

MELANGE D'HYDROCARBURES DETERMINATION DE L'INTERVALLE DE DISTILLATION

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet de décrire le mode opératoire permettant de déterminer l'intervalle de distillation d'un mélange d'hydrocarbures.

2.PRINCIPE

Distiller un volume connu d'un mélange d'hydrocarbures dans des conditions données, avec un appareillage bien défini.

Noter les volumes distillant en relevant les températures correspondantes.

3.APPAREILLAGE

- Ballon à distiller de 250 ml avec allonge rodée.
- Chauffe-ballon de 250 ml.
- Réfrigérant comportant une allonge coudée.
- Thermomètre gradué de 0 à 360 °C de 1 en 1 °C.
- Eprouvette de 100 ml graduée en ml.

La verrerie utilisée doit correspondre exactement à celle décrite par les schémas 1 et 2 en annexe.

4.MODE OPERATOIRE

- Mesurer 100 ml du solvant à distiller à l'aide d'une éprouvette, et les introduire au moyen d'un entonnoir, dans la ballon de distillation, en laissant bien égoutter l'éprouvette.
- Introduire dans le ballon quelques fragments de pierre ponce.
- Placer le réfrigérant.
- Introduire le thermomètre dans le col du ballon. Le réservoir du thermomètre doit arriver exactement au point de départ de l'allonge du ballon à distiller.
- Placer une éprouvette de 100 ml graduée en ml de façon que la paroi intérieure soit en contact avec le bec de l'allonge du réfrigérant.
- Chauffer régulièrement le ballon au moyen d'un chauffe-ballon. On peut entourer le ballon et la tige jusqu'au réfrigérant d'un ruban d'amiante lorsqu'on doit distiller des produits à haute point d'ébullition.
- Régler le chauffage afin que le débit distillé soit à peu près 1 goutte/seconde.
- Noter la température atteinte par les vapeurs au moment de la chute de la première goutte. On obtient ainsi la température initiale de distillation.
- Poursuivre la distillation. Observer continuellement le thermomètre. Noter la température pour 5 ml du distillat puis tous les 10 ml jusqu'à 95 ml.
- Arrêter le chauffage dès que le ballon est sec, et noter la température maximale atteinte par les vapeurs et le volume final du distillat. On a ainsi la température finale ou point sec.
- Laisser refroidir le ballon pour permettre aux vapeurs de se condenser. Transvaser le liquide condensé dans une éprouvette graduée en 1/10 de ml et mesurer son volume. C'est le résidu de distillation.
- Déduire de 100 ml le volume total récupéré pour obtenir les pertes.
- Pertes = 100 ml - (volume distillé + résidu).

5.REMARQUES

5.1.LECTURES

Toutes les lectures seront faites au degré et au ml près.

5.2.INTERVALLE DE DISTILLATION

Après la première goutte de distillat, la température monte souvent très rapidement, et la lecture de ce point n'est pas très facile. Il en est de même pour la température de fin de distillation. La colonne de mercure oscille, surtout si les dernières fractions à distiller sont très lourdes. De ce fait, pour être plus précis, on ne retiendra que la portion de courbe de distillation comprise entre 5 ml et 95 ml. On considèrera donc les points 5 % et 95 % de distillation comme caractéristiques de la coupe d'hydrocarbures étudiée.

5.3.CAS DES RESIDUS

Si le mélange contient des fractions très lourdes, à partir d'un certain volume, le produit ne distille plus ou se décompose. La température diminue malgré une augmentation du chauffage. Dans ce cas, nous donnerons les points 5 % et x % (volume ayant distillé avant la décomposition) comme caractéristiques du mélange considéré. Le système utilisé ne permet pas de dépasser des températures à 350 °C. Dans de tels cas, on indiquera le volume de distillat à cette température, et le volume résiduel n'ayant pas distillé.

5.4.CORRECTION DE PRESSION

Dans le cas de mesures très précises, on détermine la correction à appliquer à chaque lecture thermométrique au moyen de l'équation suivante :

$$C = 0,00012 (760 - P)(273 + t)$$

dans laquelle : P = pression atmosphérique

C = correction à ajouter algébriquement à la lecture thermométrique t.

5.5.CORRECTION DE COLONNE EMERGENTE

La hauteur de thermomètre émergente étant toujours identique, on ne procédera pas à ce type de correction.

6.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai indiquera la température (t °C) correspondant à 5 % et 95 % du distillat avec correction de pression ou 5 % et x % si la distillation est incomplète.