

LC1 Titre : Séparations, purifications, contrôles de pureté

Présentée par : Camille

Correcteur : Clément Guibert

Date : 09/04/2020

Compte-rendu de leçon de chimie correcteur

Rappels de définitions, concepts à aborder lors de la leçon :

Même s'ils sont abordés dans différents programmes de lycée (voir annexes) de manière assez claire et détaillée et qu'ils sont tous au pluriel, les différents termes du titre et les concepts qui y sont liés peuvent, selon moi, être exposés à des niveaux très différents, du qualitatif au quantitatif.

Néanmoins, selon moi, dans cette leçon, il est bon de garder en tête deux façons complémentaires d'aborder les choses :

- on propose ici une étude de procédés de fin de synthèse incontournables en chimie,
- pour éviter le catalogue et mettre mieux en perspective ces différentes techniques, on a recours à la mise en place de compétences sur le lien micro/macro dans la compréhension des interactions intermoléculaires et leur application dans des procédés en chimie. *Grosso modo*, on s'appuie à chaque fois sur des différences de propriétés liées aux interactions intermoléculaires (solubilité, température de fusion, d'ébullition...) d'un produit et d'une impureté/d'un solvant, que ce soit pour le séparer, pour en mesurer la pureté ou pour le purifier.

Il est adapté de contextualiser cette leçon dans la synthèse organique en chimie fine (médicaments, en particulier) mais il est également possible de la traiter sur des exemples de traitements de minerais.

Avis sur le plan proposé, choix des exemples et des expériences :

Le plan suivait naturellement le titre, il me semble adapté et même assez difficile de faire autrement. On pourrait néanmoins, explicitement ou non, ajouter une sous-partie introductive à chaque partie, qui aiderait à poser la problématique et à faire les transitions.

Attention néanmoins à ne pas adapter ses titres de parties à leur contenu : en particulier, la CCM permet d'analyser des solides comme des liquides.

Les exemples présentés et les expériences envisagées me semblent pertinents.

Remarques sur des points spécifiques de la leçon :

Selon moi, cette leçon est un moment idéal pour sensibiliser au fait que, tant que la pureté n'a pas été évaluée, la notion de rendement n'a pas de sens.

Par ailleurs, nous avons soulevé ensemble la question de la pertinence de présenter la réfractométrie pour caractériser la pureté d'un produit. En effet, contrairement à la mesure d'une température de changement d'état où la thermodynamique nous permet de prédire la variation de la température en cas de présence d'une impureté, ça n'est, à ma connaissance, pas le cas pour la mesure de l'indice de réfraction.

On peut cependant trouver pour certains mélanges des tables donnant ces indices pour toutes proportions et de là inférer le degré de pureté par rapport à l'écart à la valeur attendue (en tenant compte de l'incertitude de mesure), mais c'est probablement moins systématique que pour la mesure de température de fusion à l'aide d'un banc Kofler, par exemple.

Si cela vous intéresse, vous trouverez quelques compléments, notamment une loi empirique d'évolution de l'indice de réfraction avec la température ici :

<http://www.chem.ucla.edu/~bacher/General/30BL/tips/refract.html>

Discussion sur les manipulations présentées au cours du montage (objectifs de l'expérience, phases de manipulations intéressantes, difficultés théoriques et techniques) :

Expérience 1 : extraction du diiode dans le cyclohexane

Remarque : dans le cadre de cette leçon, il est important de bien montrer l'utilisation de l'ampoule à décanter dans les règles de l'art.

Par ailleurs, selon le programme de STL, il est possible de traiter cette expérience quantitativement si on le souhaite, mais alors celle-ci risque de prendre beaucoup de temps.

Expérience 2 : synthèse de l'aspirine : essorage du brut, mesure de la température de fusion du produit, recristallisation de l'aspirine.

Remarque : dans l'essorage comme dans la recristallisation, il me semble important de bien commenter le rôle de la température.

Quant à la recristallisation, je vous conseille de bien en connaître le principe, en particulier le fait que, pour perdre le moins de produit possible qui resterait dissous dans le solvant froid, on introduit un volume minimal de solvant pour dissoudre le solide à température d'ébullition de solvant. Ainsi, on se place à saturation du produit lorsque sa solubilité est maximale.

Autour des valeurs de la République et des thématiques relevant de la laïcité et de la citoyenneté :

Le ministre ou le recteur vous demande de lire un texte ou de respecter une minute de silence. Des élèves ont une attitude inappropriée. Comment réagissez-vous avec ces élèves ?

Il convient au mieux d'essayer de prévenir cette situation, en annonçant à l'avance ce qui va être fait et ainsi en pouvant anticiper d'éventuelles réactions hostiles avant le moment de l'hommage. Il s'agit ensuite d'argumenter en invoquant en particulier le respect pour les victimes, et non pas pour une cause. Sinon, en cas de crise, il faut faire sortir l'élève dans le couloir pour qu'il ne perturbe pas davantage l'hommage (et s'il ne sort pas, il faut faire appel à un Assistant d'Education).

