

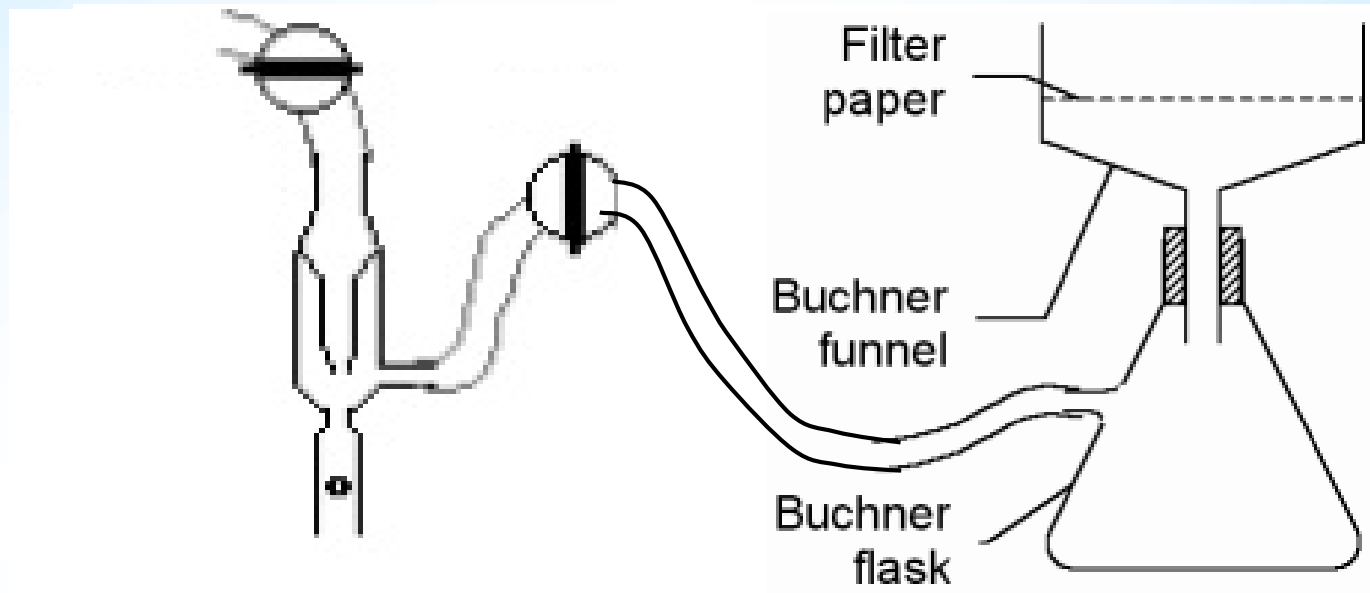
Séparation, purification et caractérisation d'un composé organique

I - Séparation et purification

Techniques basées sur les propriétés physico-chimiques des composés

➤ Séparation d'un solide et d'une phase liquide :

- Filtration simple ou sur Büchner



I - Séparation et purification

Techniques basées sur les propriétés physico-chimiques des composés

➤ Séparation d'un solide et d'une phase liquide :

- Filtration simple ou sur Büchner

➤ Séparation de deux solides :

- Différence de solubilité dans un solvant
- Différence de température de fusion des 2 solides

I - Séparation et purification

➤ Séparation de deux liquides non miscibles

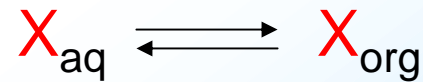
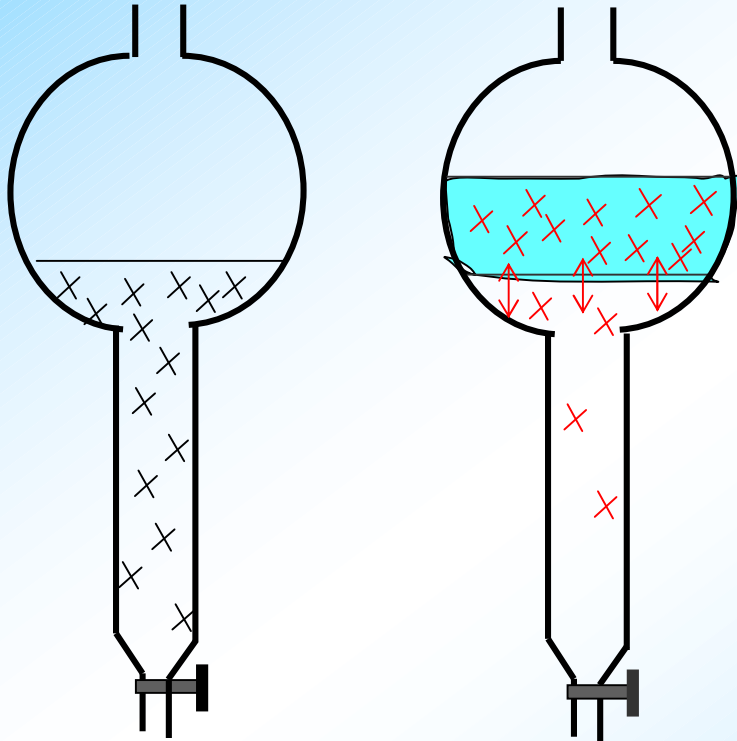
- Décantation:



I - Séparation et purification

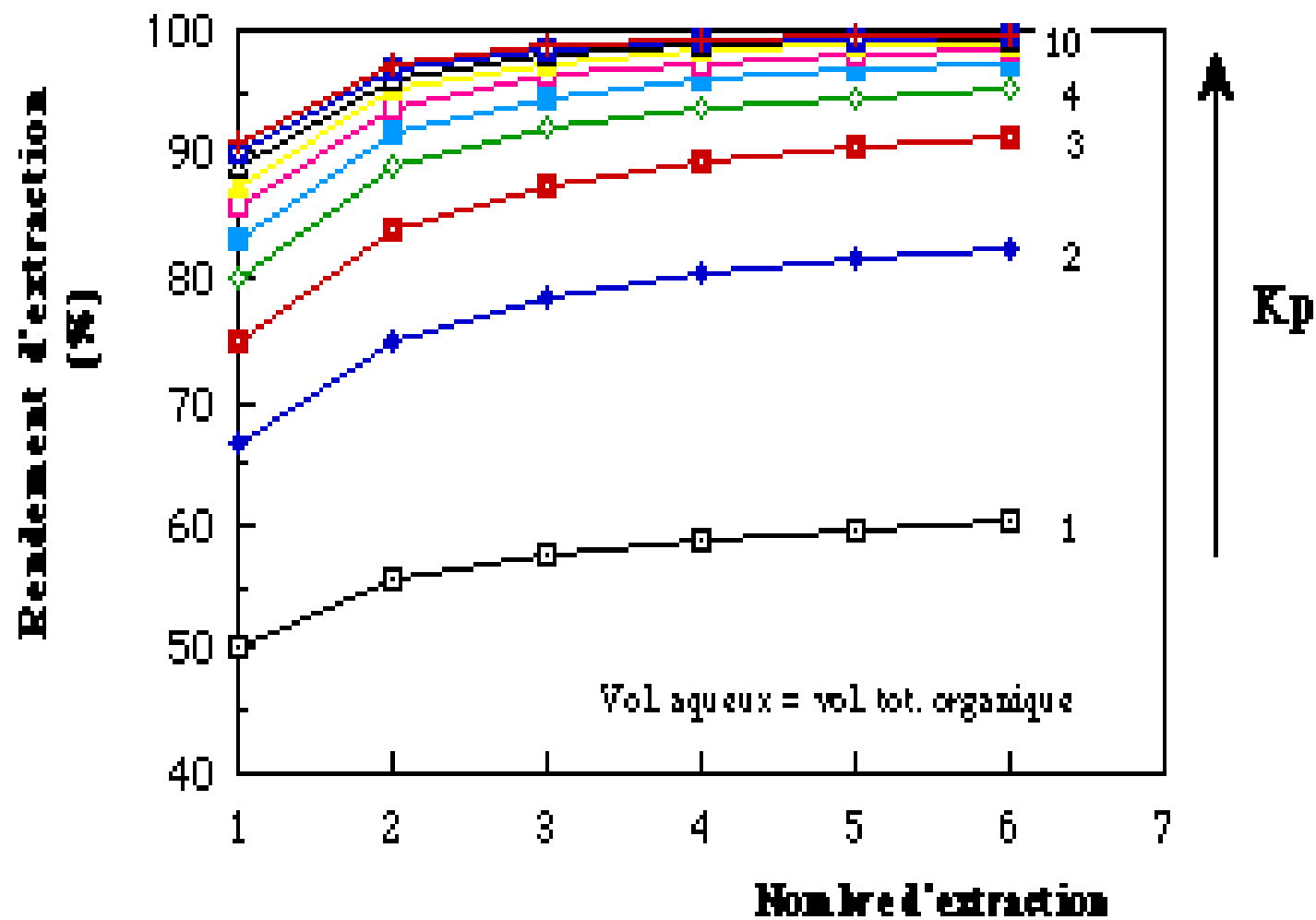
➤ Soluté dans un solvant : extraction par solvant

Différence de solubilité entre 2 solvants non miscibles



$$K_p = \frac{[X]_{\text{organique}}}{[X]_{\text{aqueuse}}}$$

K_p = coefficient de partage



$$K_p = \frac{[\text{ }]_{\text{organique}}}{[\text{ }]_{\text{aqueuse}}}$$

$$X_i = X_0 \frac{K_p}{n \frac{V_a}{V_o} + K_p} \left(1 - \frac{K_p}{n \frac{V_a}{V_o} + K_p} \right)^{i-1} = X_0 A (1 - A)^{i-1} \quad 1 \leq i \leq n$$

$$Rdt_t = \frac{K_p}{n \frac{V_a}{V_o} + K_p} \sum_{i=1}^n \left(1 - \frac{K_p}{n \frac{V_a}{V_o} + K_p} \right)^{i-1} = A \sum_{i=1}^n (1 - A)^{i-1}$$

X_i quantité de substance transférée de la phase aqueuse à la phase organique à la $i^{\text{ème}}$ extraction

Rdt rendement total d'extraction après n extractions

X_0 quantité de substance présente dans la phase aqueuse avant extraction

V_o volume de phase organique

V_a volume de phase aqueuse

n nombre total d'extraction

K_p coefficient de partage

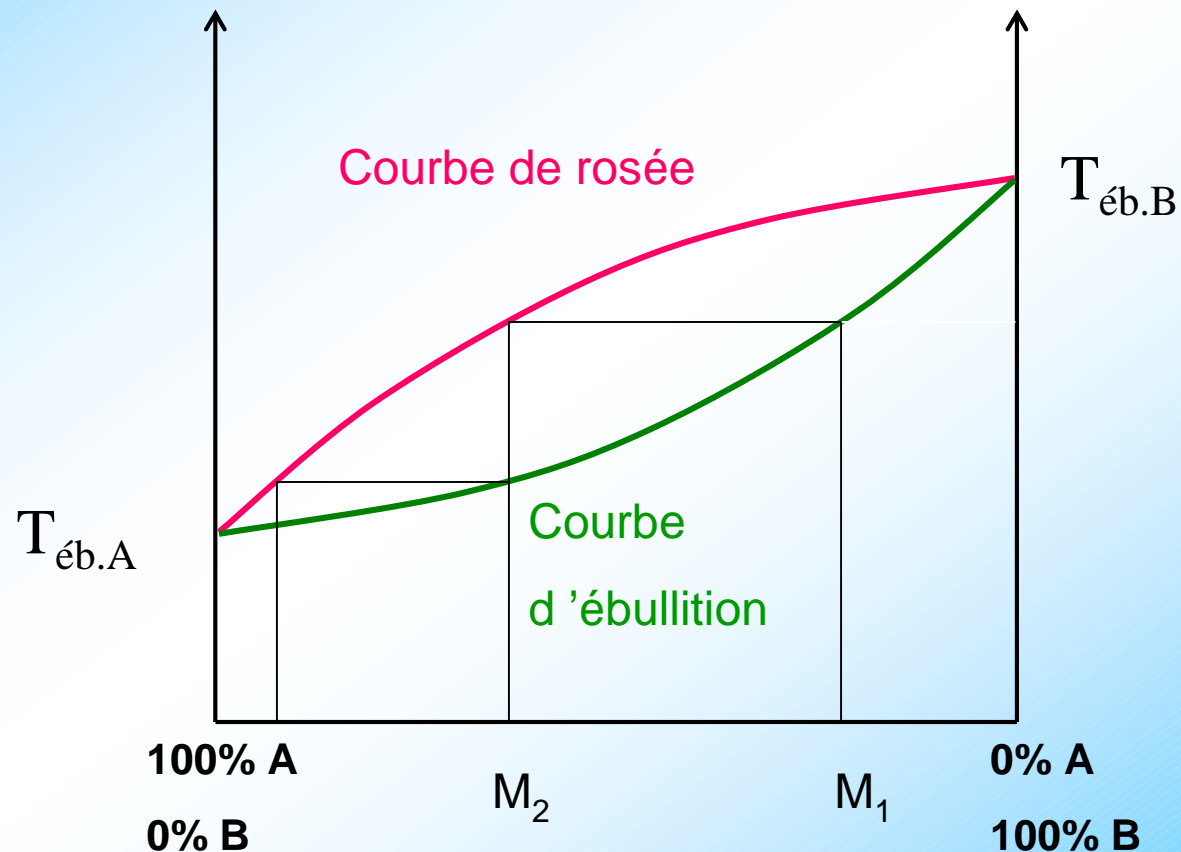
I - Séparation et purification

➤ Séparation de deux liquides miscibles :

