

Olympiades de la chimie Aquitaine - Nord

Concours Régional 2009 Epreuve de travaux pratiques



©www.distillerie-de-la-tour.com, ©Corbis

L'éthanol : De nos verres à nos moteurs de véhicules.

Historiquement, la première obtention d'éthanol pur est probablement due aux alchimistes perses vers le VIII^{ème} siècle.

Aujourd'hui, l'éthanol est utilisé dans les moteurs type essence (l'agro carburant E85 contient 85% d'éthanol et 15% d'essence). L'éthanol, produit à partir de canne à sucre, betterave, maïs ou blé, est obtenu après une étape de fermentation qui transforme le sucre en alcool suivie d'une étape de distillation.

Dans notre région, l'UCVA (Union des Coopératives Vinicoles d'Aquitaine) produit de l'alcool à partir de « déchets » de vendanges et de surplus de vin.

On se propose dans ce TP de réaliser :

- Dans un premier temps : une distillation qui permet d'obtenir un mélange hydro alcoolique d'un degré alcoolique supérieur à celui du vin blanc.
- Dans un deuxième temps : le dosage de l'éthanol (contenu dans le distillat) en oxydant l'éthanol en acide éthanoïque par un excès de dichromate de potassium en milieu très acide puis en dosant le reste du dichromate par un réducteur(le sel de Mohr : Fe^{2+}).

DONNEES

- Couples redox mis en jeux
 - Acide éthanóique / Ethanol : $\text{CH}_3\text{-COOH} / \text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$
 - Ion dichromate / Ion chrome III : $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} / \text{Cr}^{3+}$
 - Ion fer III / Ion fer II : $\text{Fe}^{3+} / \text{Fe}^{2+}$

- Caractéristiques physico-chimiques de l'éthanol
 - Masse molaire : 46 g.mol^{-1}
 - Masse volumique : $0,79 \text{ g.mL}^{-1}$

- Sécurité

Réactif	Phrases de sécurité	Phrases de risque
Solution sel de Mohr	S24 - S25	R22
Solution de dichromate de potassium	S22 – S28 – S45 – S60 – S61	R21 – R25 – R26 – R36 – R37 – R38 – R41 – R43 – R46 – R49 – R50 – R53
Acide sulfurique concentré	S26 – S30 – S45	R14 – R35 – R37

PROTOCOLE EXPERIMENTAL

Le candidat respectera les consignes de sécurité indiquées sur les flacons de produits chimiques et utilisera les flacons de récupération.

Il est conseillé de démarrer la manipulation de la partie 1 et de réaliser la partie 2 pendant les temps morts de la distillation. En effet, la partie 2 est à faire sur un distillat déjà préparé.

PARTIE 1 : Distillation

Réaliser le montage et le **faire vérifier avant la mise en chauffe.**

Matériel à disposition :

- un ballon tricol de 100 mL
- bouchons en verre
- une tête de distillation
- un thermomètre
- un réfrigérant droit
- un ballon pour recueillir le distillat
- un chauffe ballon
- un support élévateur
- clips, pinces et noix de serrage
- une fiole jaugée de 100mL
- une allonge coudée
- un valet
- une colonne de Vigreux
- de la pierre ponce
- une éprouvette de 50 mL
- une pipette jaugée de 50 mL
- un entonnoir en verre
- Parafilm ®

Prélever 50 mL de vin blanc et l'introduire dans le ballon tricol.

Pendant la distillation, contrôler la température en tête de colonne. Arrêter le chauffage lorsqu'elle atteint 95°C.

Verser le distillat dans une fiole jaugée $V_f = 100\text{mL}$ et compléter avec de l'eau distillée pour obtenir la solution S_1 .

Pour la suite des manipulations, on utilisera la solution S_2 « hydro alcoolique » (disponible sur la paillasse) préparée selon le mode opératoire suivant :

Après distillation de 50 mL de vin, obtention de 100mL de S_1 . Puis 50mL de la solution S_1 ont été introduits dans une fiole de 1L. La solution S_2 a été obtenue après ajustage à l'eau distillée.