Extrait d'eduscol :

Des élèves (et leurs familles) peuvent manifester une opposition à toute évocation à l'école de ces moments dramatiques. Les personnels pourront rappeler la nécessité :

- de rassurer les élèves par rapport à des événements qui ont un impact national et les rendre ainsi plus disponibles aux apprentissages scolaires ;
- de préciser le cas échéant la neutralité de l'école ;
- de rappeler la différence entre un délit pénal (appel à la haine, antisémitisme, apologie du terrorisme) et le droit à l'expression critique, même impertinente.

Des enfants peuvent tenir des propos manifestement hostiles ou inacceptables, légitimant, par exemple, l'agression de certaines personnes victimes des attentats. La référence à la réprobation collective, nationale et internationale, à l'autorité de l'Etat pour permettre le « vivre ensemble » doit

alors être évoquée, sans entrer en discussion polémique avec les élèves concernés. Les parents sont alertés, leur attention attirée sur la gravité des propos ou des attitudes de leurs enfants. Ils sont reçus par l'enseignant, le cas échéant accompagné d'un collègue et la situation rapportée aux autorités de l'école.

[Mobilisation pour les valeurs de la République] - Discours - Najat Vallaud-Belkacem - 13/01/2015

La difficulté pour les personnels des écoles et des établissements à gérer l'émotion face à l'innommable est établie. Cette difficulté, chacun, parents, médias, institutions, l'a ressentie. Il y a eu des incidents : une centaine a été remontée par le réseau rectoral, sans doute davantage. Tous ces incidents sont inacceptables. Ils ont fait l'objet de traitements immédiats, sous forme de dialogue éducatif et/ou de sanctions.

Je veux rappeler ici la nécessaire fermeté et le nécessaire travail d'éducation face aux propos et attitudes racistes et antisémites, face à la remise en cause du principe de laïcité et des principes et valeurs de la République. L'Ecole de la République et ses fonctionnaires ne tolèrent pas l'intolérable. Ils réagissent immédiatement, avec fermeté, souci d'éducation et conformément au droit, c'est-à-dire dans le cadre des règlements intérieurs des écoles et établissements. Lorsque les faits nécessitent des sanctions, celles-ci sont proportionnées aux fautes commises, et systématiquement accompagnées d'un travail éducatif vis-à-vis des élèves, et d'une association des parents au caractère éducatif de la sanction. Notre rôle est de maintenir ces élèves, au même titre que tous les autres, dans le système éducatif.

Ces incidents sont par ailleurs révélateurs de difficultés plus larges, qu'il nous faut savoir affronter collectivement. Il nous faut notamment apporter des réponses à un relativisme ambiant, incarné par deux symptômes, le « oui c'est grave, mais... » et le « deux poids, deux mesures ». Face à ces symptômes, je le répète, nous devons faire vivre la discussion et apprendre aux élèves, aux étudiants l'art de la dispute, l'art difficile du débat et du respect de l'autre.

Propositions de manipulations – Bibliographie :

Synthèses organiques impliquant au moins : une extraction liquide-liquide, une chromatographie et une recristallisation.

Expérience simulant le traitement d'un minerai (type bauxite).

Annexe (programmes) :

Programme 2019, 1^{ère} enseignement spécialité physique-chimie

B) De la structure des entités à la cohésion et à la solubilité/miscibilité d'espèces chimiques

<p>Cohésion dans un solide. Modélisation par des interactions entre ions, entre entités polaires, entre entités apolaires et/ou par pont hydrogène.</p>	<p>Expliquer la cohésion au sein de composés solides ioniques et moléculaires par l'analyse des interactions entre entités.</p>
<p>Dissolution des solides ioniques dans l'eau. Équation de réaction de dissolution.</p>	<p>Expliquer la capacité de l'eau à dissocier une espèce ionique et à solvater les ions. Modéliser, au niveau macroscopique, la dissolution d'un composé ionique dans l'eau par une équation de réaction, en utilisant les notations (s) et (aq). Calculer la concentration des ions dans la solution obtenue.</p>
<p>Extraction par un solvant. Solubilité dans un solvant. Miscibilité de deux liquides.</p>	<p>Expliquer ou prévoir la solubilité d'une espèce chimique dans un solvant par l'analyse des interactions entre les entités. <i>Comparer la solubilité d'une espèce solide dans différents solvants (purs ou en mélange).</i> Interpréter un protocole d'extraction liquide-liquide à partir des valeurs de solubilités de l'espèce chimique dans les deux solvants. <i>Choisir un solvant et mettre en œuvre un protocole d'extraction liquide-liquide d'un soluté moléculaire.</i></p>