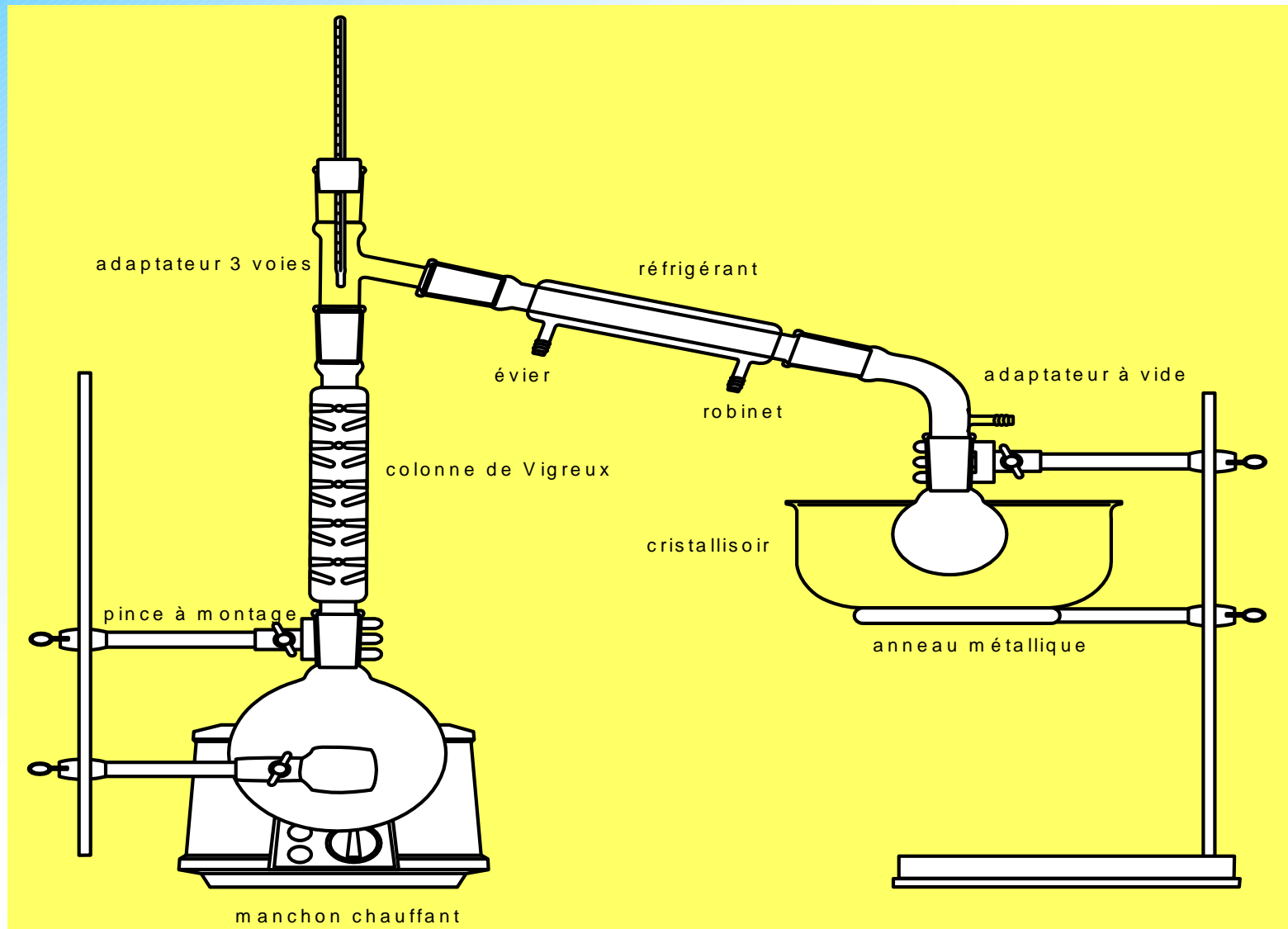
- ✓ distillation fractionnée
- ✓ chromatographie

✓ distillation fractionnée

Basée sur la différence des températures d'ébullition

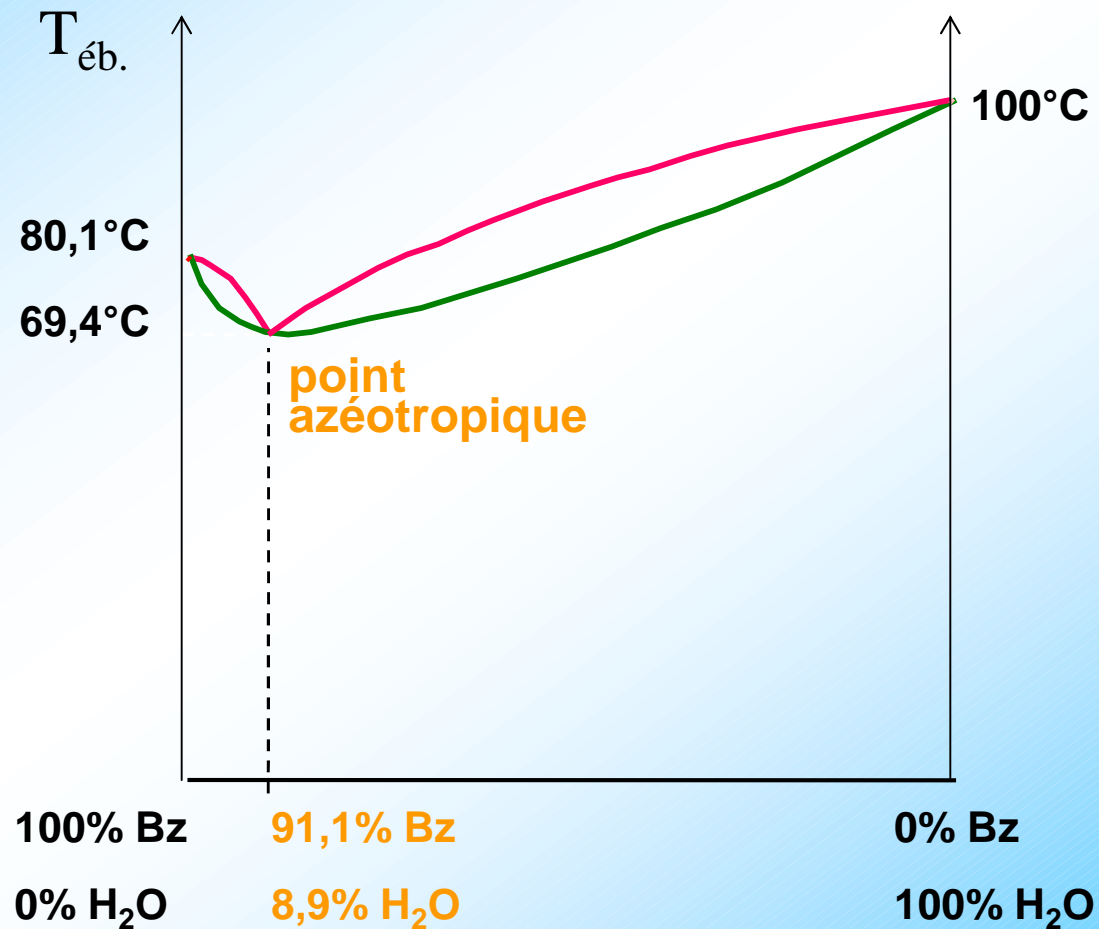


✓ distillation fractionnée



Montage de distillation fractionnée

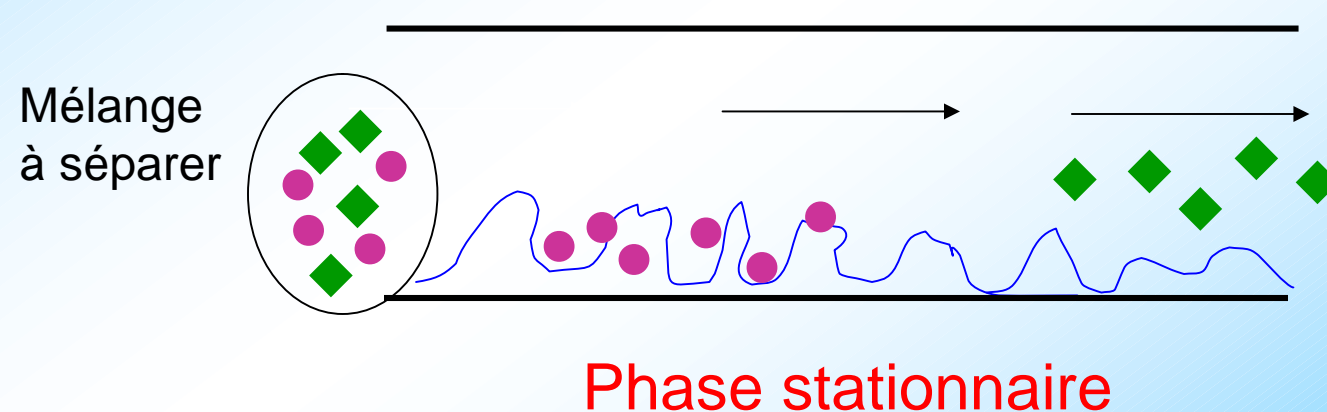
✓ distillation fractionnée



✓ Techniques chromatographiques

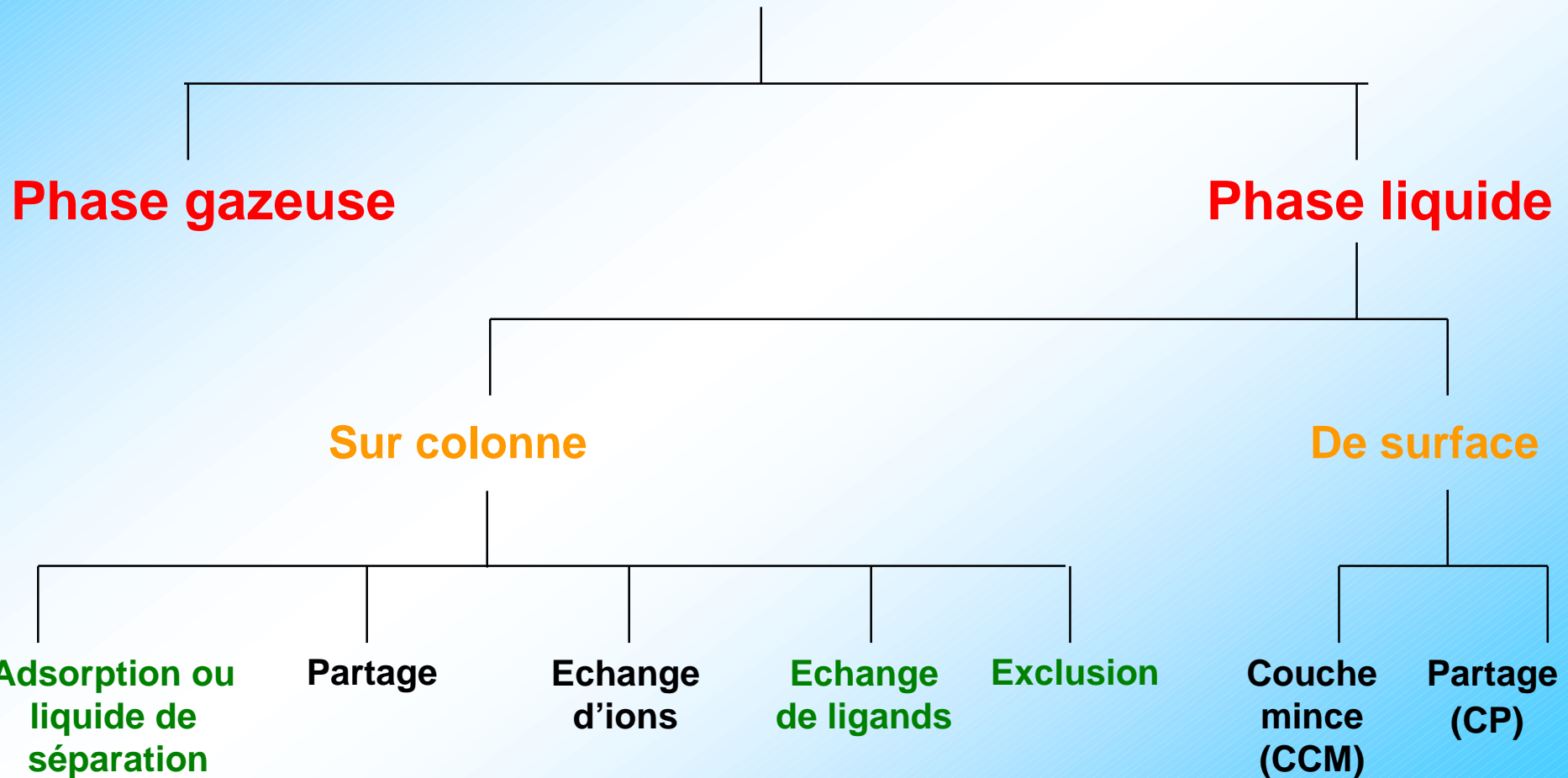
Basées sur la différence de distribution des composés d'un mélange entre une phase mobile et une phase stationnaire

