

LC10 : Séparations, purifications, contrôles de pureté

Louis Heitz et Vincent Brémaud

Sommaire

Extrait du bulletin officiel	3
Bibliographie	3
Introduction	4
I Séparation	4
I.1 Séparation liquide-liquide	4
I.2 Séparation liquide-solide	4
II Contrôle de pureté	5
II.1 Point de fusion	5
II.2 CCM	5
III Purification	5
III.1 Recristallisation	5
III.2 Distillation	5
Conclusion	6
A Commentaires et questions	6
B Liste matériel	6

Le code couleur utilisé dans ce document est le suivant :

- → Pour des éléments de correction / des questions posées par le correcteur
- Pour les renvois vers la bibliographie
- Pour des remarques diverses des auteurs
- ⚠ Pour des points particulièrement délicats, des erreurs à ne pas commettre
- Pour des liens cliquables
- ✂ Pour les manipulations

Extrait du bulletin officiel

Extraction, séparation et purification.	<ul style="list-style-type: none"> - Justifier le choix d'un solvant, pour extraire une espèce chimique d'un mélange réactionnel, à l'aide de données tabulées.
Distillation simple et recristallisation.	<ul style="list-style-type: none"> - Expliquer le principe d'une distillation simple. - Expliquer le principe d'une recristallisation en justifiant le choix du solvant utilisé. <p>Capacités expérimentales : réaliser une distillation simple, une recristallisation, une filtration, une filtration sous vide, une extraction par solvant, un séchage.</p>
Contrôles de pureté, chromatographie sur couche mince (CCM).	<ul style="list-style-type: none"> - Expliquer le principe de la chromatographie sur couche mince. - Commenter la pureté d'un produit à l'aide d'une observation (CCM). <p>Capacités expérimentales :</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Effectuer une CCM et interpréter les chromatogrammes obtenus. ▪ Mesurer une température de fusion.
Rendement.	<ul style="list-style-type: none"> - Déterminer le réactif limitant d'une synthèse pour calculer le rendement en produit purifié en utilisant éventuellement un tableau d'avancement.

Extrait programme première STL

Bibliographie

Introduction

Niveau : Lycée

PR :

Une fois qu'on a fini toutes les réactions on obtient le brut réactionnel. Il s'agit alors de l'isoler, d'enlever les impuretés et de contrôler ce qu'on a produit. Quelles sont les techniques dans la besace du chimiste pour faire tout cela ? On va s'appuyer sur la réaction de Cannizzaro où on synthétise de l'acide benzoïque, conservateur alimentaire.

Livre rose PC*

I Séparation

A la fin de la réaction il faut utiliser une technique adaptée à l'état physique des espèces à séparer.

I.1 Séparation liquide-liquide

On utilise le fait que le composé d'intérêt est plus soluble dans un solvant que dans un autre. On réalise alors une séparation liquide-liquide en conservant la phase dans laquelle le composé est le plus soluble

⚠ **diapo séparation**

Dans le cas présent, à la fin de la réaction, il faut séparer l'acide benzoïque du solvant et des autres espèces chimiques présentes. ⚠ **Diapo ce qu'on a** . Comment faire ? Comment appliquer ce qu'on vient de voir ?

On utilise le fait que l'ion benzoate est plus soluble en phase aqueuse qu'en phase organique contrairement à l'acool benzylique. On ajoute donc de l'éther diéthylique et on décante. ⚠ **diapo**
Différente séparation/extraction. Pour extraction on fait passer d'un solvant à un autre. La séparation consiste à récupérer le composé d'intérêt aussi pur que possible. Ici c'est séparation

I.2 Séparation liquide-solide

Lorsqu'un solide est pas (peu) soluble dans un solvant on peut réaliser un essorage/une filtration : on sépare le solide du liquide. Essorage si on récupère le solide, filtration si on récupère le liquide.

⚠ **Diapo Büchner** Pour récupérer l'acide benzoïque il faut acidifier le milieu. Il se forme alors un précipité blanc que l'on peut essorer.

Transition : On pense avoir récupéré de l'acide benzoïque, comment s'en assurer ?

II Contrôle de pureté

II.1 Point de fusion

Lorsque le composé d'intérêt est un solide, une technique rapide pour s'assurer de sa pureté est sa température de fusion, prise avec un banc Köfler. Si différent de la température tabulée, il reste d'autres composés dans le solide.

Quand on prend le point, discuter du banc Köfler avec étalonnage etc ✕ **Prise de point de fusion**
Si température supérieure, reste solvant. Si inférieure, impuretés (binaire) Si jamais la température de fusion n'est pas bonne, comment savoir ce qu'il y a dans le solide ? Ou si c'est un liquide ?

II.2 CCM

On a déjà vu la CCM, pas dans le cadre de la synthèse. En synthèse organique, pour savoir ce qu'il y a dans le composé on place sur la ligne de dépôt les réactifs, le produit obtenu et le produit pur (commercial).

Deux cas se présentent

1. Le produit ne présente qu'une tache, de même rapport frontal que le produit commercial : le produit est pur
2. Le produit présente plusieurs taches, dont certaines de même rapport frontal que les réactifs : le produit est impur

⚠ **Diapo CCM Transition** : Il s'agit alors d'éliminer les impuretés

III Purification

A nouveau, la technique employée dépendra de l'état physique du composé obtenu

III.1 Recristallisation

Dans le cas où le composé est un solide, on privilégiera la recristallisation.

⚠ **Diapo principe et montage**

⚠ **Diapo recri manip**

III.2 Distillation

Si le composé est liquide et qu'il y a des impuretés liquides il s'agit alors d'effectuer une distillation fractionnée, les liquides étant miscibles.

⚠ **Diapo distillation fractionnée**

Conclusion

⚠ **Diapo récapitulative**

A Commentaires et questions

B Liste matériel

✂ **Manips :**

- Cannizarro : pour décantation si le précipité se forme, rajouter de la base pour éliminer l'acide benzoïque formé.