

# LC10 : S parations, purifications, contr les de puret 

**Pr requis :**

**Niveau :** Lyc e

- 
- Chromatographie sur couche mince
- 
- 

## Bibliographie :

 *Physique exp rimentale–optique, m canique 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 mati res

<b>1</b>	<b>Techniques de s�paration des produits</b>	<b>2</b>
1.1	Extraction liquide-liquide . . . . .	2
1.2	S�paration solide-liquide . . . . .	3
<b>2</b>	<b>Contr�les de puret�</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 : �vaporateur rotatif . . . . .	4
<b>4</b>	<b>Id�es de manipulations :</b>	<b>5</b>
4.1	R�action de Cannizzaro . . . . .	5
<b>5</b>	<b>Compl�ments et programme</b>	<b>6</b>

## Introduction

En chimie organique, certaines synth ses se font dans des solvants, certaines donnent plusieurs produits, elles peuvent faire intervenir des r actions  quilibr es qui laissent des r actifs dans le milieu ... En g n ral, on vise un produit que l'on veut isoler du m lange (appel  brut r actionnel)   la fin de la synth se, et on veut qu'il soit pur. Lorsqu'un industriel r pond   une commande il ne doit retourner que le produit pur d sir .

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

On peut former l'acide benzo que avec la r action de Cannizzaro.

Diapo : Equation de la r action de Cannizzaro

On consid re que la r action est faite et on veut r cup rer l'acide benzo que du brut r actionnel.

On partira donc du brut r actionnel et il faudra isoler l'acide de l'autre produit et du potentiel r sidu de r actif. Il faut ensuite s'assurer que l'on donne vraiment de l'acide benzo que au client, qui ne serait pas content de manger autre chose...

## Proposition de plan :

### 1 Techniques de s paration des produits

Regardons ensemble diverses techniques d'extraction :

#### 1.1 Extraction liquide-liquide

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

Cela marche   condition que :

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

Dans le cas de la synth se de Cannizzaro, la phase aqueuse se trouve en-dessous car la densit  du di thyl ther est 0.714.

Diapo : Montrer le brut r actionnel et expliquer qui on veut extraire

**Manip : R cup ration 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 r alis  2 extraction en pr paration, on fait la 3 me en direct. C'est une s paration parce qu'on s pare phase orga et phase aqueuse.

*Transition* : Nous voulons maintenant r cup rer le benzoate contenu dans l'eau. On va pour cela acidifier la solution, le benzoate va redevenir sous sa forme acide, il va pr cipiter. Il va falloir r aliser une s paration solide-liquide.

## 1.2 S paration solide-liquide

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

Diapo : Principe de la s paration

Ici nous voulons r cup rer le solide, on r alise ce qu'on appelle un essorage, gr ce   un filtre.

**Manip : On filtre l'acide benzoique acidifi , on le d pose sur une plaque poreuse pour qu'il s che.**

Attention, le fait d'acidifier est propre   cette exp rience. On parle d'**essorage** quand on veut r cup rer le solide et le **filtrage** (**NON!!!!!! FILTRATION**) quand on veut r cup rer le filtrat. Ces termes ne sont pas exigibles au lyc e.

*Transition* : A priori, on bien r cup r  le produit command . Mais en sommes nous s rs ? Il faut v rifier la puret  de notre produit !

## 2 Contr les de puret 

### 2.1 Chromatographie sur couche mince

☆ La chromatographie est une m thode de **s paration** dont dispose le chimiste pour **isoler un composant**, **purifier** un produit brut de synth se ou pour **analyser** un m lange.

La CCM est une technique qui repose sur la diff rence d'affinit  des substances   analyser vis   vis d'une phase stationnaire et d'une phase mobile.

En g n ral lors d'une synth se chimique, il est possible de r aliser une chromatographie sur couche mince. C'est un principe que vous connaissez d j , regardons le ensemble sur diapo. (En pr requis : ils pourraient l'avoir d j  vu en seconde pour identifier des esp ces chimiques).

