

LC 01 : Séparations, purifications, contrôles de pureté

Bibliographie :

- Chimie expérimentale, A.-S. Bernard, Dunod
- Chimie organique expérimentale, M. Blanchard-Desreux Hermann (*p 301, Réaction de Cannizzaro*)
↳ *Daurarie*
- Chimie tout en un PCSI, PC, Dunod, 2013
- Physique chimie Terminale S, Nathan, 2012, stratégie de la synthèse organique (*p484, synthèse de l'aspirine*)
- Physique chimie Terminale S, Hachette, 2012, stratégie de la synthèse organique (*p490, synthèse de l'arôme de banane : acétate d'isoamyle*)

Niveau : Lycée, spécialité physique chimie première (BO 2019)

Prérequis :

- solvant, soluté
- température de changement d'état de corps purs
- représentation topologique

Introduction

Bonjour à tous, je vais vous présenter la leçon de chimie 01 : "Séparations, purifications et contrôles de pureté". Je place cette leçon au niveau lycée. Les prérequis sont : la notion de solvant et soluté, les températures de changement d'état et les représentations topologiques des molécules

L'enjeu de cette leçon est de présenter des méthodes expérimentales en chimie organique. En effet, il faut, à l'issue d'une synthèse, se demander que faire du brut réactionnel pour obtenir le produit désiré pur ? Quelles techniques faut-il donc employer selon la nature liquide ou solide du produit ?

J'ai choisi d'illustrer cette leçon avec la réaction de Cannizzaro découverte en 1853 et dont voici l'équation bilan...

slide 1 : schéma du montage à reflux et équation bilan de la réaction de Cannizzaro
alcool benzylique = liquide ; acide benzoïque = solide

manip : montrer le montage à reflux de recristallisation, couper le chauffage mais pas le réfrigérant à boules

alcool benzylique - révélateur photographique, solvant dans fabrication des encres et peintures 1
- employé dans fabrication savons et parfums (crome)

acide benzoïque : - conservateur alimentaire, encens des cierres
additif alimentaire

1.30 - on baisse chaleur à reflux

- on montre slide 2 pour expliquer cannizaro

alcool
acide
2 phases liquides (orga et aqueuse)

1:42 1 Séparation

1.1 Extraction d'un liquide

extraction liquide-liquide principe : faire passer l'alcool benzylique du solvant eau vers un solvant d'extraction en les mettant en contact dans une ampoule à décanter

slide : ampoule à décanter

éther diéthylique :

- non miscible avec l'eau
- densités différentes
- solubilise mieux l'alcool benzylique

manip : gants nitrile (solide)

- séparer les deux phases dans deux erlenmeyers avec l'ampoule à décanter sous hottte
- acidifier sans perdre de temps la phase aqueuse à pH < 5 à l'acide chlorhydrique concentré sur un bain de glace, elle doit avoir le temps de refroidir pour après

Phase orga n°2 de l'alcool,

Lavage Eliminer les impuretés solubles dans l'eau

désalter immédiatement
faire ceci d'abord

Séchage agent déssechant ($MgSO_4$) anhydre → "pulvérulent" → ensuite on filtre au Büchner, on verse ça dans 1.2.

8:48 1.2 Extraction d'un solide

essorage, lavage principe : essorer et laver les cristaux d'acide benzoïque sur un filtre Büchner.

slide : schéma filtre Büchner. [s]

manip : fiole à vide fixée, gants latex

- humidifier le filtre à l'eau froide
- verser la phase aqueuse dans l'entonnoir Büchner et rincer l'erlenmeyer à l'eau froide
- couper le vide et triturer le solide avec une spatule
- rincer à l'eau glacée et refaire le vide
- récupérer le solide sur un verre de montre

Etuvage éliminer les traces d'eau dans les cristaux (E + Léonie).

Maintenant que les 2 produits ont été isolés, il faut contrôler si ce sont des corps purs à l'aide de mesures physiques.

12:30 2 Tests de puretés

2.1 Température de fusion d'un solide

principe : comparer la température de fusion des cristaux d'acide benzoïque avec une valeur tabulée. (banc Kofler)

slide : principe du banc Kofler - 6

manip : *banc Kofler étalonné juste avant l'oral, utiliser un solide étuvé en préparation (ou industriel), PAS de gants*

- Incertitude graduation $\pm 2^\circ$

- Nettoyer le banc et la spatule avec un coton imbibé d'éthanol

$$T_{fus}^{exp} = \pm \quad T_{fus}^{th} = 122C$$

unité : solide
à Tamb
et T_{fus} pas
corrigée

15:10 2.2 indice de réfraction d'un liquide

principe : comparer l'indice de réfraction de l'alcool benzylique à une valeur tabulée (réfractomètre d'Abbe)

slide : réfractomètre, méthode de lecture

$$n_{25C}^{exp} = \pm \quad n_{25C}^{th} = 1.538$$

connaître

limite : - angle de
réfraction proche

17:15 2.3 Chromatographie sur couche mince

principe : séparer des corps purs par migration d'un éluant sur une phase stationnaire - phase de silice par capilarité. L'éluant entraîne avec lui les espèces les plus solubles. Eluant = cyclohexane + acetone

→ solide 8

- préparation de la plaque
- préparation de la cuve
- déposition des espèces à migrer
- insertion de la plaque dans la cuve
- élution
- révélation - explique pourquoi il y a des tâches → produit absorbant UV et plaque recouverte d'un matériau qui fluoresce en visible quand on irradie en UV.
- interprétation quantitative

