

## Séparations, purifications, contrôles de pureté

Niveau : lycée (Première STL-SPCL)

Prérequis : nomenclature, réactions acido-basiques, rendement, température de fusion, solubilité, CCM

Biblio : Hachette Physique-Chimie 1<sup>ère</sup> STL et Terminale, Techniques expérimentales, Blanchard

Expériences : réaction de Cannizzaro et traitements

Intro : en chimie on fait des synthèses mais les réactions ne sont jamais parfaites, on doit extraire ce qui nous intéresse, contrôler que c'est bien ce qui nous intéresse et rien d'autre, éventuellement purifier. Ici on s'intéresse au benzaldéhyde **slide**. Fonction aldéhyde, utilisation comme arôme ou en parfumerie, présence dans de nombreux fruits, odeur d'amande. Sa réaction (Cannizzaro) avec la potasse donne deux produits intéressants, l'acide benzoïque, solide utilisé comme additif alimentaire ainsi que l'alcool benzyllique, notamment utilisé comme solvant. A l'issue de la synthèse on obtient le contenu d'un ballon, comment obtenir ces produits ?

### I – Séparation

#### 1) Séparation liquide-liquide

On fait une **décantation**. On verse le contenu du ballon dans ampoule et on ajoute de l'éther diéthylique. On se base sur deux notions, la densité et la solubilité : la base conjuguée de l'acide benzoïque est très soluble dans l'eau et très peu dans l'éther, pour l'alcool benzyllique c'est le contraire, l'éther et l'eau sont non miscibles et de densités différentes. Décantation et séparation, la phase aqueuse est constituée d'eau et d'ions benzoate, la phase organique est constituée d'éther, d'alcool benzyllique et de traces d'eau.

#### 2) Traitement des deux phases

On va donc éliminer l'eau par **séchage** puis l'éther très volatil par évaporation en utilisant un **évaporateur rotatif** (mais avant ça on peut faire des lavages pour se débarrasser de possibles ions benzoate), on ne réalise pas l'étape ici **slide**. Pour la phase aqueuse d'après la solubilité l'acide benzoïque va précipiter au moment de l'acidification du milieu  $C_6H_5COO^-(aq) + H_3O^+(aq) = C_6H_5COOH(s) + H_2O(l)$ . On doit alors faire une séparation entre un liquide et un solide, on vérifie le pH, puis **Büchner** et étuve. Bilan techniques expérimentales de séparation **slide**. Une fois la séparation effectuée on veut s'assurer qu'on a bien les produits qu'on voulait, et seulement eux.

### II – Identification et contrôle de pureté

#### 1) Chromatographie sur couche mince

On a déjà rencontré le principe : on observe la migration sur une plaque pour repérer le composé d'intérêt. Eluant cyclohexane 75, acétate d'éthyle 25, alcool expérimental vs commercial, acide expérimental (dans acétone) vs commercial, rapports frontaux. On conclut qu'on a bien séparé et qu'il n'y a pas de traces de l'un dans l'autre. Ce n'est pas proprement un contrôle de pureté.

#### 2) Mesure d'une température de fusion

Pureté de l'acide benzoïque sur banc Kofler, pour un liquide on a aussi la réfractométrie **slide**. Si le contrôle de pureté indique que le produit n'est pas pur, on peut améliorer la pureté.

### III – Purification

#### 1) Purification des solides

Un produit solide, comme l'acide benzoïque, peut contenir des impuretés qu'il aurait renfermé en cristallisant **slide**. Différence de solubilités du produit d'intérêt et des impuretés à chaud et à froid (les impuretés sont solubles à chaud et à froid), description mais on ne la fait probablement pas car c'est long.

#### 2) Purification des liquides

Distillation simple ou fractionnée **slide**. Différence de températures d'ébullition, si c'est plus bas pour le produit, on le récupère comme distillat après évaporation.

Conclusion : **slide**. Via différentes techniques, on a séparé et obtenu deux produits purs au regard des critères théoriques étudiés, application séparation mélanges racémiques par exemple.

Questions : dégazage, filtration Büchner vs classique, phases indistingables, séparation d'énantiomères, autre chromatographie, Cannizzaro, degrés d'oxydation, éluant, spectro, densité.