Phase mobile: liquide ou gazeuse



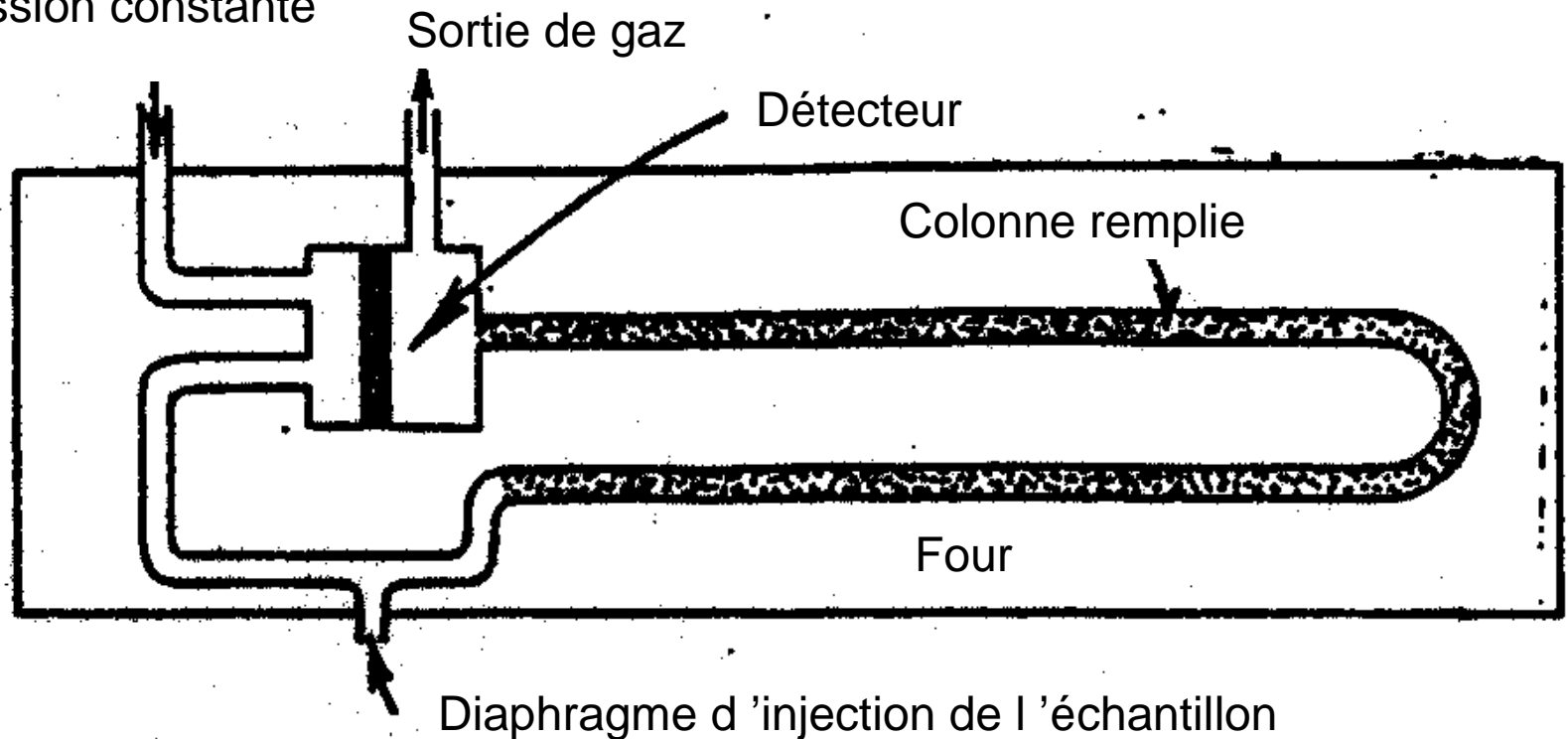
II - Techniques chromatographiques

CHROMATOGRAPHIES



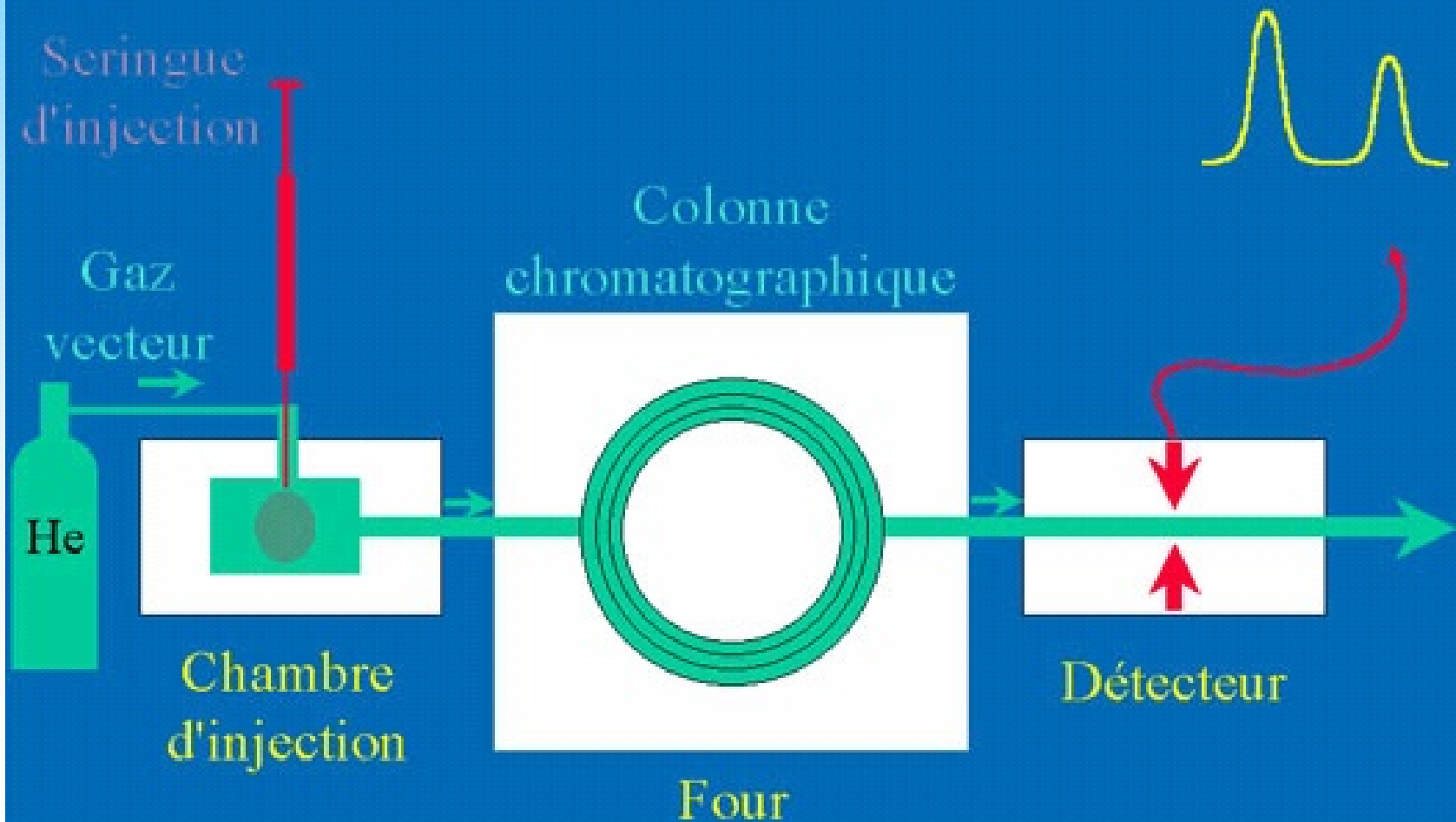
✓ Chromatographie en phase gazeuse

Entrée du gaz vecteur
sous pression constante

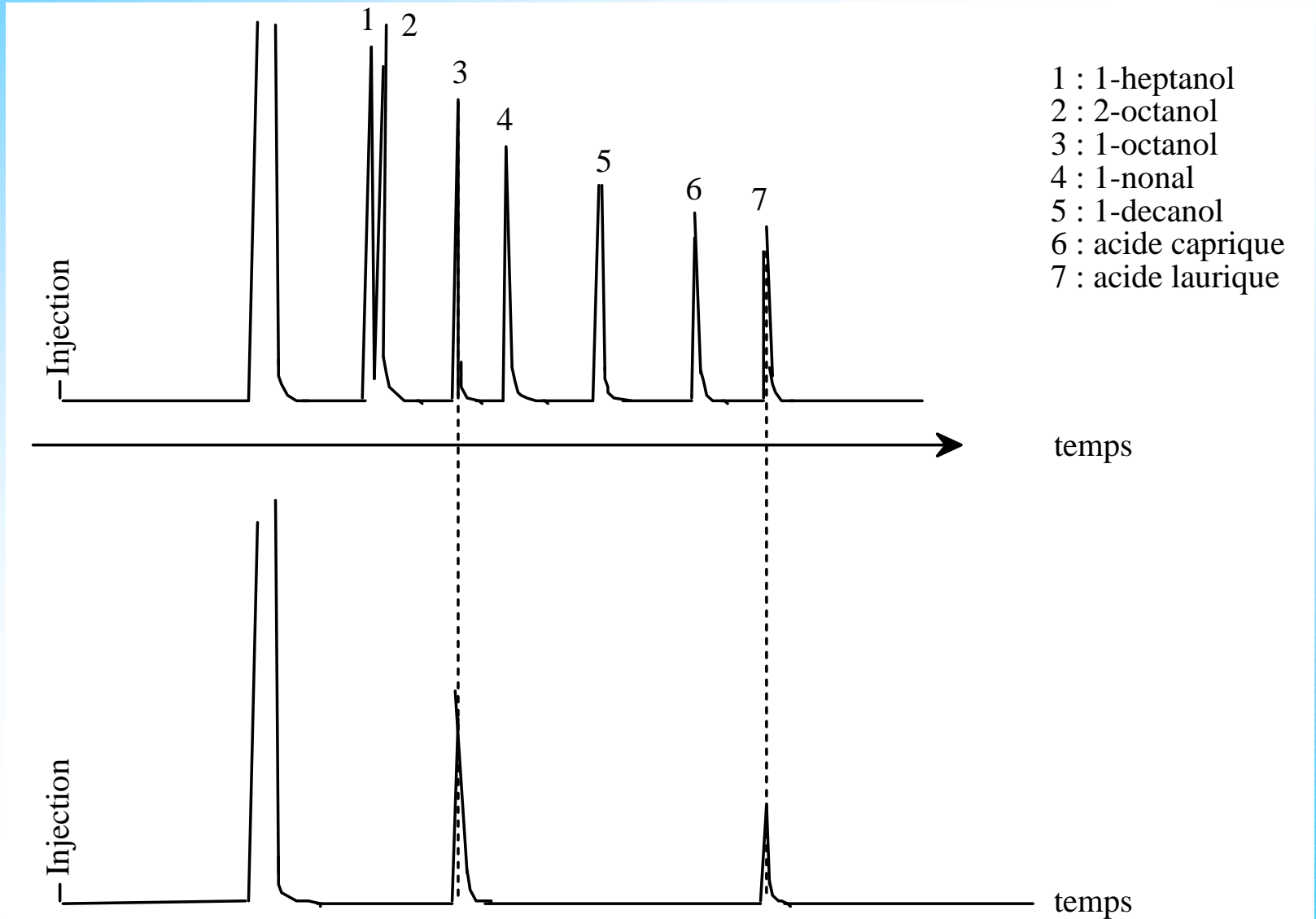


✓ Chromatographie en phase gazeuse

Chromatographe en phase gazeuse (CPG)

