

LC 1 Titre : Séparations, purifications, contrôles de pureté

Présentée par : Alfred Hammond

Correcteur : Hugo Bessone

Date : 10 / 10 / 19

## Compte-rendu de leçon de chimie correcteur

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

On trouve notamment cette leçon dans le BO de 1<sup>ère</sup> STL :

|   |  |
|---|--|
| <b>Séparation et purification</b><br>Techniques :<br>Distillation<br>Recristallisation<br>Filtration sous vide<br>Chromatographie : couche mince (CCM) et colonne.<br><br>Contrôle de pureté. | <ul style="list-style-type: none"><li>- Réaliser une distillation simple, une distillation fractionnée, une recristallisation, une filtration, une filtration sous vide, une chromatographie.</li><li>- Comparer les influences de la nature de la phase fixe et de la phase mobile sur la séparation des espèces chimiques.</li><li>- Mesurer une température de fusion, un indice de réfraction.</li><li>- Argumenter sur la pureté d'un produit à l'aide d'une observation, d'une série de mesures, d'une confrontation entre une mesure et une valeur tabulée.</li></ul> |
|---|--|

Et également quelques notes dans le BO de T<sup>ale</sup> STL :

#### « Synthèses chimiques

En classe de **première**, [...]. La problématique des rendements de synthèse et de la qualité produits obtenus amène à étudier les principales techniques de séparation et de contrôle de pureté. [...]

En classe **terminale**, [...]. Les techniques de séparation et de purification portent sur les extractions (extraction par solvant et précipitation sélective) [...]. »

La problématique qui a été choisie est l'importance de la pureté des produits pour le contrôle de l'impact sur la santé et l'environnement.

Cette leçon insite beaucoup sur les techniques expérimentales et sur certaines notions qu'il faut définir rigoureusement. Il faut notamment bien distinguer *identification* de *contrôle de pureté* (comparaison ou non à une valeur tabulée par exemple), ou encore *séparation* de *purification* (selon la quantité des éléments différents du produit), ou *extraction* et *lavage* (selon les compositions des phases).

Les diapositives de présentation des différents montages et du matériel étaient parfaitement pertinentes.

Techniques d'intérêt : filtration, essorage, ampoule à décanter, recristallisation, distillation, température de fusion, réfractométrie, CCM, spectroscopie...

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

Plan proposé :

### I. Séparations

1) *Extraction liquide / liquide*

→ Ampoule à décanter

2) *Extraction d'un solide*

→ Essorage

### II. Contrôles de pureté

1) *Mesure de la température de fusion d'un solide*

→ Banc Kofler

2) *Indice de réfraction d'un liquide*

3) *Chromatographie sur Couche Mince*

### III. Purifications

1) *Purification d'un solide*

→ Recristallisation

2) *Distillation*

Le plan proposé convient tout à fait à la leçon, et les expériences (Cannizzaro et CCM) également.

D'autres phases auraient pu être choisies pour illustrer les différentes méthodes, la CCM notamment aurait été intéressante à réaliser devant le jury.

L'ordre entre les parties II et III est judicieusement choisi, en effet une purification doit toujours être raisonnée, et donc suivre un contrôle de pureté s'avérant négatif.

## Remarques sur des points spécifiques de la leçon :

Cette leçon est très portée sur les méthodes, il faut donc particulièrement maîtriser les gestes expérimentaux ici et également les principes de fonctionnement des différents appareils.

Certaines méthodes peuvent avoir plusieurs utilités (la distillation par exemple peut servir de méthode de purification ou de séparation) il faut donc être clair dans le discours selon la partie où ces méthodes sont présentées.

Le tableau récapitulatif en fin de leçon est tout à fait pertinent, attention néanmoins à ne pas oublier d'étape, après une purification il faut à nouveau procéder à un contrôle de pureté pour confirmer l'efficacité de la méthode.

On ne peut pas parler de rendement pour un produit qui n'est pas pur !

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

Expérience : Réaction de Cannizzaro

Dans cette réaction un produit liquide et un produit solide sont obtenus, avec des phases de traitement variées, ce qui en fait effectivement un excellent fil conducteur pour cette leçon.

Ici c'est le choix des phases de manipulation qui est important.

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

Question posée :

Vous êtes professeur en Lycée et un élève vous envoie un mot doux, comment réagissez-vous ?

Eléments de réponse :

- Ne pas gérer la situation seul, mettre quelqu'un d'autre dans la boucle ;
- Ne pas répondre à des mails par exemple ;
- Rester neutre en classe.

