

# LC10 : Séparations, purifications, contrôles de pureté

**Prérequis :**

- 
- Chromatographie sur couche mince
- 
- 

**Niveau :** Lycée

## Bibliographie :

-  *Physique expérimentale–optique, mécanique des fluides, ondes et thermodynamique*, M. Fruchart, P. Lidon, E. Thibierge, M. Champion, A. Le Diffon. [1]

## Rapports de jury :

2017 : *Extrait rapports*

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Techniques de séparation des produits</b>	<b>2</b>
1.1	Extraction liquide-liquide . . . . .	2
1.2	Séparation solide-liquide . . . . .	3
<b>2</b>	<b>Contrôles de pureté</b>	<b>3</b>
2.1	Chromatographie sur couche mince . . . . .	3
2.2	Mesure du point de fusion . . . . .	3
<b>3</b>	<b>Techniques de purification</b>	<b>4</b>
3.1	Purification d'un solide : recristallisation . . . . .	4
3.2	Retirer un solvant d'une phase liquide : évaporateur rotatif . . . . .	4
<b>4</b>	<b>Idées de manipulations :</b>	<b>5</b>
4.1	Réaction de Cannizzaro . . . . .	5
<b>5</b>	<b>Compléments et programme</b>	<b>6</b>

## Introduction

En chimie organique, certaines synthèses se font dans des solvants, certaines donnent plusieurs produits, elles peuvent faire intervenir des réactions équilibrées qui laissent des réactifs dans le milieu ... En général, on vise un produit que l'on veut isoler du mélange (appelé brut réactionnel) à la fin de la synthèse, et on veut qu'il soit pur. Lorsqu'un industriel répond à une commande il ne doit retourner que le produit pur désiré.

Aujourd'hui, on va se mettre à la place d'un industriel qui souhaite fabriquer un conservateur alimentaire, l'acide benzoïque.

On peut former l'acide benzoïque avec la réaction de Cannizzaro.

**Diapo : Equation de la réaction de Cannizzaro**

On considère que la réaction est faite et on veut récupérer l'acide benzoïque du brut réactionnel.

On partira donc du brut réactionnel et il faudra isoler l'acide de l'autre produit et du potentiel résidu de réactif. Il faut ensuite s'assurer que l'on donne vraiment de l'acide benzoïque au client, qui ne serait pas content de manger autre chose...

## Proposition de plan :

### 1 Techniques de séparation des produits

Regardons ensemble diverses techniques d'extraction :

#### 1.1 Extraction liquide-liquide

☆ L'extraction liquide-liquide consiste à faire passer une substance d'un solvant dont elle est difficilement séparable à un autre dont elle sera isolable.

Cela marche à condition que :

- Les deux solvants doivent être non miscibles.
- La substance à extraire doit être beaucoup plus soluble dans le solvant d'extraction que dans le solvant original.

Dans le cas de la synthèse de Cannizzaro, la phase aqueuse se trouve en-dessous car la densité du diéthyléther est 0.714.

**Diapo : Montrer le brut réactionnel et expliquer qui on veut extraire**

**Manip : Récupération de la phase aqueuse de benzoate. On fait un lavage avec l'eau**

Le benzoate est un ion, il va dans l'eau. Le reste est de la phase orga, peu soluble dans l'eau. On a réalisé 2 extraction en préparation, on fait la 3eme en direct. C'est une séparation parce qu'on sépare phase orga et phase aqueuse.

*Transition :* Nous voulons maintenant récupérer le benzoate contenu dans l'eau. On va pour cela acidifier la solution, le benzoate va redevenir sous sa forme acide, il va précipiter. Il va falloir réaliser une séparation solide-liquide.

## 1.2 Séparation solide-liquide

☆ Lorsqu'un solide est non (ou peu) soluble dans un solvant, on peut réaliser une extraction solide-liquide.

Diapo : Principe de la séparation

Ici nous voulons récupérer le solide, on réalise ce qu'on appelle un essorage, grâce à un filtre.

**Manip : On filtre l'acide benzoïque acidifié, on le dépose sur une plaque poreuse pour qu'il sèche.**

Attention, le fait d'acidifier est propre à cette expérience. On parle d'**essorage** quand on veut récupérer le solide et le **filtrage (NON!!!!!! FILTRATION)** quand on veut récupérer le filtrat. Ces termes ne sont pas exigibles au lycée.

*Transition* : A priori, on bien récupéré le produit commandé. Mais en sommes nous sûrs ? Il faut vérifier la pureté de notre produit !

## 2 Contrôles de pureté

### 2.1 Chromatographie sur couche mince

☆ La chromatographie est une méthode de **séparation** dont dispose le chimiste pour **isoler un composant**, **purifier** un produit brut de synthèse ou pour **analyser** un mélange.

La CCM est une technique qui repose sur la différence d'affinité des substances à analyser vis à vis d'une phase stationnaire et d'une phase mobile.

En général lors d'une synthèse chimique, il est possible de réaliser une chromatographie sur couche mince. C'est un principe que vous connaissez déjà, regardons le ensemble sur diapo. (En prérequis : ils pourraient l'avoir déjà vu en seconde pour identifier des espèces chimiques).

Diapo : Principe de la CCM

Si on veut la faire : acétate d'éthyle/cyclohexane 4/6 pour l'éluant

*Transition* : Cependant dans notre cas pour en faire une il faudrait de nouveau dissoudre le solide, on pourrait, mais on peut aussi réfléchir à une autre astuce.