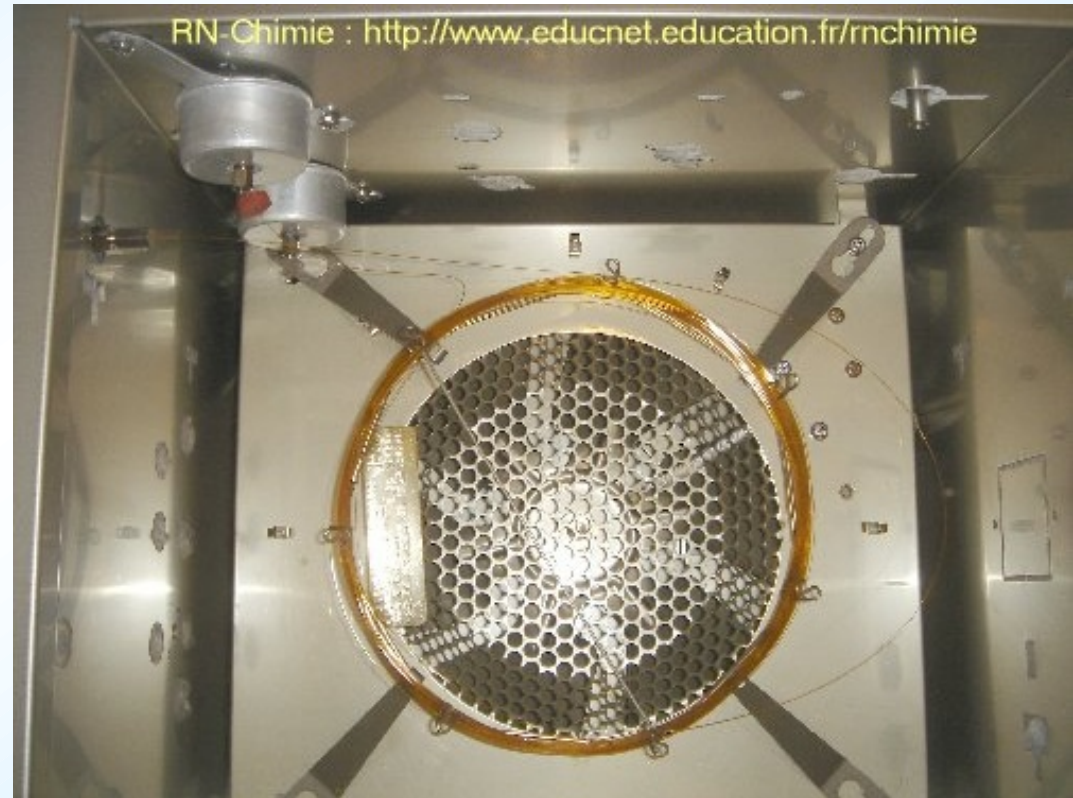


✓ Chromatographie en phase gazeuse



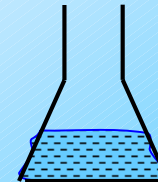
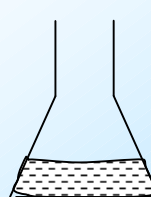
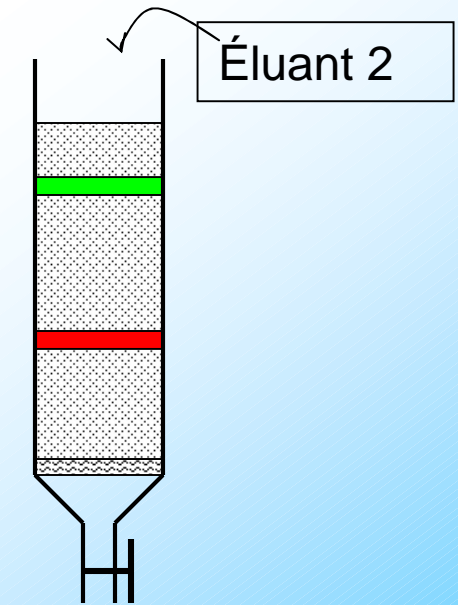
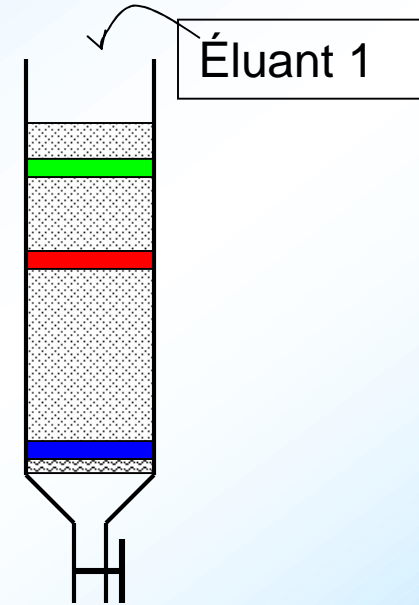
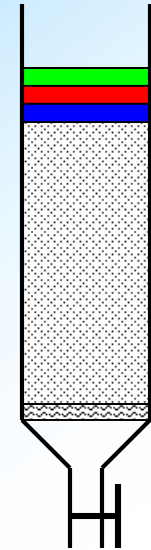
✓ Chromatographie en phase gazeuse

Colonne capillaire



✓ Chromatographie d'adsorption

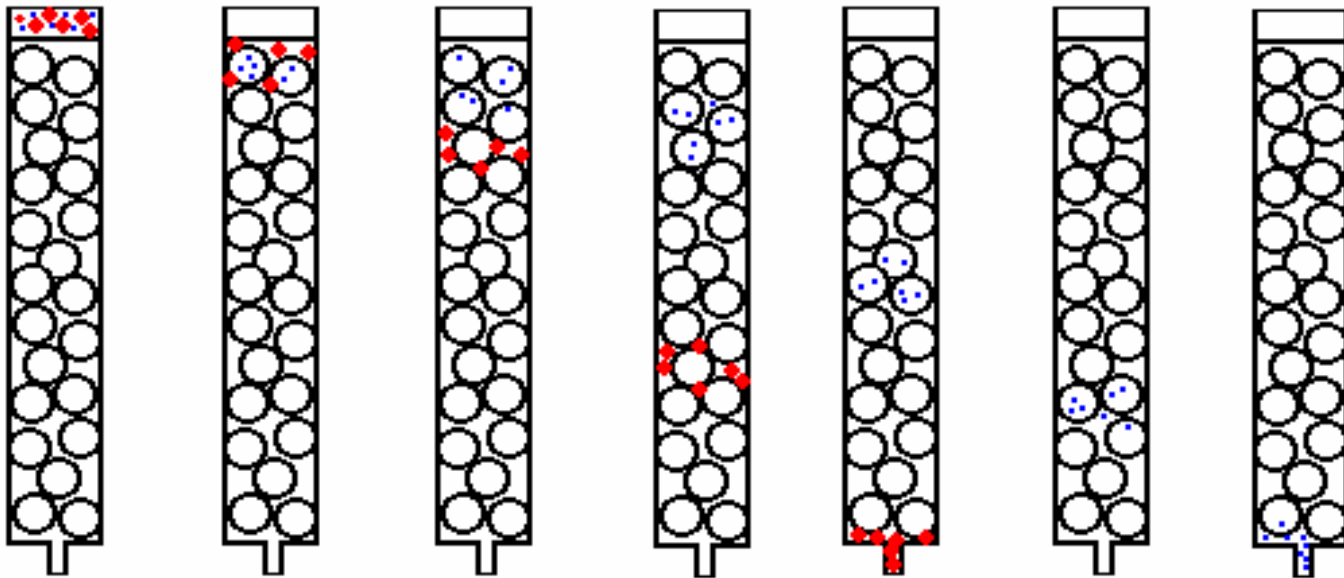
Mélange à
séparer



✓ Chromatographie de filtration sur gel ou d'exclusion

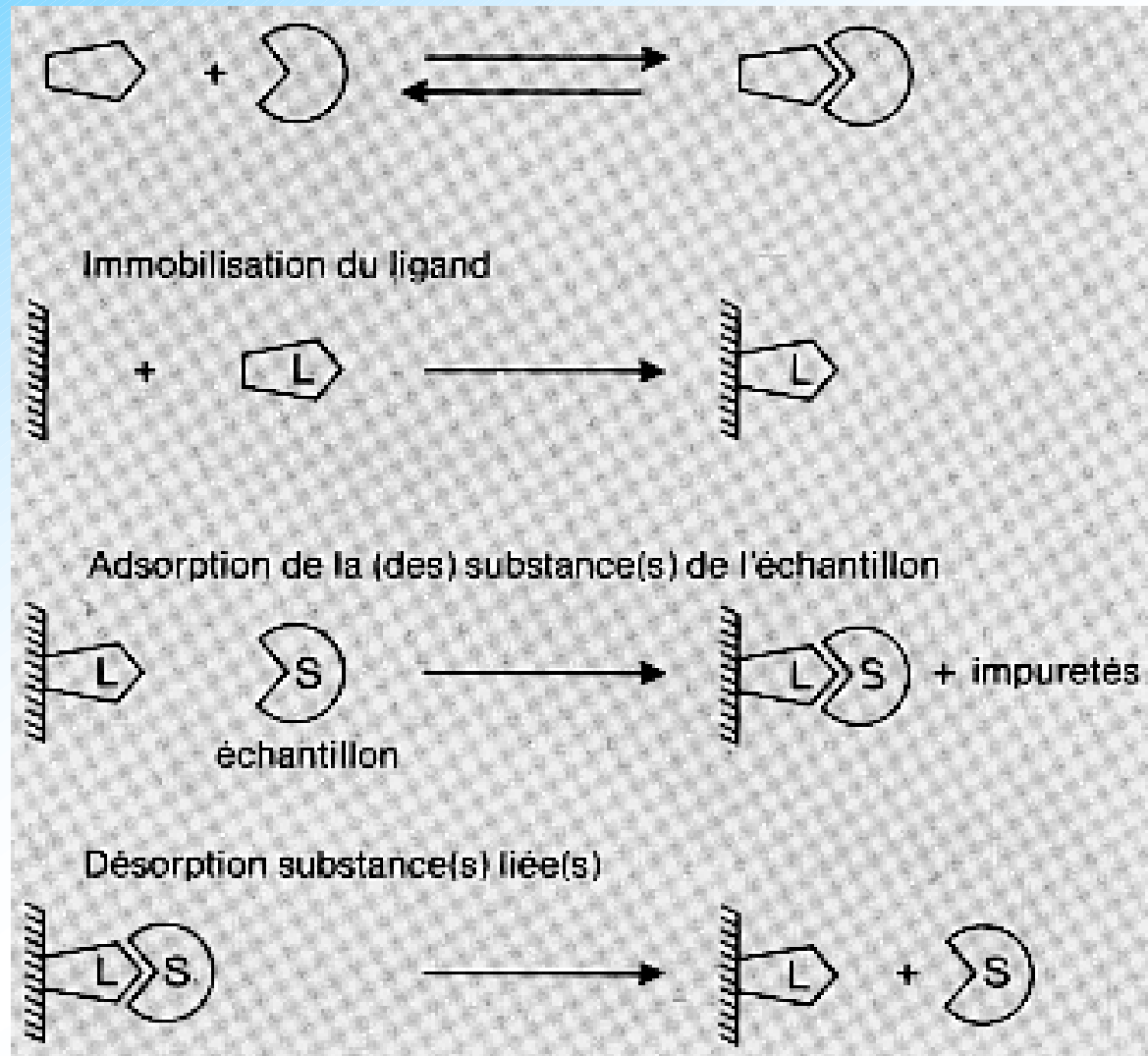
- ◆ Molécule trop grosse pour pénétrer dans les pores des billes