éluant : solvant capable de permettre la séparation de corps adsorbés par la vapeur progressive (lavoage)

manip : présenter à la caméra flex la CCM faite en préparation avec 5 dépôts : 1 benzaldéhyde 2 acide benzoïque solubilisé 3 alcool benzylique 4 codépots, 5 produits industriels si possible, éluant (2/3 cyclohexane 1/3 acétone)

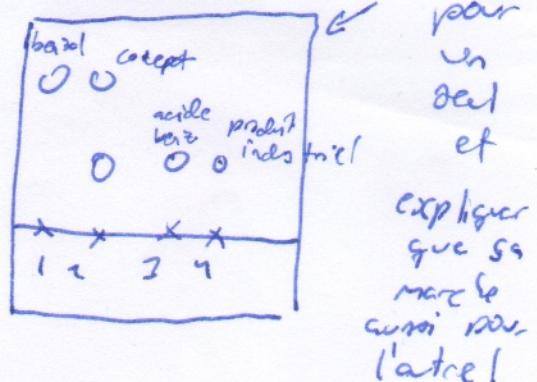
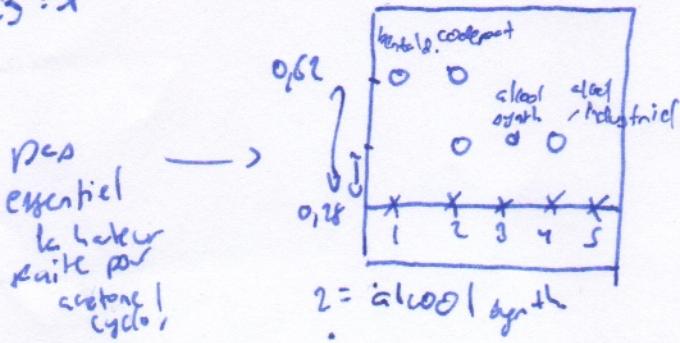
Analyse des rapports frontaux → on connaît si il reste du réactif!
En parler mais pas pourtant le faire.

Les résultats de la CCM indiquent que les produits ne sont pas purs, la partie suivante explique comment les purifier

comprendre les étapes de préparation de la plaque et faire un schéma des dépôts:

3

analyse: 23:48



28:30 3 Purification

3.1 Recristallisation

principe : solubiliser à chaud l'acide benzoïque dans de le minimum de solvant de recristallisation (eau). Lorsque le mélange refroidit, l'acide benzoïque devient de moins en moins soluble et précipite tandis que les impuretés restent en solution.

Essorage, étuvage

↳ expérience, reflux éteint au début

slide : montage de recristallisation - 10

manip : montrer les résultats de la manip lancée au tout début de la présentation

31:30 3.2 Distillation

Principe : Utiliser la différence de température d'ébullition entre l'alcool benzyllique (205°C) et les impuretés (par exemple benzaldéhyde 179°C). Les vapeurs contiennent principalement le composé le plus volatil. elles se condensent dans le réfrigérant droit et finissent dans le distillat. On a ainsi éliminé les impuretés du mélange à distiller.

slide : montage de distillation - 10

34: 3.3 rendements - on parle de rendement que quand on est pur !

rendement Rapport de la quantité de matière de produit **pur** sur la quantité de matière maximale donnée par l'avancement maximal de la réaction.

slide : tableau d'avancement - 11

$\eta_{sol} = \pm$

$\eta_{liq} = \pm$

Acide benzoïque - 122, 125 and

Benzaldéhyde - 106, 12
Alcool benzyllique - 108, 13

Conclusion on a obtenu des spectres IR.

slide : tableau récapitulatif

Benzaldéhyde : 1, 0445 and

Les techniques expérimentales présentées dans cette leçon sont résumées dans ce tableau. Le traitement d'un brut réactionnel commence par des étapes de séparation, viennent ensuite les contrôles de pureté, suivis si nécessaire, d'une étape additionnelle de purification. Il ne faut évidemment pas oublier de calculer le rendement de la transformation. Sachez aussi qu'il existe d'autres méthodes de séparations des produits mais que l'on ne rencontrera pas dans un laboratoire de lycée : par exemple, la chromatographie sur colonne. Enfin, une fois un produit purifié, il faut encore l'identifier : par exemple avec le tracé de spectres d'absorption IR.

à savoir pour questions : - autre possible recristallisation :
 utiliser pH dif donc on a : procédé
 Bayer alumine / fer.

Cannizaro : - dommard p. 301

- on utilise KOH et non NaOH car les perles d'ions KOH sont moins collées que celles de NaOH
⇒ ceci rend la réaction plus nervueuse.
- KOH en excès (utiliser moins pour faire partie)
- on fait le reflux

⚠ Un précipité peut apparaître durant la réaction de reflux, c'est normal.

- après reflux on voit un précipité, c'est normal.
ajouter 10-20 mL d'eau jusqu'à ce que la solution soit limpide et transparente.
↳ il peut y avoir des blocs qui disparaissent lors de l'ajout d'eau.

⚠ Lors du troisième (cage au l'éther diéthylique il y a un précipité dans la phase aqueuse qui est apparu)
↳ faire une seule étape de séparation

- ce précipité peut se dissoudre dans l'eau.
↳ équilibre de cristallisation.

On n'a pas d'explication pour son apparition.