

Le bioéthanol

Objectifs du TP

- Enrichir la solution alcoolique, issue de la fermentation, par distillation fractionnée.
- Mesurer le titre en alcool du distillat récupéré à l'aide d'un titrage en retour et par mesure de densité.
- Comparer l'efficacité des distillations fractionnées en fonction des colonnes utilisées et du taux de reflux.

I Obtention d'alcool brut par distillation fractionnée d'une solution alcoolique issue de la fermentation

Nous ne ferons pas ici l'étape de fermentation anaérobie qui bien que facilement mise en œuvre (cf annexe) nécessite un temps de fermentation d'une semaine.

La solution alcoolique choisie est un vin blanc issu de la fermentation d'un jus de raisin.

- Dans un ballon de 250 mL introduire 100 mL de vin blanc et quelques grains de pierre ponce.
- L'introduire dans un montage de distillation fractionnée.
- Déclencher le chronomètre **Mettre en route rapidement le chauffe ballon** puissance maximum puis **dès l'ébullition réduire la puissance du chauffage** (thermostat 5-6) et noter la durée Δt_1 écoulée (ne pas arrêter le chronomètre).
- Noter régulièrement la température en tête de colonne.

Pendant ce temps, réaliser le titrage de la solution oxydante de permanganate de potassium par la solution de sel de Mohr et répondre aux premières questions proposées.

- Noter la température Θ_1 à laquelle on recueille les premières gouttes de distillat. (Vérifier que cette température reste constante plusieurs minutes (+/- 1 °C))
- recueillir environ $V_1 = 5$ mL de distillat (tête) dans une éprouvette graduée de 25 mL plongeant dans un bain de glace pour ne pas perdre d'éthanol sous forme de vapeur.
- Poursuivre la distillation jusqu'à 90 °C environ en changeant d'éprouvette (50 mL). Recueillir $V_2 = 30$ mL de ce distillat.
- Couper le chronomètre et noter la durée de chauffage Δt_2 nécessaire pour recueillir le volume $V = V_1 + V_2$ de distillat.

On considère alors que tout l'éthanol contenu dans l'échantillon du vin est alors extrait dans le distillat.

- Noter la température Θ_2 à laquelle vous avez recueilli ce distillat. A l'aide du densimètre disponible en génie des procédés mesurer la densité du distillat et en déduire le titre massique en éthanol de ce distillat.

II Dosage en retour du distillat

1. Titrage de la solution oxydante de permanganate de potassium par la solution de sel de Mohr.

Dans un bécher, introduire (**avec gants et lunettes de protection**) :

- à la pipette jaugée $V_{ox} = 20$ mL de solution de $KMnO_4$ de concentration C_{ox} à déterminer
- environ 20 mL d'acide sulfurique à 5 mol.L⁻¹.
- un barreau aimanté.
- Remplir la burette graduée de la solution de sel de Mohr de concentration $C_{red} = 0,3$ mol.L⁻¹ et l'introduire lentement dans le bécher tout en agitant jusqu'à observer une coloration jaune pâle du mélange (équivalence du titrage).

Soit V_{red1} le volume de solution de sel de Mohr versé à l'équivalence : $V_{red1} = \dots\dots\dots$ mL.

- A l'aide des potentiels d'oxydoréduction donnés en annexe écrire l'équation d'oxydoréduction ayant lieu entre les

ions permanganate et les ion Fe^{2+}

- En déduire qu'à l'équivalence n ion Fer II = 5. n ion permanganate d'où $C_{\text{Red}} \cdot V_{\text{Red}1} = 5 \cdot C_{\text{Ox}} \cdot V_{\text{Ox}}$

Ce qui conduit à : $C_{\text{Ox}} =$

2. Oxydation de l'éthanol

En présence de l'ion permanganate en excès, l'éthanol s'oxyde en milieu acide à froid en acide éthanoïque

- Ecrire l'équation de réaction correspondante.

- Introduire précisément 2 mL du distillat de tête dans une fiole jaugée de 100 mL, puis compléter la fiole jaugée avec de l'eau distillée. Soit S cette solution diluée du distillat de tête.

- Introduire dans un erlenmeyer :

- à la pipette jaugée $V_{\text{Ox}} = 20$ mL de solution de KMnO_4 de concentration C_{Ox}

- à la pipette jaugée $V_S = 2$ mL de solution S d'éthanol

- environ 20 mL d'acide sulfurique à 5 mol.L - 1

- un barreau aimanté.

Laisser réagir sous agitation pendant 20 minutes.

3. Titrage de l'excès d'ions permanganate.

Au bout des 20 minutes : doser l'excès d'ions permanganate à l'aide de la solution de sel de Mohr de concentration $C_{\text{Red}} = 0,3$ mol/L comme au II.1.

Soit $V_{\text{Red}2}$ le volume de solution de sel de Mohr versé à l'équivalence : $V_{\text{Red}2} = \dots\dots\dots$ mL.

- A l'aide des valeurs des concentrations C_{Red} , C_{Ox} et du volume $V_{\text{Red}2}$ obtenu à l'équivalence, déterminer la quantité de matière n_2 en ions permanganates en excès dans cette solution. après l'oxydation des 2 mL de solution S.