- Molécule assez petite pour pénétrer dans les pores de la bille



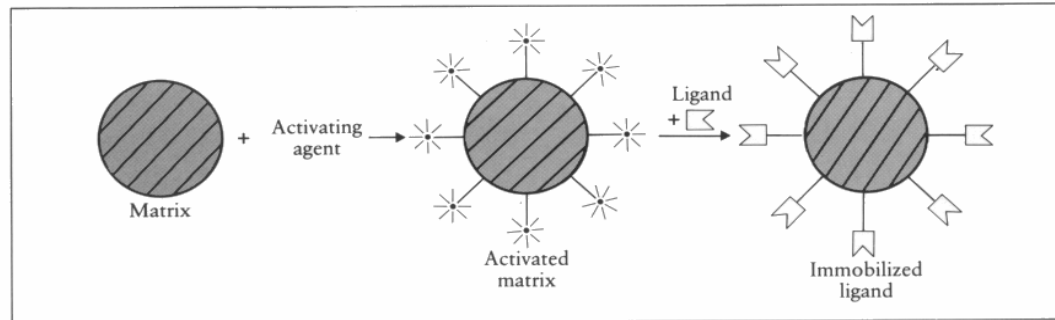
Elution
dans le volume
mort

✓ Chromatographie d'affinité

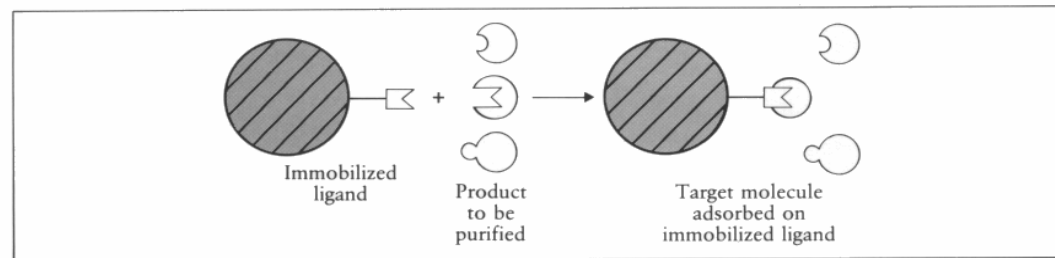


Separation principle

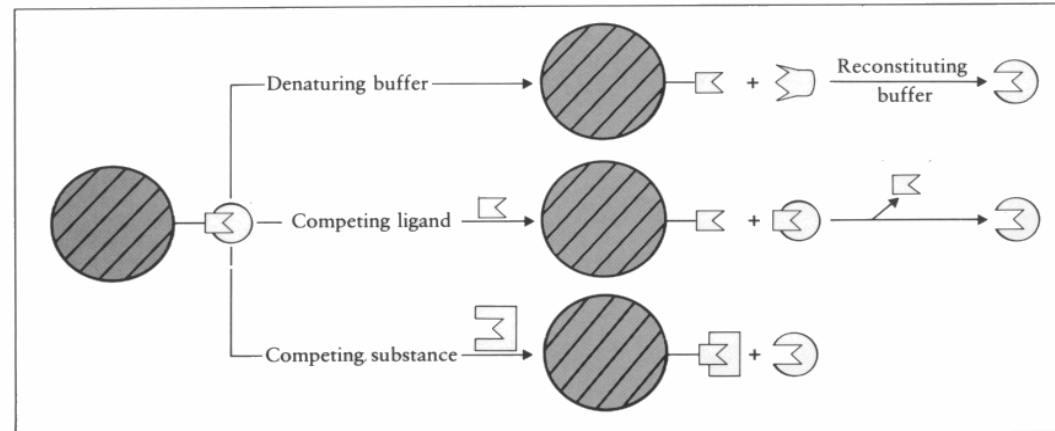
Immobilization of the ligand



Adsorption of the molecule to be purified on the immobilized ligand

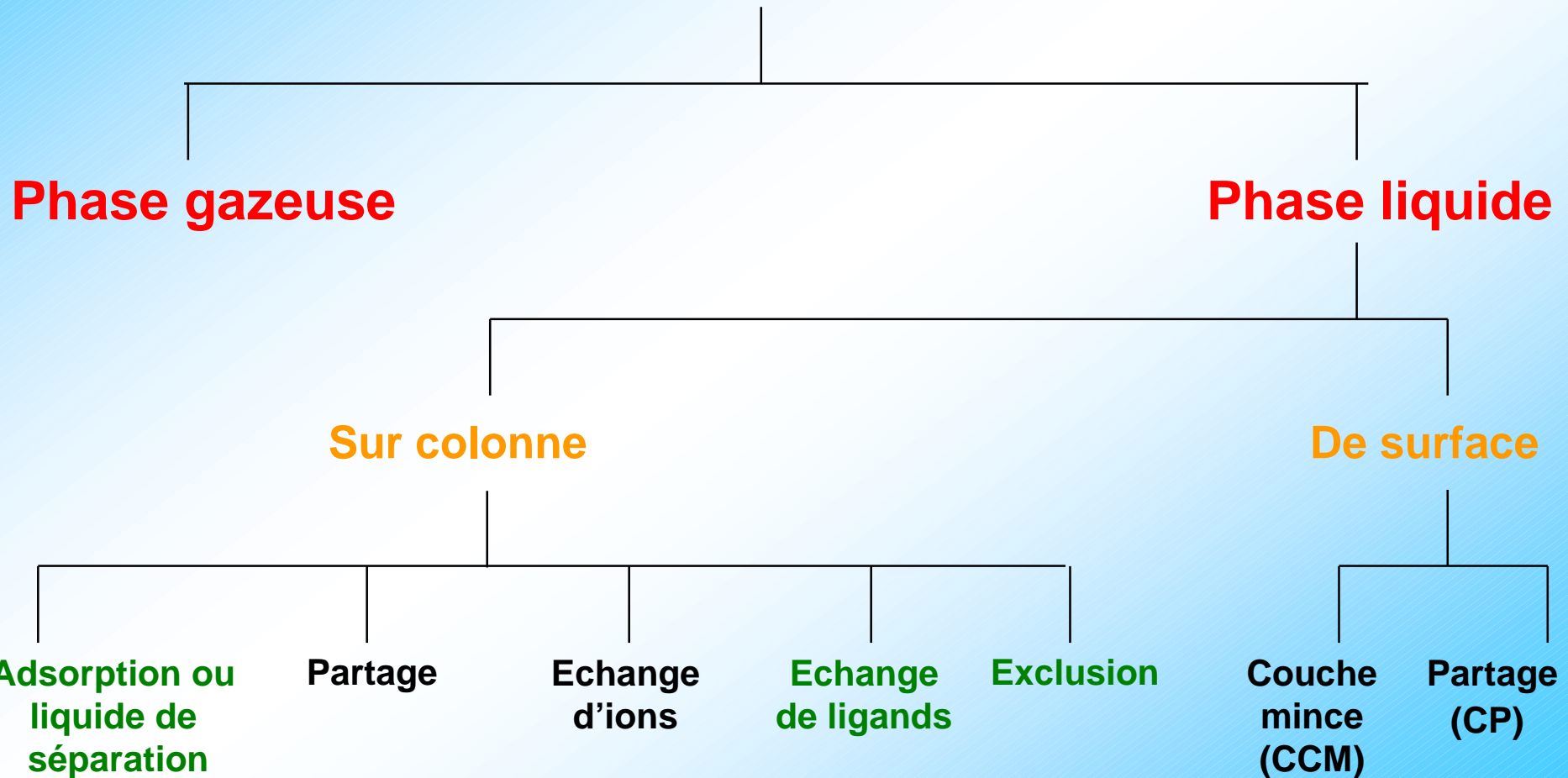


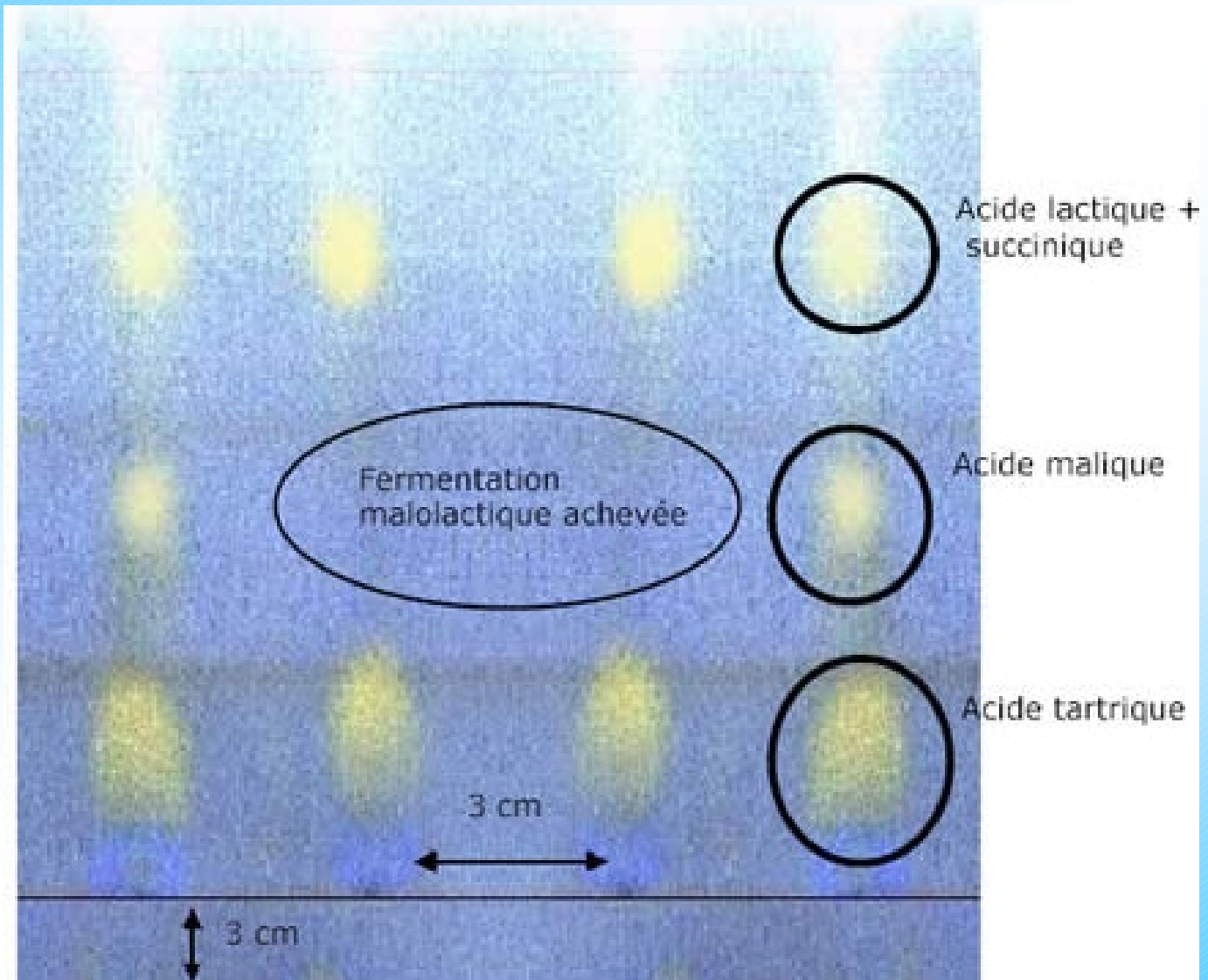
Elution of the molecule to be purified



II - Techniques chromatographiques

CHROMATOGRAPHIES





III - Analyse élémentaire

➤ **But** : déterminer les éléments qui composent un produit et dans quel rapport

☞ **établissement de la formule brute**



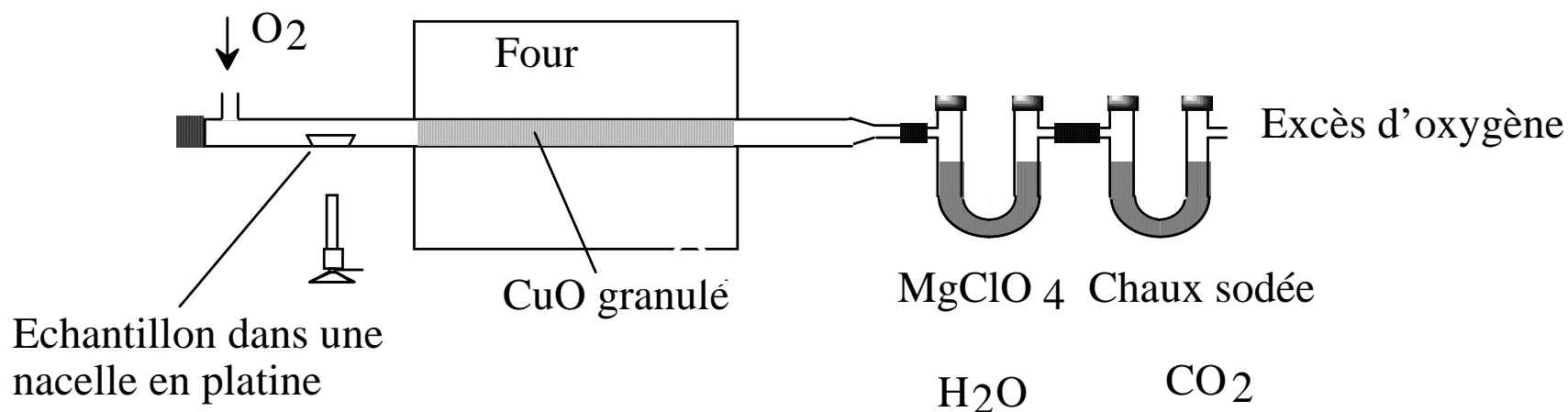
a, b, d, n : entiers positifs

➤ **Méthode** : minéralisation par combustion



III - Analyse élémentaire

Schéma d'un appareil pour le dosage carbone - hydrogène



$$\% C = \frac{m_{CO_2} \times 12 \times 100}{44 \times m_{\text{échantillon}}}$$

$$\% H = \frac{m_{H_2O} \times 2 \times 100}{18 \times m_{\text{échantillon}}}$$

$$\% N = \frac{V_{N_2} \times 28 \times 100}{22,414 \times \left(\frac{T + 273,15}{273,15} \right) \times m_{\text{éch}}}$$