## **Propositions de manipulations - Bibliographie :**

- *Techniques expérimentales en chimie*, Bernard & al. : fiches sur les différentes techniques.

Toute manipulation de chimie organique présentant des phases de traitement pertinentes dans le thème de la leçon est envisageable. Il est intéressant également de varier les états physiques des produits.

- *Synthèse du paracétamol*, Mesplède orga ;
- *Oxydation de l'alcool benzylique par l'eau de Javel*, Nathan T<sup>ale</sup>S ;
- *Synthèse de l'aspirine* ;
- *Synthèse de l'acétate d'isoamyle*.

## LC 01 Titre : Séparation, purification, contrôle de pureté

Présentée par : Alfred Hammond

Correcteur : Hugo Bessone

date : 10/10/2019

### Compte rendu leçon élève

| Bibliographie de la leçon :                                    |                               |                 |      |
|--|-------------------------------|-----------------|------|
| Titre  | Auteurs                       | Editeur (année) | ISBN |
| Physique-Chimie TS   |                               | Sirius          |      |
| Techniques expérimentales en chimie                            | ASB                           | DUNOD           |      |
| Chimie organique expérimentale, p 301, Réaction de Cannizzaro) | M. Blanchard-Desce<br>Hermann |                 |      |
| Chimie tout en un PCSI, PC                                     |                               | DUNOD           |      |
|  |                               |                 |      |
|  |                               |                 |      |

| Plan détaillé   |
|---|
| <p><b><u>-Niveau choisi pour la leçon : Lycée</u></b></p> <p><b><u>-Prérequis :</u></b></p> <ul style="list-style-type: none"><li>• solvant, soluté</li><li>• température de changement d'état de corps purs</li><li>• représentation topologique</li></ul> <p><b>Plan suivi :</b></p> <p><b>Introduction : (1min42)</b></p> <p>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 ?</p> <p>La réaction support de la leçon est la réaction de Cannizzaro (à retrouver sur la slide)</p> <p>-l'acide benzoïque est <b>solide</b></p> <p>-l'alcool benzylique est <b>liquide</b></p> |

## I) Séparation (9min50)

### A) Extraction liquide-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

Propriété du solvant éther diéthylique :

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

**Manipulation** : phase de manipulation sur l'ampoule à décanter : séparer les deux phases dans deux erlen meyer différents.(slide)

**Lavage** : Eliminer les impuretés solubles dans l'eau

**Séchage** : agent desséchant ( $\text{MgSO}_4$ ) anhydre → "pulvérulent"

**Evaporation du solvant slide** : évaporateur rotatif

### B) Extraction d'un solide

**Essorage, lavage principe** : essorer et laver les cristaux d'acide benzoïque sur un filtre Büchner.(slide : schéma filtre Büchner)

**Manipulation** : Filtration du solide sous Büchner

**Etuvage** : éliminer les traces d'eau dans les cristaux

## II) Tests de pureté (9min)

### A) Mesure de la 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)

**Manipulation** : mesure de la température de fusion de l'acide benzoïque fait en préparation

### B) Mesure de l'indice de réfraction d'un liquide

**principe** : comparer l'indice de réfraction de l'alcool benzylique ) à une valeur tabulée (réfractomètre d'Abbe) (slide pour expliquer le fonctionnement)

### C) La Chromatographie sur Couche Mince (CCM)

**principe** : séparer des corps purs par migration d'un éluant sur une phase stationnaire par capillarité. L'éluant entraîne avec lui les espèces les plus solubles. → Eluant = cyclo-hexane + acetone

- préparation de la plaque
- préparation de la cuve
- déposition des espèces à migrer
- insertion de la plaque dans la cuve
- élution
- révélation
- interprétation quantitative avec mesure des rapports frontaux

### III) Purification

#### A) La recristallisation (4min18)

**principe** : solubiliser à chaud l'acide benzoïque dans 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. (slide : montage de recristallisation)

**Manipulation** : procéder à la recristallisation qui a été lancée en début de leçon et constater la cristallisation des cristaux d'acide benzoïque.

**Essorage, étuvage** : explication à l'oral du principe

#### B) La distillation (2min15)

**Principe** : Utiliser la différence de température d'ébullition entre l'alcool benzylique (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)

#### C) Rendement (1min30)

**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.)

Calculer le rendement pour l'acide benzoïque et l'alcool benzylique

### Conclusion : (durée de la leçon : 36min)

(tableau récap)

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.

