

EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE EN DISCONTINU

A) But

On veut séparer les deux constituants du mélange binaire toluène-acétone.

Les deux constituants de ce mélange ne sont pas séparables directement par rectification car, bien que leurs températures d'ébullition soient très différentes (acétone : 56,2°C et toluène 110,2°C), ils forment un azéotrope, ce qui rend impossible leur séparation par distillation.

On séparera donc dans un premier temps le toluène de l'acétone par extraction liquide-liquide, le solvant utilisé étant de l'eau.

On obtiendra ainsi une phase aqueuse contenant la presque totalité de l'acétone et l'on séparera l'eau de l'acétone par rectification, l'eau et l'acétone ne donnant pas d'azéotrope.

B) Extraction liquide-liquide.

1) Appareillage utilisé

On utilise le poste mélangeur - décanteur en discontinu.

Faire le schéma de l'installation utilisée pour réaliser l'extraction liquide-liquide, en y faisant figurer :

- la cuve agitée,
- les deux doseurs gradués,
- le circuit de mise sous vide des deux doseurs,
- le dispositif d'agitation.

2) Manipulation

2-1) Préparation et analyse du mélange à traiter

Préparer, dans un bidon, 2000 g de mélange acétone - toluène de titre massique $w = 0,200$ en acétone. Homogénéiser le mélange.

Mesurer l'indice de réfraction du mélange et en déduire le titre massique réel du mélange.

2-2) Réalisation de la première extraction.

Monter le mélange acétone - toluène dans un doseur. Déterminer la masse exacte mise en œuvre. Couler le mélange dans le réacteur agité.

Monter exactement 1200g d'eau déminéralisée dans le deuxième doseur et couler cette eau dans le réacteur.

Mettre en marche l'agitation et déclencher le chronomètre. Laisser les phases en contact pendant 10 min. Arrêter alors l'agitation et laisser les deux phases se séparer par décantation.

Soutirer séparément les deux phases dans deux bidons tarés et déterminer la masse de chaque phase.

Déterminer le titre massique en acétone :

- (y) dans la phase organique par mesure de l'indice de réfraction à 20°C.
- (x) dans la phase aqueuse par mesure de la masse volumique à 20°C.

Placer le point de coordonnées (x ; y) sur le graphe « courbe d'équilibre de partage de l'acétone » du mélange ternaire toluène – acétone – eau. Commenter.

Stocker la phase aqueuse.

Calculer la masse d'acétone contenue dans chaque phase récupérée. Faire le bilan matière global et le bilan matière en acétone. Calculer pour chacun de ces bilans le % de pertes éventuelles.

Calculer le rendement de l'extraction défini par :

$$R = \frac{\text{Masse d'acétone dans la phase aqueuse}}{\text{Masse d'acétone dans le mélange à traiter mis en jeu}}$$

2-3) Réalisation des extractions suivantes

Effectuer une seconde extraction de la façon suivante :

- introduire toute la phase organique obtenue au terme de la première extraction dans la cuve. Noter la masse introduite.
- introduire exactement 1200 g d'eau déminéralisée.
- faire la même manipulation que pour la première extraction.

Faire la même exploitation (courbe de partage, bilans et rendement) pour la deuxième extraction.

Ajouter la phase aqueuse obtenue au terme de la deuxième extraction à la phase aqueuse obtenue au terme de la première extraction.

Réaliser de même une troisième extraction.

3) Exploitation des résultats des trois extractions

Pour l'ensemble des trois extractions :

- établir un bilan matière global et un bilan matière en acétone. Calculer le % de pertes.
- calculer le rendement global d'extraction.

Discuter l'efficacité de l'opération du point de vue de la purification du toluène.

C) Récupération de l'acétone extrait par rectification.

On utilisera la colonne de rectification discontinue.

Remplir le bouilleur avec une partie de la phase aqueuse. Mettre en marche la chauffe avec une intensité de 6,00 A. Ouvrir l'eau de refroidissement au condenseur avec un débit de 200 L/h.

Lorsque la température de tête de colonne est stable à environ 56°C, mettre en marche le timer avec un taux de reflux de 3 (1s de travail et 3s de repos).

Récupérer l'acétone jusqu'à ce que la température de tête augmente de 3°C. Arrêter alors la rectification.

Lorsque la rectification est terminée :

- récupérer et peser tout le distillat. On considérera que le distillat est de l'acétone pure.
- récupérer et peser tout le résidu. Mesurer son indice de réfraction à 20°C et déterminer son titre massique en acétone.

Etablir le bilan matière global de la rectification et calculer le % de pertes.

Calculer le rendement de la rectification :

$$R_1 = \frac{\text{Masse d'acétone dans le distillat récupéré}}{\text{Masse d'acétone dans la phase aqueuse distillée}}$$

C) Conclusion

Calculer le rendement de l'ensemble des deux opérations :

$$R_2 = \frac{\text{Masse d'acétone récupérable dans le distillat}}{\text{Masse d'acétone contenue dans le mélange à traiter}}$$

Commenter

Courbes annexes (à demander au professeur) :

- Mélange acétone - eau : titre massique en acétone en fonction de la masse volumique
- Mélange acétone – toluène : titre massique en fonction de l'indice de réfraction
- Ternaire toluène – acétone – eau : courbe d'équilibre de partage de l'acétone