% O par différence

IV - Détermination de la masse molaire

➤ Propriétés colligatives de solvant

variation de température d'ébullition, de point de fusion (cryoscopie), de tension de vapeur d'un solvant

☞ Choix du solvant, pas d'interaction solvant → soluté

$$\Delta T = K \frac{C}{MM}$$

Loi de Raoult

ΔT : abaissement du point de fusion ou de congélation du solvant (°C ou K)

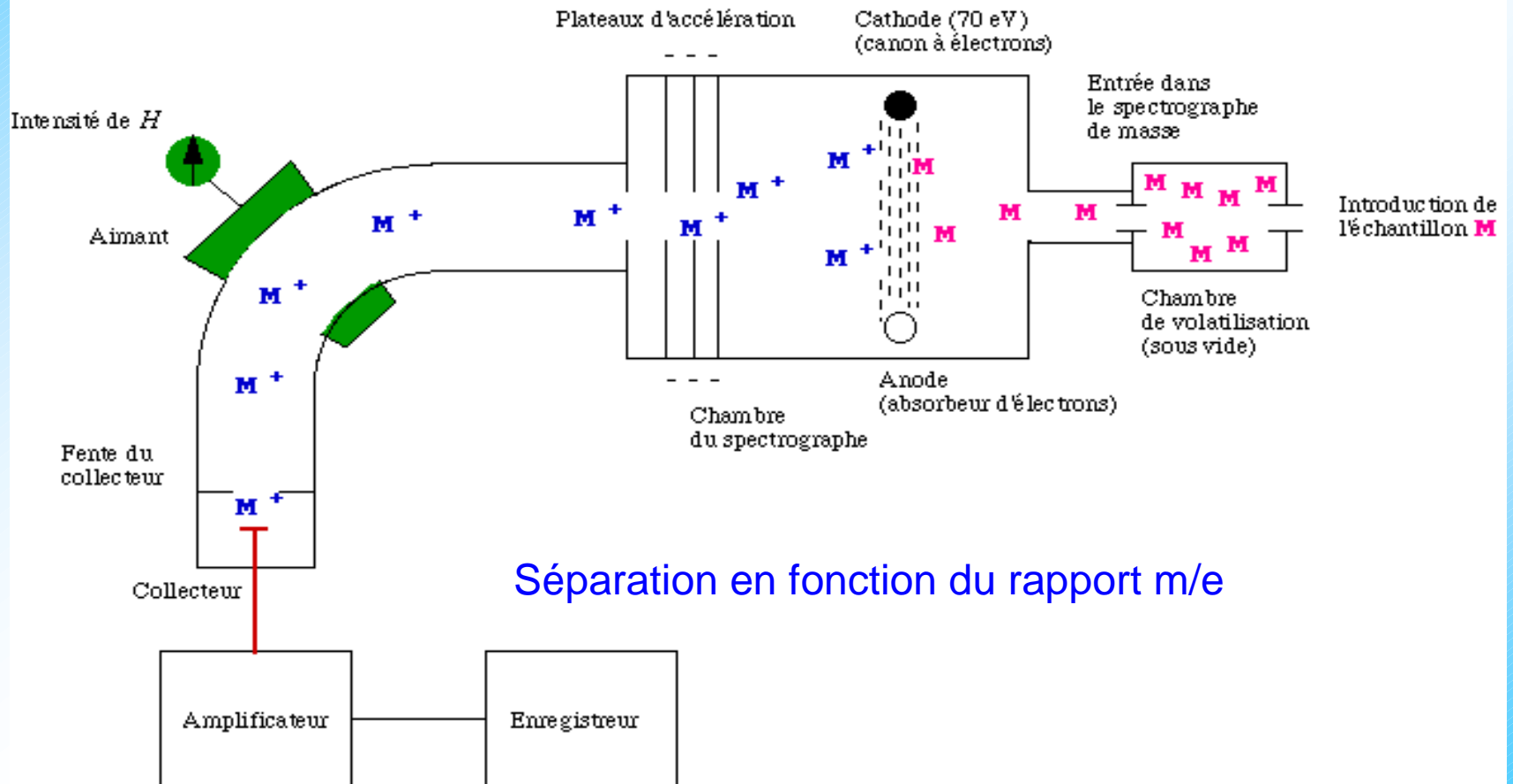
K : constante cryoscopique du solvant (eau 1,86 kg K mol⁻¹, benzène 5,09 kg K mol⁻¹)

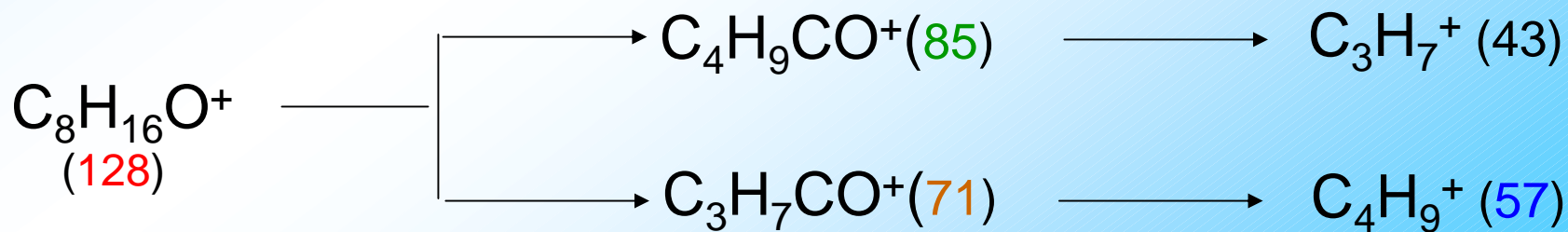
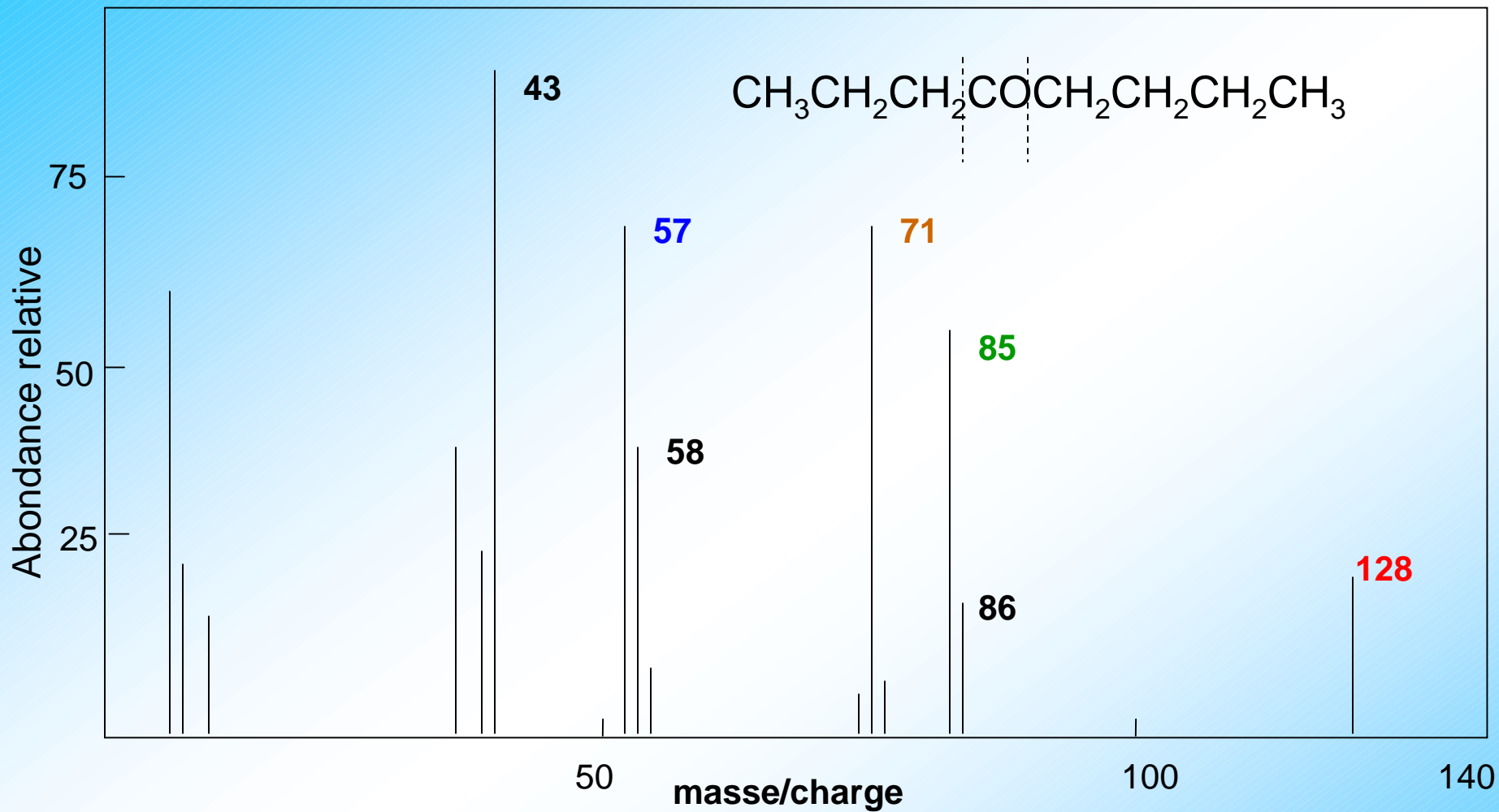
C : concentration du soluté (g kg⁻¹)

MM : masse molaire du soluté (g mol⁻¹)

➤ Spectroscopie de masse

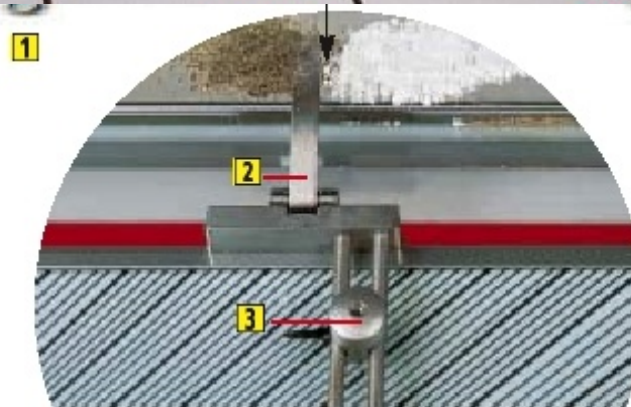
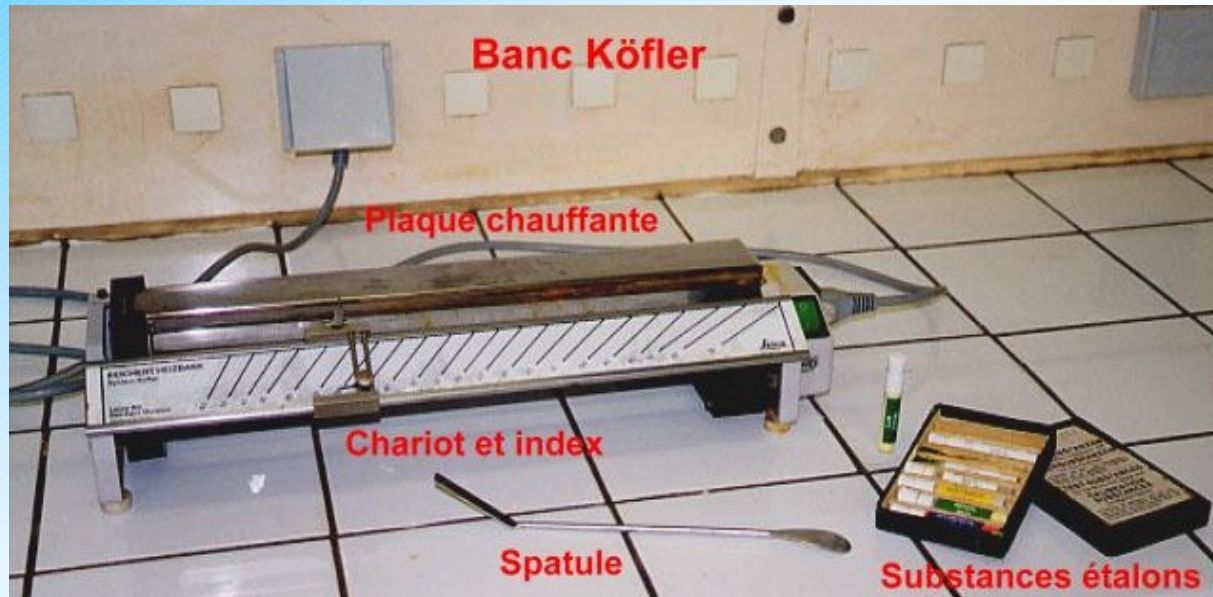
➤ Spectrométrie de masse





V - Caractéristiques d'un produit

- Constantes physiques:
 - Aspect (état, couleur..)
 - Température d'ébullition (préciser la pression)
 - Température de fusion (avec un banc Kofler)



principe : La substance est placée sur la surface du banc.
Après quelques secondes, il apparaît une délimitation nette entre phases liquide et solide. Le curseur **2** est placé sur la ligne de séparation.
Le deuxième curseur **3** donne la température de fusion.