- En déduire la quantité de matière n_r d'ions permanganate ayant réagi lors de l'oxydation de l'éthanol contenu dans les 2 mL de solution S.

- Quelle est alors la quantité de matière n_s d'éthanol contenu dans 2 mL de solution S ?

- En déduire la concentration en éthanol de la solution S puis la concentration en éthanol du distillat

III Exploitation des données et des documents distribués en début de séance.

1. Ecrire l'équation correspondant à la fermentation du glucose sous l'effet des levures.

2. Pourquoi le titre en éthanol issu de la fermentation alcoolique est-il limité ?

3. Que se passerait-il si la fermentation n'était pas anaérobie ?

4. Quel est le titre en alcool de la solution alcoolique avant distillation ?

5. Comparer cette valeur au titre en alcool du distillat de tête.

6. Sentir les deux distillats et commenter.

7. A l'aide d'un densimètre et des abaques mesurer le titre massique du deuxième distillat. Commenter

8. Quel est le titre massique du distillat de tête sur la colonne du génie chimique ?

9. D'où vient la différence d'efficacité entre les deux colonnes ?

10. Est-il possible d'obtenir de l'éthanol pur par distillation fractionnée ? Justifier à l'aide du diagramme binaire des documents en annexe.

11. Pourquoi lors de la distillation la température en tête de colonne varie-t-elle ?

12. A l'aide de la relation $Q = mc\Delta\theta$, déterminer l'énergie Q_c nécessaire au chauffage à ébullition des 100mL de vin blanc

13. Sachant qu'à thermostat 5 la puissance du chauffe ballon est de 30 W, déterminer l'énergie Q_v nécessaire à l'obtention du volume V de distillat, une fois que l'échantillon est à ébullition.
14. Que pensez-vous de l'énergie dépensée pour produire le volume V de distillat ?
15. Sachant que le débit de l'eau du réfrigérant est de 0,2 L/min, quelle quantité d'eau de refroidissement a été utilisée pour obtenir le volume V de distillat. Qu'en pensez-vous ?
16. Citez les trois catégories de biocarburants.
18. En quoi consiste le projet baptisé « All-Gas » ? *Le monde 1^{er} août 2013*
19. De quel gaz est constitué majoritairement le biogaz produit ?
20. Citez les avantages qu'offre ce projet.
21. Quelles sont les limites de ce projet ?

Annexes :

Doc1 potentiel d'oxydoréduction à 298 °C

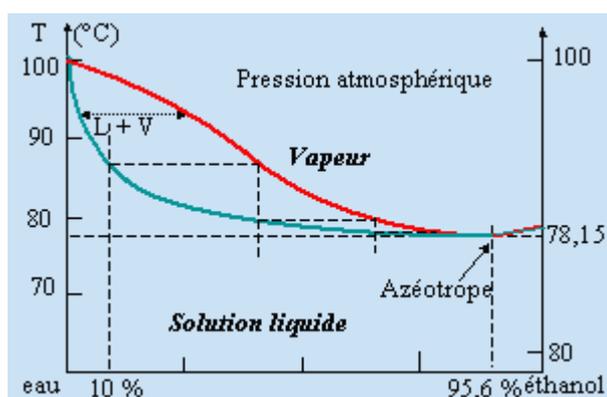
Couples oxydant / réducteur	Potentiel standard d'oxydoréduction E° (V)
Fe^{3+} / Fe^{2+}	0,77
CH_3COOH / C_2H_5OH	0,037
MnO_4^- / Mn^{2+}	1,51
O_2 / H_2O	0,815

Doc 2 Température d'ébullition, masse volumique et capacité thermique massique dans les conditions normales de température et de pression.

Nom	Température d'ébullition	Masse volumique	Capacité thermique massique (état liquide)
Ethanol	78 °C	790 g/L	2,5 J.g ⁻¹ °C ⁻¹
Eau	100 °C	1000 g/L	4,18 J.g ⁻¹ °C ⁻¹
Vin blanc		995 g/L	4,10 J.g ⁻¹ °C ⁻¹

Doc 3 diagramme binaire eau /éthanol

Source UQAC (université du Québec)



Matériel par poste:

distillation : ballon 250 mL, colonne vigreux, réfrigérant droit à eau, 2 supports élévateurs, noix + pince de serrage + noix + pince de fixation, 2 éprouvettes graduées 25 mL et 50 mL, cristalliseur pour bain de glace, chauffe ballon ; thermomètre ; chronomètre.

2 fioles jaugées de 100 mL ;

Dosage : 3 pipettes jaugées : 20 mL, 2 de 2 mL, ; éprouvette graduée 50 mL, barreau aimanté, agitateur magnétique, potence, 2 noix et pinces de fixation pour erlenmeyer, 2 erlenmeyers 250 mL, papier filtre blanc, chronomètre ; bécher 25 mL

gants, propipettes, lunettes

Matière d'œuvre par poste

distillation : 100 mL vin blanc, glace, pierre ponce, graisse

dosage : 50 mL acide sulfurique $5,0 \text{ mol.L}^{-1}$ + bécher de prélèvement;

100 mL solution de sel de Mohr à $0,30 \text{ mol/L}$ + bécher de prélèvement

50 mL de solution de permanganate de potassium à $5,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol/L}$ + bécher de prélèvement