### Questions posées

#### Questions :

1) Pourquoi l'alcool benzylique est plus soluble dans l'éther diéthylique que dans l'eau.

L'alcool benzylique contient un cycle apolaire, aprotique qui ne peut établir des liaisons hydrogènes avec l'eau.

2) Sur la bouteille de l'éther diéthylique il y a écrit stabilized by BHT ca veut dire quoi ? C'est inquiétant ? C'est pour éviter que l'éther diéthylique se transforme en un peroxyde avec l'air.

3) Pourquoi avoir choisi la réaction de Cannizzaro ?

Pour avoir un produit solide et un produit liquide afin d'illustrer plusieurs techniques expérimentales.

4) Différence entre une séparation et une purification ?

On fait une séparation pour isoler un produit de milieu réactionnel, alors que la purification aura pour objectif d'extraire les impuretés.

5) Comment savoir s'il n'y a que des produits dans le ballon ?

Il faudrait effectuer un suivi CCM

6) Au bout de combien de temps on arrête la manip ?

On effectue des CCM à répétition jusqu'à temps qu'elles indiquent qu'il n'y a plus de réactifs

7) Le schéma sur l'ampoule à décanter montre la phase aqueuse est en dessous. Pourquoi ? Et vous avez des exemples de solvants plus dense que l'eau ?

Il faut raisonner en terme de densité : la densité de l'eau est supérieure à celle de l'éther diéthylique. Solvant moins dense que l'eau : le dichlorométhane, le chloroforme, mais on s'en sert pas en lycée.

8) Est-ce qu'il y a toujours un dégagement gazeux lors de la phase de dégazage (ampoule à décanter)

Oui il y a une enthalpie de mélange

9) Vous avez mis des gants, pourquoi ?

Je manipulais un solvant organique nocif et après j'aurais manipulé l'acide chlorhydrique à 30%

10) Vous connaissez d'autres agents déséchant ?

Celui utilisé était le Sulfate de magnésium anhydre. Il y a aussi le sulfate de sodium anhydre. Sulfate de sodium anhydre : c'est un acide de Lewis qui réagit avec les bases de Lewis (les amines par exemple) et forme des complexes de magnésium. On utilise alors dans ce cas le sulfate de sodium.

11) Vous nous avez montré un évaporateur rotatif, expliquez-nous le principe de l'appareil ? Pourquoi on réduit la pression ?

**Rappel :** L'évaporateur rotatif permet de faciliter l'ébullition du solvant en jouant sur deux paramètres : **la pression et la température.**

On réduit la pression interne dans le ballon afin qu'elle soit inférieure à la pression de vapeur saturante du solvant  $P_{\text{int}} < P^*$  : le liquide se vaporise.

**OR** d'après la formule de Clapeyron,  $dP^*/dT > 0$  pour l'éther diéthylique ; La pression est une fonction croissante de la température. Conclusion : Le bain thermostaté permet d'augmenter T donc augmenter  $P^*$  afin que la condition  $P_{\text{int}} < P^*$  soit plus rapidement, facilement réalisable ! :)

12) Souvent l'essorage et le lavage on appelle ça filtration, pourquoi ?

**Essorage sous Büchner :** le produit d'intérêt est le solide.

**Filtration sous Büchner :** le produit d'intérêt est le liquide.

13) On peut utiliser quel autre type de filtre ?

Verre fritté ; Il existe plusieurs types de porosité, cependant ils sont difficiles d'entretien.

14) Pourquoi  $\pm 2^\circ\text{C}$  sur le banc Kofler ?

Il y a une graduation tous les 2 degrés ?

15) Parfois on arrive à avoir des valeurs en dessous de la température tabulée. Comment vous expliquez ça ?

$T_{\text{fusion}} < T_{\text{fusion}}(\text{tab})$  car il reste des impuretés dans le produit synthétisé.

16) Un liquide impur a une température d'ébullition plus basse ou plus haute ?

Les impuretés augmentent la température d'ébullition d'un liquide.

17) Savez-vous quel est le nom du phénomène  $T_{\text{fusion}} < T_{\text{fusion}}(\text{tab})$  ?

Abaissement cryoscopique (c'est un critère entropique)

18) Pourquoi avez-vous hésité avant de nettoyer avec un coton ? Dans quel sens on nettoie un banc Koffler ?

Nettoyage du banc Koffler du chaud **VERS LE FROID**.

19) Comment marche un réfractomètre ?