V - Caractéristiques d'un produit

➤ Constantes physiques:

- Aspect (état, couleur..)
- Température d'ébullition (préciser la pression)
- Température de fusion (avec un banc Kofler)
- Indice de réfraction (préciser la température)
- Densité (préciser la température)

V - Caractéristiques d'un produit

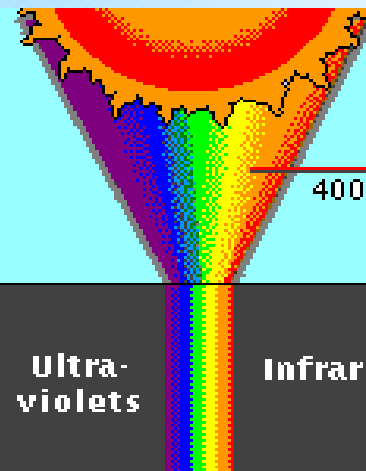
➤ Caractérisation chimique

Tests chimiques pour mettre en évidence des groupements fonctionnels

➤ Caractérisation physico-chimique

Méthodes spectroscopiques

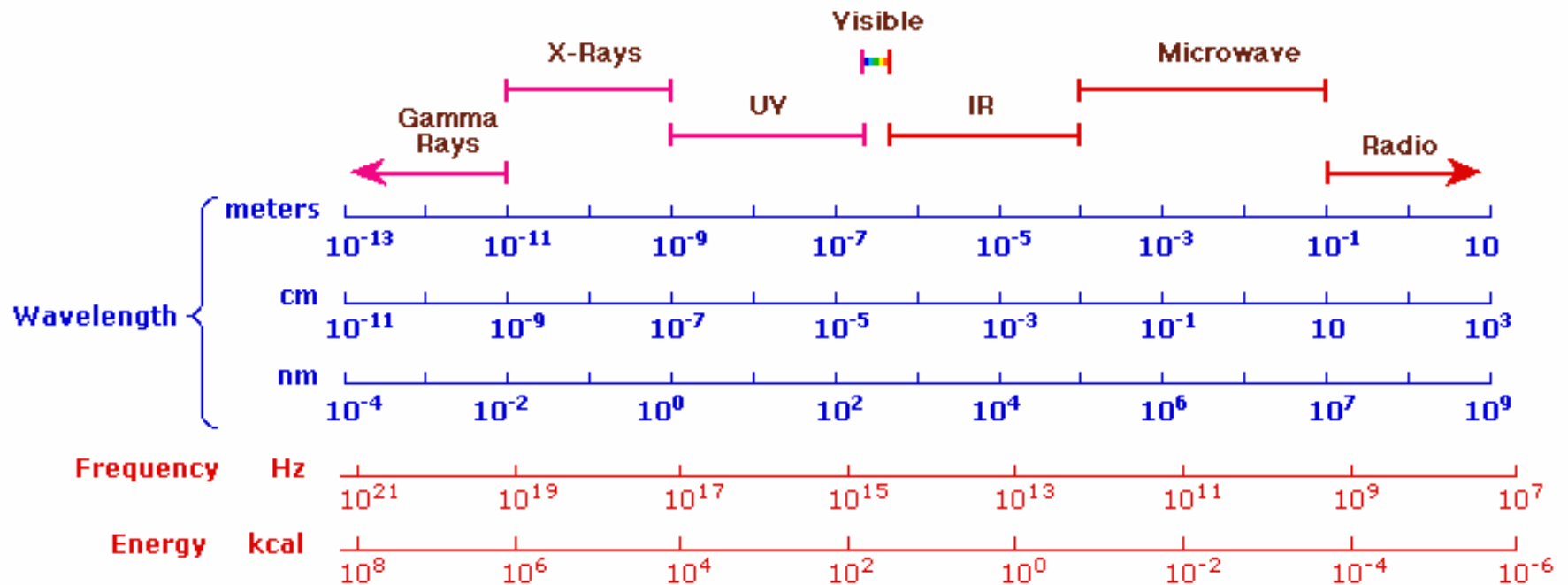
Spectre électromagnétique



Spectre de la lumière visible
400 - 700 nm

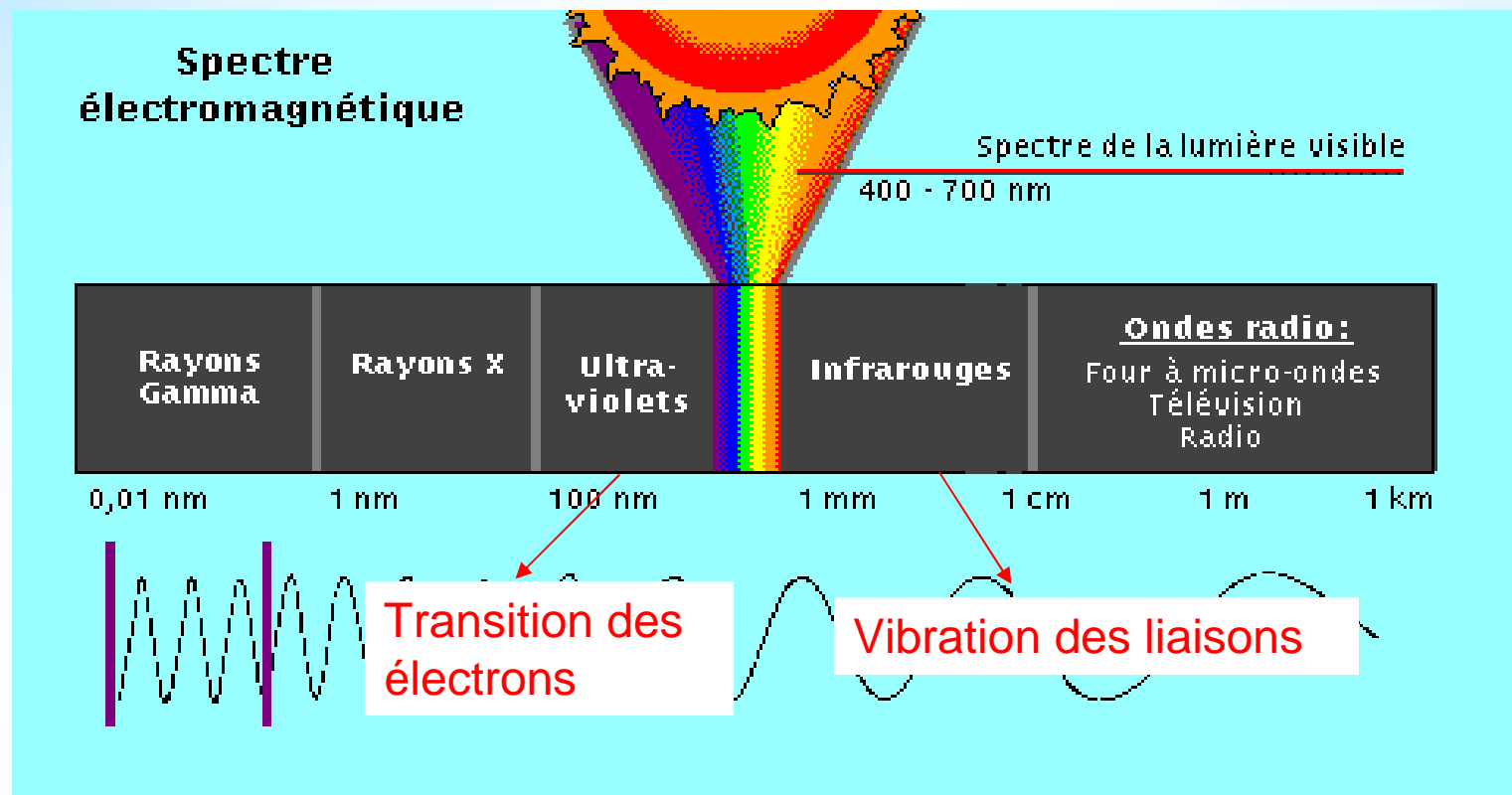


The Electromagnetic Spectrum



VI - Méthodes spectroscopiques

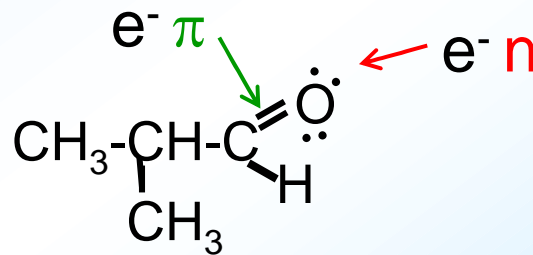
Interaction des ondes électromagnétiques avec les atomes ou les molécules