B) Synthèses d'espèces chimiques organiques

<p>Étapes d'un protocole.</p>	<p>Identifier, dans un protocole, les étapes de transformation des réactifs, d'isolement, de purification et d'analyse (identification, pureté) du produit synthétisé. Justifier, à partir des propriétés physico-chimiques des réactifs et produits, le choix de méthodes d'isolement, de purification ou d'analyse.</p>
-------------------------------	---

- Proposer et mettre en œuvre un protocole d'extraction liquide-liquide d'une espèce chimique à partir de données de solubilité et de miscibilité.
- Mettre en œuvre des dispositifs de chauffage à reflux et de distillation fractionnée.
- Réaliser une filtration, un lavage pour isoler et purifier une espèce chimique.
- Réaliser une chromatographie sur couche mince.
- Mettre en œuvre un dispositif pour estimer une température de changement d'état.

Programme 2010 TS :

Synthétiser des molécules, fabriquer de nouveaux matériaux

Notions et contenus	Compétences exigibles
Stratégie de la synthèse organique Protocole de synthèse organique : - identification des réactifs, du solvant, du catalyseur, des produits ; - détermination des quantités des espèces mises en jeu, du réactif limitant ; - choix des paramètres expérimentaux : température, solvant, durée de la réaction, pH ; - choix du montage, de la technique de purification, de l'analyse du produit ; - calcul d'un rendement ; - aspects liés à la sécurité ; - coûts.	Effectuer une analyse critique de protocoles expérimentaux pour identifier les espèces mises en jeu, leurs quantités et les paramètres expérimentaux. Justifier le choix des techniques de synthèse et d'analyse utilisées. Comparer les avantages et les inconvénients de deux protocoles.

Analyse spectrale

Notions et contenus	Compétences exigibles
Spectres UV-visible Lien entre couleur perçue et longueur d'onde au maximum d'absorption de substances organiques ou inorganiques.	<i>Mettre en œuvre un protocole expérimental pour caractériser une espèce colorée.</i> Exploiter des spectres UV-visible.
Spectres IR Identification de liaisons à l'aide du nombre d'onde correspondant ; détermination de groupes caractéristiques. Mise en évidence de la liaison hydrogène.	Exploiter un spectre IR pour déterminer des groupes caractéristiques à l'aide de tables de données ou de logiciels. Associer un groupe caractéristique à une fonction dans le cas des alcool, aldéhyde, cétone, acide carboxylique, ester, amine, amide. Connaître les règles de nomenclature de ces composés ainsi que celles des alcanes et des alcènes.

Programme 2010 T STL

Séparation et purification

Notions et contenus

Réaction de dissolution d'une espèce chimique dans l'eau.
 Solution saturée et notion de solubilité.
 Quotient de réaction et constante d'équilibre de dissolution.
 Solubilité d'une espèce chimique dans l'eau.

Paramètres influençant la solubilité d'une espèce chimique en solution aqueuse :
 - température ;
 - composition de la solution.

Extraction d'une espèce chimique d'une phase aqueuse :
 - par dégazage ;
 - par solvant ;
 - par précipitation.

Prévision de l'état final lors de la dissolution d'une espèce chimique dans l'eau.

Séparation et développement durable.

Réfraction, réfraction limite et réflexion totale.
 Réfractomètre.

Capacités exigibles

- Illustrer expérimentalement la notion de solubilité.
- Montrer que lors d'une dissolution le quotient de réaction Q_r évolue vers la constante d'équilibre K et qu'il ne peut l'atteindre que si la quantité d'espèce apportée est suffisante.
- Associer solution saturée et système chimique à l'équilibre.
- Comparer et interpréter les solubilités de différentes espèces chimiques dans l'eau en termes d'interactions intermoléculaires et d'éventuelles réactions chimiques qu'elles engagent avec l'eau.
- À partir des caractéristiques de la réaction de dissolution d'une espèce chimique dans une solution aqueuse, prévoir les paramètres influençant sa solubilité (température, pH, ions communs).
- Proposer un protocole pour extraire une espèce chimique dissoute dans l'eau.
- Choisir un solvant pour extraire une espèce chimique et réaliser une extraction par solvant.
- Proposer ou suivre un protocole pour extraire sélectivement des ions d'un mélange par précipitation.
- Prédire si la solution obtenue par dissolution d'une espèce chimique est saturée ou non en comparant Q_r et K . Confronter les prévisions du modèle de la transformation avec les observations expérimentales.
- Extraire des informations pour justifier l'évolution des techniques de séparation et repérer celles qui s'inscrivent davantage dans le cadre du développement durable.
- Relier les indices optiques des milieux à l'angle limite de réfraction.
- Déterminer la concentration en sucre ou en alcool d'une solution par une méthode réfractométrique.