Diapo : Principe de la CCM

Si on veut la faire : ac tate d' tyle/cyclohexane 4/6 pour l' luant

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

### 2.2 Mesure du point de fusion

☆ La valeur de la temp rature de fusion d'un solide est tabul e. Si ce solide ne fond pas   la temp rature indiqu e, c'est donc qu'il n'est pas pur. Il peut renfermer des impuret s (r actifs) ou bien avoir des traces de solvant (eau). Pour mesurer sa temp rature de fusion on utilise un banc Kofler.

**Manip : On mesure la temp rature de fusion du produit filtr  ( tuve 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 manips (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 Id  es de manipulations :

### 4.1 R  action de Cannizzaro

**Objectif :**

Produits	Mat��riel
Alcool benzilique	Montage �� reflux
Acide benzo��ique	Agitation magn��tique
Solution d'acide chlorhydrique 1M	Filtration (buchner)
Ether di��thylique	Extraction liquide liquide (100 mL)
Hydroxyde de potassium	Plaque poreuse
Benzald��hyde	Chromatographie sur couche mince
Cyclohexane	Banc kofler

**En pr  paration :**

-    A la fin du reflux, apr  s avoir homog  nis   on en met la moiti   de c  t   pour pouvoir filtrer en direct. SI CCM on dilue le solide avec de l'ac  tate d'  thyle.

**En direct :**

-    Lavage    l'eau
-    Filtration B  chner de l'acide benzo  ique
-    Temp  rature de fusion

## 5 Compl ments et programme

Synth�ses chimiques	
<p>Cette partie aborde les principales techniques de synth�se, de <b>s�paration</b> et de purification, avec les contr�les de puret� associ�s. Les r�actions de la chimie organique mises en jeu sont suppos�es totales et sont class�es par type. La notion de r�actif limitant est r�investie pour d�terminer le rendement d'une synth�se � partir des masses ou des volumes de r�actifs. La notion d'hydrog�ne labile est introduite en lien avec la notion de couple acide-base vue dans l'enseignement de sp�cialit� de physique-chimie et math�matiques.</p>	
Notions et contenus	Capacit�s exigibles
Synth�se d'un compos� organique.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Choisir le mat�riel adapt� pour pr�lever les r�actifs n�cessaires � un protocole de synth�se donn�.</li> <li>- Justifier l'utilisation d'un montage � reflux et d'une ampoule de coul�e.</li> </ul> <p><b>Capacit�s exp�rimentales :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Pr�lever les r�actifs pour une synth�se.</li> <li>▪ R�aliser un montage � reflux ; utiliser une ampoule de coul�e.</li> </ul>

  Minist re de l' ducation nationale et de la Jeunesse > [www.education.gouv.fr](http://www.education.gouv.fr)

### Sciences physiques et chimiques en laboratoire de premi re STL

**BO** LE BULLETIN  
OFFICIEL  
DE L' DUCATION  
NATIONALE

Extraction, <b>s�paration</b> et purification.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Justifier le choix d'un solvant, pour extraire une esp�ce chimique d'un m�lange r�actionnel, � l'aide de donn�es tabul�es.</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 utilis�.</li> </ul> <p><b>Capacit�s exp�rimentales :</b> r�aliser une distillation simple, une recristallisation, une filtration, une filtration sous vide, une extraction par solvant, un s�chage.</p>
Contr�les de puret�, 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 puret� d'un produit � l'aide d'une observation (CCM).</li> </ul> <p><b>Capacit�s exp�rimentales :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Effectuer une CCM et interpr�ter les chromatogrammes obtenus.</li> <li>▪ Mesurer une temp�rature de fusion.</li> </ul>
Rendement.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- D�terminer le r�actif limitant d'une synth�se pour calculer le rendement en produit purifi� en utilisant �ventuellement un tableau d'avancement.</li> </ul>

FIGURE 1 – Programme de premi re STL