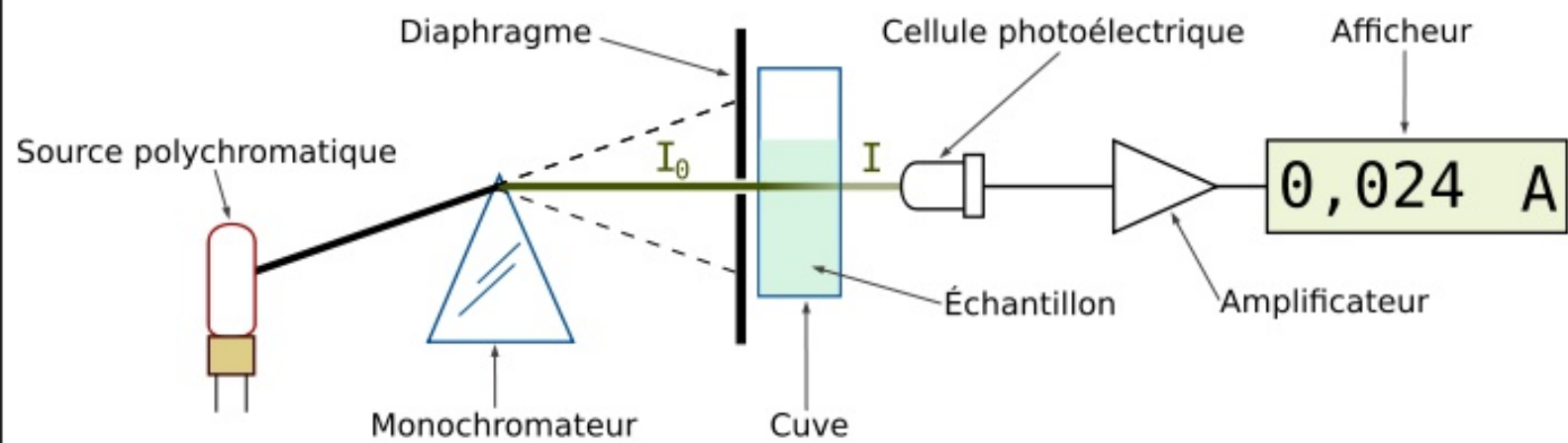


➤ Spectroscopie UV-Visible

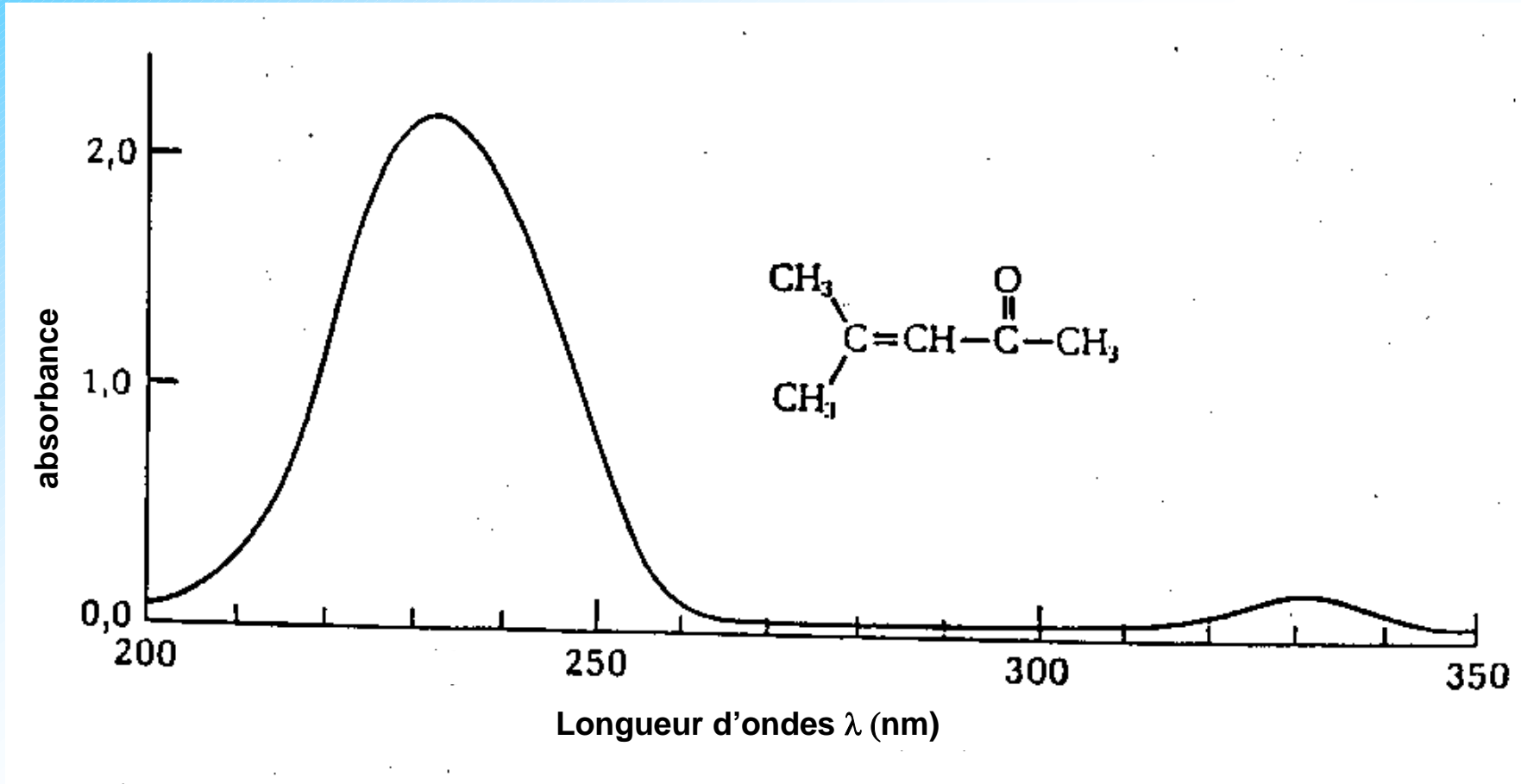
- Domaine de l'U.V. : 100 à 350 nm
- Domaine du Visible : 350 à 800 nm

Transitions électroniques





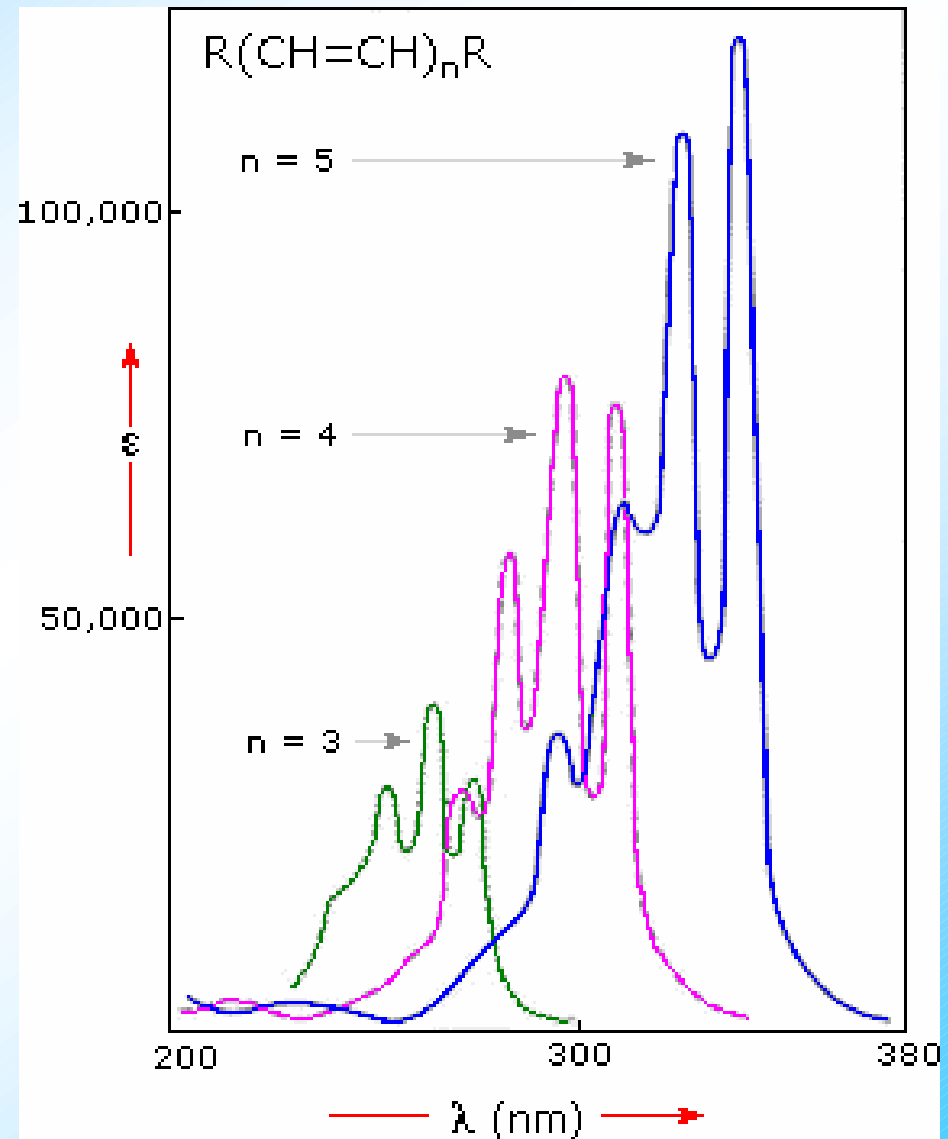
➤ Spectroscopie UV-Visible



Loi de Beer-Lambert d.o. = $\epsilon \cdot l \cdot c$.

➤ Spectroscopie UV-Visible

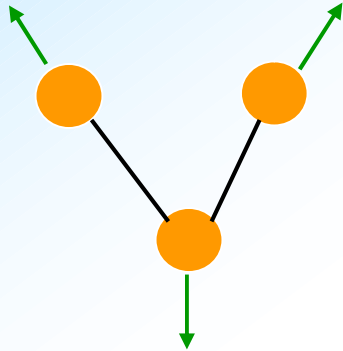
Influence du nombre de doubles liaisons sur le déplacement des bandes d'adsorption



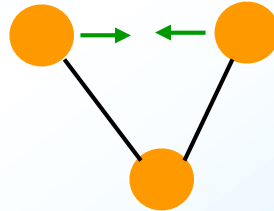
➤ Spectroscopie Infra-Rouge

- Domaine de l'I.R. : 1 à 300 μm
- Domaine de l'IR utilisé : 2 à 15 μm

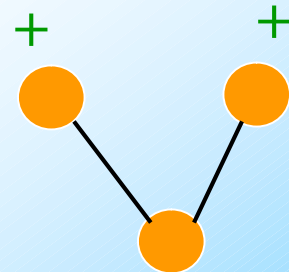
Vibrations des liaisons



Vibrations
d'élongation

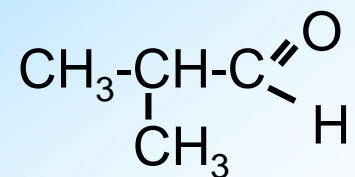


Vibrations de déformation
dans le plan

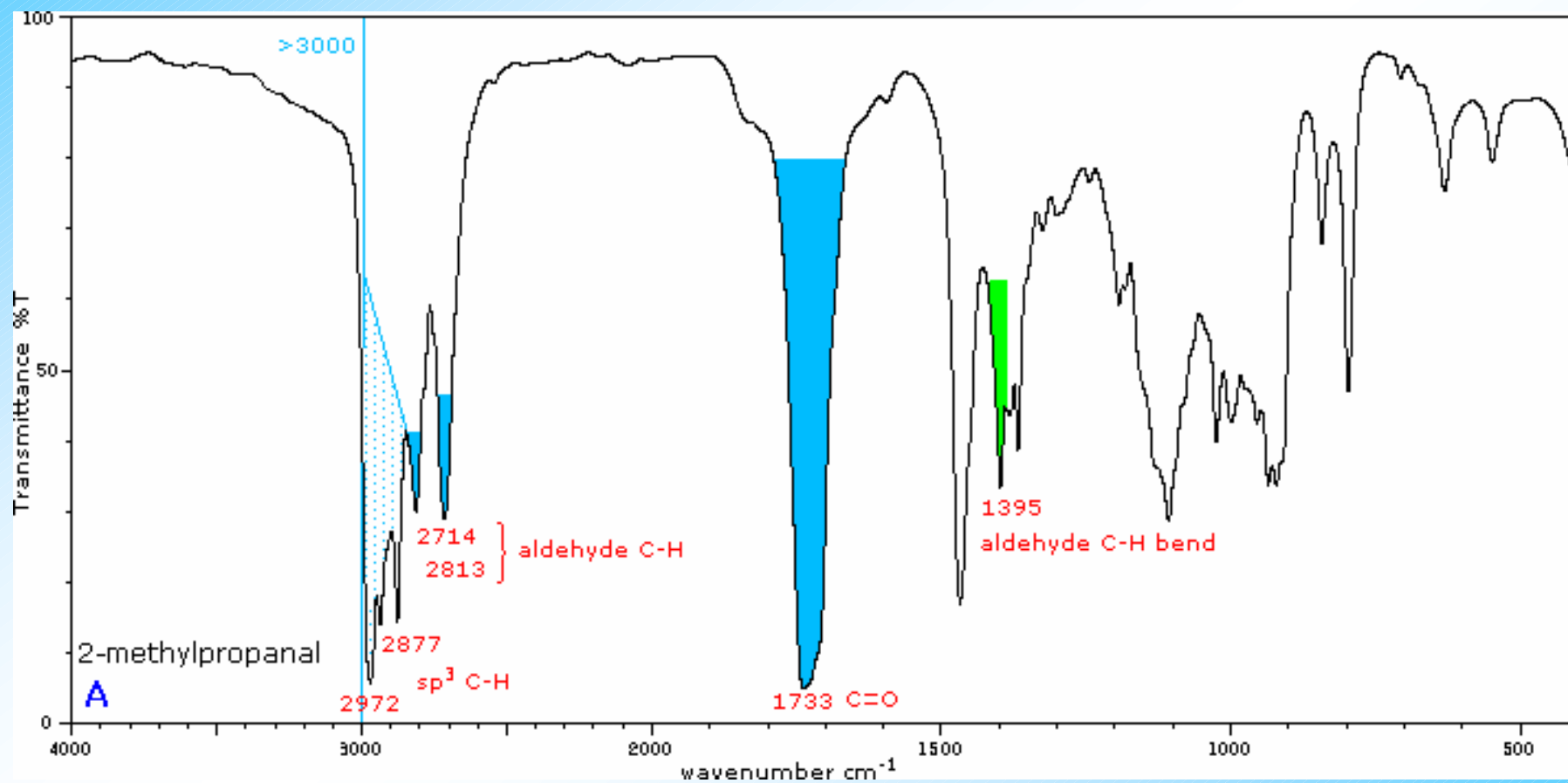


Vibrations de déformation
hors du plan

2-méthylpropanal



(C₄H₈O)



2-méthyl-2-propen-1-ol

