

A) But de la manipulation

Etude de la séparation des constituants d'un mélange liquide homogène (Soluté T + diluant D) par extraction à l'aide d'un solvant S non miscible ou partiellement miscible avec le diluant.

Dans ce T.P., on étudiera la mise en régime stationnaire de la colonne d'extraction et on se familiarisera avec les différentes techniques utilisées pour comprendre le transfert du soluté de la phase diluant vers la phase solvant.

B) Descriptif de l'installation

Voir doc.

C) Relevé du schéma de l'installation

Avant toute manipulation, il est nécessaire de réaliser le schéma de procédé de l'installation afin de comprendre son fonctionnement. **Faire vérifier le schéma par le professeur** avant de passer à la suite du T.P.

D) Manipulation

1) Analyse du mélange à traiter

Le mélange à traiter est une solution d'acide acétique ("soluté") dans un composé organique (méthylisobutylcétone = "diluant") non miscible à l'eau.

Le solvant d'extraction est de l'eau pure.

Effectuer sur le mélange à traiter les mesures suivantes :

- mesure de la masse volumique à l'aide d'un densimètre à flotteur,
- détermination du titre massique en acide acétique par dosage : dans un erlenmeyer, peser, à 0,01 g près une masse de mélange voisine de 20 g. Ajouter environ 50 mL d'eau. Doser par une solution titrée de soude de concentration proche de 1 mol/L en présence de phénolphthaléine et en agitant fortement.

Déduire du dosage le titre massique en acide acétique du mélange à traiter.

2) Démarrage de l'installation

Remplir la colonne en procédant de la façon suivante :

- mettre en marche la pompe d'alimentation en phase lourde, la course du piston étant réglée à 50% et la fréquence de pulsation à 100%. Remplir totalement la colonne de phase lourde jusqu'au tiers inférieur du décanteur supérieur.
- mettre en marche la pompe d'alimentation en phase légère avec les réglages précédents. Laisser fonctionner jusqu'au début de débordement de l'une des phases.
- laisser reposer le système pour que la décantation des phases ait le temps de se faire.

Mettre en marche l'agitation à 120 tours/min. Vider éventuellement les recettes. Récupérer le contenu dans les bidons prévus à cet effet.

Placer les bidons de solvant et de mélange à traiter sur les plateaux des balances. Plonger les tubes d'aspiration des pompes dans les bidons et noter les masses indiquées.

Mettre en marche les deux pompes et déclencher le chronomètre. Régler très rapidement les pompes doseuses : course du piston à 30% et fréquence de pulsation à 30%.

3) Etude du fonctionnement

Toutes les 20 min et pendant une heure, procéder aux opérations suivantes sans arrêter l'installation :

- noter les masses,
- soutirer et peser le contenu des recettes d'extrait (phase contenant la plus grande part de solvant = eau) et de raffinat (phase contenant la plus grande part du diluant = méthylisobutylcétone) dans des récipients tarés,
- doser l'acide acétique contenu dans les phases extrait et raffinat en suivant le même mode opératoire que pour le dosage du mélange initial. Utiliser des prises d'essai et des concentrations en soude de telle sorte que les chutes de burettes soient significatives,
- récupérer les phases extrait et raffinat dans les bidons prévus.

4) Exploitation

Toutes les 20 min calculer :

- les débits masses en mélange, eau, extrait et raffinat,
- les masses d'acide acétique introduit et soutiré dans les phases extrait et raffinat.

Toutes les 20 min, établir le bilan matière en acide acétique et le bilan matière global. Commenter.