesse de distillation n'excède pas une goutte toutes les deux secondes. On recueille le distillat dans le 1^{er} cylindre gradué de 10 ml. Noter la température en tête de colonne à la première goutte de distillat (0 ml), puis tous les ml. Lorsque le volume du distillat atteint exactement 5 ml, remplacer le cylindre gradué (n° 1) par le deuxième (n° 2) et poursuivre la distillation. Lorsque le volume du distillat atteint de nouveau 5 ml exactement (soit 10 ml en tout), remplacer le deuxième cylindre par un troisième (n°3) et continuer la distillation jusqu'à de nouveau 5 ml (soit 15 ml en tout). Garder les trois fractions.

Lorsque le vin s'appauvrit en alcool, il devient nécessaire d'augmenter le chauffage; la température s'élève alors en tête de colonne, indiquant que le distillat s'enrichit en eau. Noter l'évolution de la température en fonction du nombre de mL de distillat récolté.

Propriétés des fractions

Masse volumique

Peser une seringue de 1 mL vide. Peser ensuite la même seringue remplie à 1mL avec le liquide de la première fraction, ceci en veillant bien à ce qu'il n'y ait pas de bulles d'air. Procéder de même avec les deux autres fractions puis calculer la masse volumique de chaque fraction.

Combustion

Verser un peu de la première fraction dans un verre de montre et essayer d'enflammer le liquide, faire de même avec les deux autres fractions.

Goût (facultatif!)

A l'aide d'une pipette neuve, mettre un goutte de chaque fraction sur la langue et noter les différences de goût.

Résultats

Utiliser le relevé des températures des vapeurs en fonction du volume distillé pour faire un graphique avec en abscisse le volume de distillat et en ordonnée la température des vapeurs. Evaluer la température moyenne des vapeurs pour chaque fraction de 5 mL puis calculer le pourcentage d'alcool à l'aide du diagramme de distillation.

Calculer la masse volumique de chaque fraction de distillat et déterminer grâce au graphique tiré du Handbook leur pourcentage d'alcool.

Comparer dans un tableau les valeurs obtenue pour le pourcentage d'alcool par les deux méthodes et discuter ces résultats.