Selon l'indice optique du liquide, un rayon incident n'est pas dévié de la même façon. En faisant le réglage, on peut donc lire l'indice de réfraction.

20) Pourquoi avoir choisi ce mélange pour l'éluant.

On regarde les interactions avec les 2 phases : l'éluant (phase mobile) et la silice (phase stationnaire)

21) Connaissez-vous d'autres méthodes de chromatographie ? Servent-elles à la même chose ?

**Choma sur colonne** : permet de séparer

**Chroma en phase** vapeur : contrôle de pureté

22) Pourquoi on dissout les liquides également avant de faire une CCM ?

Pour ne pas qu'il y ait de longues traînées de tâche sur la plaque CCM

23) Est-ce bien de prendre la plaque de CCM à la main ?

NON la silice est un composé plutôt toxique et les éluants peuvent être irritants, toxiques etc !

24) Pourquoi avoir calculé les rapports frontaux ?

Si 2 éléments ont les mêmes rapports frontaux on aura a priori les mêmes espèces. En effet, les rapports frontaux sont tabulés **pour un éluant particulier**.

25) Est-ce que la solubilité augmente toujours quand la température augmente ?

Non exemple : les ions carbonatés  $\rightarrow$  le calcaire

26) Pourquoi avoir une ampoule isobare dans une recristallisation ?

27) Peut-on enlever d'autres types d'impuretés avec une recristallisation que ce qui est soluble dans l'eau ?

Oui, on peut libérer des impuretés prisonnières dans le solide

28) La distillation : c'est de la purification, de la séparation ... tout dépend de ce que l'on veut faire.

29) Distillation fractionnée. Quelle est la différence avec la simple ?

La distillation fractionnée est composée de plusieurs distillations simples. Elle permet de **purifier un brut réactionnel ou de déplacer un équilibre**. On utilise une colonne de Vigreux au niveau de laquelle s'établit une succession d'équilibre liquide-vapeur. On récupère dans le distillat le composé le plus volatil.

30) Après la purification je passe tout de suite à l'identification ou à la pureté ?

Après la purification il faut **refaire un test de pureté** puis seulement passer à l'identification

### Commentaires

Très bonne leçon. L'alternance tableau projection très bien.

Le point négatif : Aucune transition. Du coup ça faisait catalogue de méthode. Il faut donc



expliquer la raison/le but des méthodes utilisés.  
Attention, pas de notes dans les mains surtout pour les définitions !!

**Expérience 1 - Titre : Réaction de Cannizzaro**

Référence complète : **Chimie organique expérimentale p301, M-Blanchard**

**Équation chimique et but de la manip :** (voir sur le livre pour la réaction) → Synthèse de l'acide benzoïque et de l'alcool benzylique.

**Modification par rapport au mode opératoire décrit :** Nous n'avons pas mis 4x 30mL d'éther diéthylique seulement 3x15mL

**Commentaire éventuel :**

- Prendre une assez grande ampoule à décanter car il faut rajouter au moins 30mL d'éther diéthylique.
- Nous avons fait deux montages à reflux afin d'en mener un jusqu'à la fin pour calculer les rendements et faire les CCM
- Le deuxième montage à reflux permet de montrer en leçon les différentes techniques expérimentales.
- Pour illustrer la recristallisation, on peut utiliser directement de l'acide benzoïque industriel pour une question de gestion du temps (surtout que c'est simplement pour illustrer une techniques expérimentale)

**Phase présentée au jury :**

- Extraction liquide-liquide
- Filtration Büchner (acide benzoïque)
- Recristallisation
- Mesure de la température de fusion de l'acide benzoïque
- CCM avec l'alcool benzylique
- CCM avec l'acide benzoïque
- Calcul du rendement pour le liquide synthétisé et le solide synthétisé

**Durée de la manip :** manipulation qui a guidé toute la leçon → voir le plan pour suivre les manipulations effectuées.

Durée de la manip :

**Compétence « Autour des valeurs de la République et des thématiques relevant de la laïcité et de la citoyenneté »**

**Question posée :** Question AGIR : Vous êtes professeur en lycée et vous recevez un mot doux d'un de vos élèves. Que faites- vous ?

- 1) **Il ne faut pas être seul face à la situation :** J'en parle à la CPGE, certains collègues afin de se protéger vis-à-vis de l'élève.
- 2) **Clarifier** son rôle d'enseignant auprès de l'élève si cela recommence ou laisser couler s'il n'y a pas de représailles.

|  |
|--|
|  |
|--|