PARTIE 2

Matériel à disposition

- une burette graduée
- deux pipettes jaugées de 10 mL
- une propipette
- deux erlens rodés de 250 mL avec bouchons
- solution de sel de Mohr à $C = 0,500 \text{ mol.L}^{-1}$ en ions fer (II)
- solution de dichromate de potassium de concentration C_d environ $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$
- solution S_2 (distillat de l'échantillon de vin dilué)
- acide sulfurique concentré
- indicateur coloré redox : diphénylamine-4-sulfonate de baryum
- un agitateur magnétique et un barreau aimanté
- une éprouvette de 100mL
- une éprouvette de 10mL

1 – Dosage des ions dichromate (essai 1)

- Dans un erlen rodé de 250 mL, introduire :
 - $V_d = 10 \text{ mL}$ exactement de dichromate de potassium
 - 5 mL d'acide sulfurique concentré
 - ATTENTION à la SECURITE - La présence de l'examineur est obligatoire -**
 - 100 mL d'eau distillée
 - Deux gouttes de diphénylamine-4-sulfonate de baryum
- Doser cette solution par la solution de sel de Mohr jusqu'au changement de couleur (vert)
- Soit V_1 le volume de solution de sel de Mohr versé à l'équivalence.

2 – Dosage de l'éthanol (essai 2)

a) oxydation de l'alcool

- Dans un erlen rodé de 250 mL, introduire :
 - $V_d = 10 \text{ mL}$ exactement de solution de dichromate de potassium
 - 5 mL d'acide sulfurique concentré
 - ATTENTION à la SECURITE - La présence de l'examineur est obligatoire -**
 - $V_e = 10 \text{ mL}$ exactement de solution S_2
- Boucher l'erien, le mettre à l'obscurité et attendre environ 20 minutes.

b) Dosage des ions dichromates en excès

- Ajouter au mélange deux gouttes de diphénylamine-4-sulfonate de baryum (DPASB) et 100 mL d'eau distillée
- Doser le mélange par une solution de sel de Mohr jusqu'au changement de couleur (vert).
- Soit V_2 le volume de solution de sel de Mohr versé à l'équivalence.

FEUILLE DE RESULTATS

$V_1(\text{mL})$	$V_2(\text{mL})$

QUESTIONNAIRE**PARTIE 1 - La distillation**

1. Comment prélever le vin ? Pourquoi ?
2. Quel est le rôle du support élévateur ?
3. Quel est le rôle du réfrigérant ?

PARTIE 2**1 – Dosage des ions dichromates (essai 1)**

4. Ecrire l'équation de la réaction d'oxydoréduction entre les ions dichromate et les ions Fe^{2+} .
5. Quel est le rôle de l'acide sulfurique?
6. A l'équivalence, donner la relation entre les quantités de matière d'ions $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ et d'ions Fe^{2+} .
7. Donner l'expression la concentration molaire de dichromate C_d en fonction de V_1 , C , V_d puis la calculer.

2 – dosage de l'éthanol (essai 2)a) oxydation de l'alcool

8. Quelles précautions doit-on prendre lors de la réalisation de cette manipulation ?

9. Comment prélever la solution S₂ et la solution de dichromate de potassium ?

10. Pourquoi faut-il attendre 20 minutes ?

11. Ecrire l'équation de la réaction d'oxydoréduction entre l'éthanol et les ions dichromate.

12. D'après la couleur de la solution, peut-on affirmer que les ions dichromate ont été introduits en excès ? Pourquoi ?

b) Dosage des ions dichromate en excès

13. Ecrire l'équation de la réaction d'oxydoréduction entre les ions dichromate en excès et les ions Fe²⁺.

14. A l'équivalence du dosage, donner la relation entre les quantités de matière d'ions dichromate (n_d), d'éthanol (n_e) et d'ions Fe²⁺(n)

15. Exprimer la quantité de matière d'éthanol en fonction de C_d , V_d , C , V_2 .

16. Calculer quantité de matière d'éthanol (n_e)

17. Déterminer n_1 la quantité de matière d'éthanol dans la solution S_1

18. Déterminer n_v la quantité de matière d'éthanol dans les 50 mL de vin prélevés pour la distillation.
En supposant que la totalité de l'éthanol a été extrait.

19. Vérification du degré alcoolique du vin dosé.

Définition : Le degré alcoolique d'une boisson alcoolisée correspond au volume d'éthanol pur en mL présent dans 100 mL de la boisson.

a) Déterminer n la quantité de matière d'éthanol dans 100 mL de vin

b) Déterminer m la masse d'éthanol dans 100 mL de vin

c) Déterminer V le volume en mL, puis le degré alcoolique du vin dosé.