### 2.2 Mesure du point de fusion

☆ La valeur de la température de fusion d'un solide est tabulée. Si ce solide ne fond pas à la température indiquée, c'est donc qu'il n'est pas pur. Il peut renfermer des impuretés (réactifs) ou bien avoir des traces de solvant (eau). Pour mesurer sa température de fusion on utilise un banc Kofler.

**Manip : On mesure la température de fusion du produit filtré (étuve ou plaque poreuse).**

*Transition* : On trouve une température inférieure : Il y a des impuretés dans ce que nous avons synthétisé, il faut le purifier ! (Si T supérieure c'est qu'il reste encore de l'eau).

## 3 Techniques de purification

### 3.1 Purification d'un solide : recristallisation

Lorsque le solide s'est formé, il a piégé avec lui des impuretés. On va chercher à les enlever.

☆ Pour purifier un solide, on utilise la technique de recristallisation.

Diapo : Principe de la recristallisation

☆ Choix du solvant :

- Solide soluble à chaud, peu soluble à froid
- Ne pas réagir chimiquement avec le produit à purifier
- Avoir une température d'ébullition inférieure à la température de fusion du solide

Il faut tenir compte également de la toxicité, de l'inflammabilité et du coût du solvant.

*Transition* : Dans le cas où c'est un liquide que l'on veut purifier, on peut utiliser un évaporateur rotatif.

### 3.2 Retirer un solvant d'une phase liquide : évaporateur rotatif

Normalement si on a bien tout expliqué et qu'on a passé du temps sur les manip (10min au moins dans cette leçon), on a pas le temps pour cette partie. On peut aussi parler de distillation. Voir la fiche manip STL.

## Conclusion :

Ouvrir sur les autres techniques de séparation si on a pas eu le temps (Chromatographie sur colonne, distillation), autre contrôle de pureté (réfractométrie) et sur les techniques de séparation pour les produits qui possèdent des propriétés chimiques et physiques proches (racémiques). Racémique -> Deux énantiomères -> réactif chiral -> Diastéréoisomères -> prop physique différentes (cf dm de Noël).

## 4 Idées de manipulations :

### 4.1 Réaction de Cannizzaro

Objectif :

Produits	Matériel
Alcool benzilique	Montage à reflux
Acide benzoïque	Agitation magnétique
Solution d'acide chlorhydrique 1M	Filtration (buchner)
Ether diéthylique	Extraction liquide liquide (100 mL)
Hydroxyde de potassium	Plaque poreuse
Benzaldéhyde	Chromatographie sur couche mince
Cyclohexane	Banc kofler

En préparation :

- ✓ A la fin du reflux, après avoir homogénéisé on en met la moitié de côté pour pouvoir filtrer en direct. SI CCM on dilue le solide avec de l'acétate d'éthyle.

En direct :

- ✓ Lavage à l'eau
- ✓ Filtration Büchner de l'acide benzoïque
- ✓ Température de fusion

## 5 Compléments et programme

Synthèses chimiques	
<p>Cette partie aborde les principales techniques de synthèse, de <b>séparation</b> et de purification, avec les contrôles de pureté associés. Les réactions de la chimie organique mises en jeu sont supposées totales et sont classées par type. La notion de réactif limitant est réinvestie pour déterminer le rendement d'une synthèse à partir des masses ou des volumes de réactifs. La notion d'hydrogène labile est introduite en lien avec la notion de couple acide-base vue dans l'enseignement de spécialité de physique-chimie et mathématiques.</p>	
Notions et contenus	Capacités exigibles
Synthèse d'un composé organique.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Choisir le matériel adapté pour prélever les réactifs nécessaires à un protocole de synthèse donné.</li> <li>- Justifier l'utilisation d'un montage à reflux et d'une ampoule de coulée.</li> </ul> <p><b>Capacités expérimentales :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Prélever les réactifs pour une synthèse.</li> <li>▪ Réaliser un montage à reflux ; utiliser une ampoule de coulée.</li> </ul>

© Ministère de l'Éducation nationale et de la Jeunesse > [www.education.gouv.fr](http://www.education.gouv.fr)

### Sciences physiques et chimiques en laboratoire de première STL



Extraction, <b>séparation</b> et purification.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Justifier le choix d'un solvant, pour extraire une espèce chimique d'un mélange réactionnel, à l'aide de données tabulées.</li> </ul>
Distillation simple et recristallisation.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Expliquer le principe d'une distillation simple.</li> <li>- Expliquer le principe d'une recristallisation en justifiant le choix du solvant utilisé.</li> </ul> <p><b>Capacités expérimentales :</b> réaliser une distillation simple, une recristallisation, une filtration, une filtration sous vide, une extraction par solvant, un séchage.</p>
Contrôles de pureté, chromatographie sur couche mince (CCM).	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Expliquer le principe de la chromatographie sur couche mince.</li> <li>- Commenter la pureté d'un produit à l'aide d'une observation (CCM).</li> </ul> <p><b>Capacités expérimentales :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Effectuer une CCM et interpréter les chromatogrammes obtenus.</li> <li>▪ Mesurer une température de fusion.</li> </ul>
Rendement.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Déterminer le réactif limitant d'une synthèse pour calculer le rendement en produit purifié en utilisant éventuellement un tableau d'avancement.</li> </ul>

FIGURE 1 – Programme de première STL