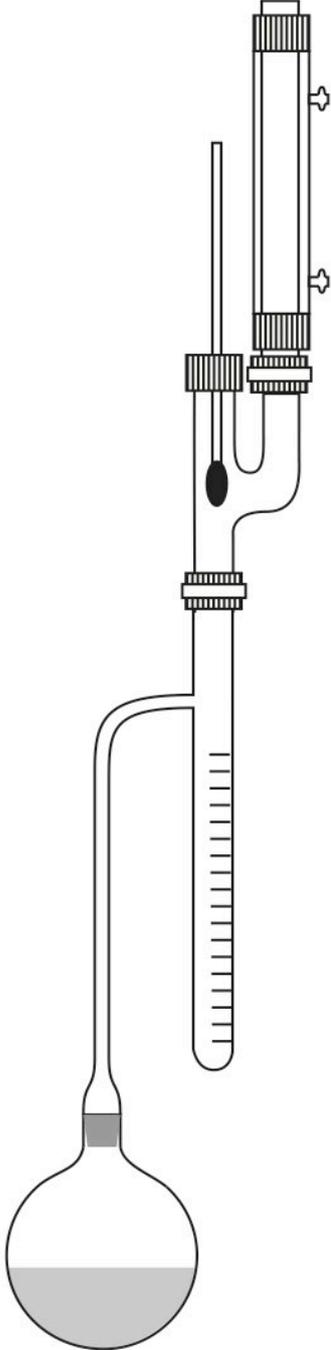


# Distillation hétéroazéotropique

	<p>1) Présentation</p> <p>L'entraînement à la vapeur est une méthode bien connue pour extraire des substances organiques insolubles dans l'eau. La même méthode peut être mise en œuvre pour extraire l'eau d'un milieu.</p> <p>Travailler avec des sels anhydres est un enjeu important dans bien des synthèses organiques. Si le sel est hygroscopique il n'est pas toujours évident de conserver des sels anhydres. Il devient alors nécessaire de les déshydrater. C'est une opération de ce genre que l'on se propose de réaliser ici.</p> <p>Le sel sur lequel nous allons travailler est le chlorure de cobalt hexahydraté. Son changement de couleur selon le nombre de molécule d'eau est utilisé comme indicateur d'humidité.</p> <p>2) Mise en œuvre</p> <p>Le montage utilisé est celui d'un Dean et Stark (voir ci-contre). Dans un ballon de 100 mL on introduit environ exactement 20 g de <math>\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}</math> finement broyé. On y ajoute recouvre le sel de toluène et on ajoute environ 40 mL supplémentaire, on vérifie l'étanchéité des raccords et on porte à ébullition.</p> <p>À des intervalles de temps réguliers, on note la température ainsi que les volumes d'eau et de toluène recueillis. On notera également les changements de couleur.</p> <p>On poursuivra la distillation jusqu'à ce que la température d'ébullition du toluène soit atteinte.</p> <p><i>Remarques : pour pouvoir mesurer convenablement les volumes d'eau et de toluène, il est indispensable que le Dean et Stark soit parfaitement propre. Il est donc nécessaire de le rincer avec 3x2 mL d'acétone avant de l'utiliser.</i></p>
--	--

Les sels de cobalt coûtent cher et sont toxiques. Ils seront donc impérativement recyclés : filtrer le contenu du ballon. Broyer finement le solide dans un mortier puis verser dans un bécher contenant de l'éther non anhydre. Laisser reposer 10 min, puis filtrer l'éther qui sera remis dans le récipient prévu à cet effet et recyclé lui aussi. Quant au chlorure il doit avoir repris sa teinte initiale. Il est laissé sous un hotte pendant 24 h. Passé ce temps il peut être réutilisé.

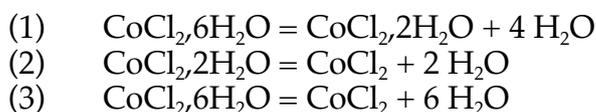
### 3) Interprétation des résultats

Dresser un tableau dans lequel vous reporterez  $\frac{v_e}{v_t}$ ,  $v_e$  et  $v_t$  étant respectivement les volumes d'eau et de toluène. Ajouter une ligne dans laquelle vous aurez calculé les rapports  $\frac{n_e}{n_t}$ ,  $n_e$  et  $n_t$  étant respectivement les quantités de matière d'eau et de toluène.

À l'aide des tables de thermodynamique renseigner le tableau ci-dessous.

composé	$\Delta_f H^\circ$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	$s^\circ$ (J.K <sup>-1</sup> .mol <sup>-1</sup> )
CoCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O <sub>(s)</sub>		
CoCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O <sub>(s)</sub>		
CoCl <sub>2</sub> <sub>(s)</sub>		
H <sub>2</sub> O <sub>(g)</sub>		

On se place dans l'approximation d'Ellingham. Calculer les  $\Delta_r G^\circ$  des réactions :



En déduire  $\ln(p_{\text{H}_2\text{O}})$  en fonction de T pour les trois équilibres (on écrira une expression du type  $\ln(p_{\text{H}_2\text{O}}) = a + \frac{b}{T}$ )

Rechercher la température d'ébullition du toluène ainsi que son enthalpie standard de vaporisation. Moyennant certaines approximations que l'on précisera en déduire  $\ln(p_t^*(T))$ , pression de vapeur saturante du toluène en fonction de la température. Remplir alors un tableau de la forme ci-dessous (P est la pression totale). On prendra un intervalle de température de 10°.

Température	30°C	.....	110°C
$\ln(p_{\text{H}_2\text{O}})$			
$\ln(p_t^*(T))$			
$p_{\text{H}_2\text{O}}$ (bar)			
$p_t^*(T)$ (bar)			
P (bar)			

Tracer les courbes  $P(T)$  correspondant aux 3 équilibres. Quelle est la pression atmosphérique au moment où vous faites l'expérience ?

Pour éviter des calculs fastidieux on peut utiliser le fichier Excel *Déshydratation d'un sel*. Ouvrir le fichier. Dans les cases jaunes, entrer les valeurs (en Joule) des  $\Delta_r H^\circ$  et  $\Delta_r S^\circ$  de la réaction étudiée. On obtient : en bleue la pression de  $H_2O$ , en rouge celle de toluène et en jaune la pression totale.

En déduire quelle va être la température d'ébullition du système  $CoCl_2 \cdot 6H_2O_{(s)}$  - toluène ainsi que le rapport  $\frac{n_e}{n_t}$ . Comparer aux valeurs expérimentales obtenues. Quel sel de cobalt a-t-on obtenu ? Les résultats théoriques et expérimentaux coïncident-ils ?

Quel volume d'eau a-t-on obtenu au final ? Est-ce en accord avec la masse de sel de cobalt pesée initialement ?