

### **A) But de la manipulation**

- Initiation au poste de rectification en discontinu ;
- Détermination du nombre d'étages théoriques (NET) et de la hauteur équivalente à un plateau théorique (HEPT) du garnissage en fonctionnement à reflux total ;
- Etude des pertes de charge dans la colonne.

### **B) Descriptif et schéma de l'installation**

Voir descriptif joint ; relever les données utiles et faire le schéma de procédé de l'installation utilisée.

**Faire contrôler le schéma par le professeur** avant de passer à la suite.

### **C) Manipulation**

#### **1) Remarques préliminaires**

Vérifier que les interrupteurs marche-arrêt de l'armoire de commande sont en position « arrêt » avant mise sous tension générale.

Manœuvrer les vannes, les commutateurs des afficheurs et les interrupteurs marche-arrêt de l'armoire de commande **avec douceur**.

**Opérer sans précipitation** en contrôlant les positions des différentes vannes avant chaque nouvelle étape.

D'une manière générale proscrire tout comportement qui pourrait nuire à la sécurité des opérateurs ou porter atteinte au matériel.

#### **2) Mélange binaire étudié**

On étudie le mélange **méthanol + propan-1-ol**. Relever les caractéristiques du mélange sur le panneau d'affichage.

#### **3) Ajustage du mélange**

Déterminer le titre massique en méthanol du mélange par mesure de l'indice de réfraction à 20°C.

Préparer 3000 g de mélange ajusté à 30,0% (titre massique en méthanol) par ajout de méthanol technique (pureté 98%). **Contrôler le titre massique du mélange ajusté.**

#### **4) Démarrage de l'installation**

On travaille à reflux total : timer à l'arrêt.

On vérifiera que toutes les parties de l'installation pouvant contenir du liquide (bouilleur, conduites de soutirage du distillat, plateaux en Téflon) ont été purgées. Si ce n'est pas le cas recueillir le liquide soutiré dans un petit flacon. Refermer les vannes de soutirage et d'échantillonnage.

Charger le bouilleur avec une masse connue, voisine de 3000 g, de mélange à traiter.

Ouvrir l'eau de refroidissement à un débit de 100 L/h.

Relever à  $t = 0$  min :

- la température du bouilleur,
- les températures le long de la colonne,
- la température de tête de colonne,
- les températures d'entrée et sortie de l'eau dans le condenseur de tête,
- la perte de charge dans la colonne.

Mettre en marche la chauffe au bouilleur. Régler l'intensité à 4,5 A stable. Déclencher le chronomètre.

Relever toutes les trois minutes les températures précédentes et la perte de charge, **jusqu'à l'établissement d'un régime stationnaire.**

Tracer, dans un même repère, les courbes donnant les températures au bouilleur, le long de la colonne et en tête de colonne en fonction du temps. Commenter l'allure de ces courbes.

### 5) Etude du fonctionnement en régime stationnaire à reflux total

Lorsque le régime stationnaire est atteint, calculer (voir annexe) :

- la puissance électrique fournie au bouilleur,
- le flux de chaleur éliminé par l'eau de refroidissement dans le condenseur.

Comparer les deux puissances.

Dans des tubes à essais (propres et secs) prélever un petit échantillon du liquide contenu dans le bouilleur, dans chaque prise d'échantillon équipant la colonne (le long de la colonne et en tête de colonne). On prendra soin lors de la prise d'échantillon de purger la vanne de prélèvement en éliminant quelques gouttes de phase liquide avant de prélever l'échantillon.

Mesurer les indices de réfraction à 20°C des différents échantillons. En déduire leur titre massique et leur titre molaire en méthanol.

Regrouper sous forme de tableau les mesures de températures, les mesures d'indices de réfraction et les titres massiques et molaires des échantillons. Commenter l'évolution de la composition du liquide le long de la colonne.

En utilisant la construction de MAC CABE et THIELE, déterminer graphiquement le nombre d'étages théoriques de l'installation en fonctionnement à reflux total. En déduire la HEPT du garnissage.

### 6) Vitesse de montée des vapeurs et perte de charge

Laisser la colonne fonctionner en régime stationnaire pour  $I = 4,5$  A. Recueillir le distillat pendant exactement 30 s en mettant en marche le timer : 1 s de travail et 0 s de repos c'est-à-dire à soutirage total.

**Attention. Ne pas alimenter la bobine de soutirage plus de 30 s : risque de détérioration.**

Peser le distillat obtenu et déterminer son titre massique par mesure de l'indice de réfraction.

Faire les mêmes mesures pour une intensité de chauffe de **5,5, 6,5, 7,5 et 8,5** A, en notant les températures  $T_2$  et  $T_4$ , les températures d'entrée et de sortie de l'eau de refroidissement au condenseur, ainsi que la perte de charge. Après chaque modification de l'intensité, attendre 10 min pour que le régime redevienne stationnaire.

Calculer pour chaque prélèvement de distillat :

- le débit massique de distillat et donc des vapeurs,
- la masse molaire moyenne du distillat à partir de sa composition,
- le débit molaire des vapeurs,
- le volume molaire moyen entre les températures  $T_2$  et  $T_4$ ,
- le débit volumique des vapeurs,
- la vitesse  $U$  de montée des vapeurs dans la colonne.

Tracer la courbe donnant la perte de charge en fonction de la vitesse  $U$ . Commenter.

Calculer pour chaque intensité (voir annexe) :

- le flux de chaleur évacué par l'eau de refroidissement,
- le flux de chaleur cédé par les vapeurs au condenseur (vapeurs assimilées à du méthanol pur).

Comparer. Commenter.

### 7) Arrêt de l'installation.

Arrêter la chauffe et laisser la colonne se vider par gravité.

**Récupérer dans un bidon toute la matière contenue dans la colonne : bouilleur et prises d'échantillons ainsi que les différents échantillons prélevés. Peser et déterminer le titre massique en méthanol.**

Fermer l'eau de refroidissement.

**Laisser toutes les vannes ouvertes pour que la colonne s'égoutte.**

## D) Bilans

Faire le bilan masse global de votre manipulation et le bilan masse en méthanol. Calculer les pourcentages de pertes éventuelles. Commenter.