

## LC05 : SÉPARATION, PURIFICATION, CONTRÔLE DE PURETÉ (LYCÉE)

### Prérequis

- bases de chimie organique
- solubilité
- montage à reflux

### Idées directrices à faire passer

- après une synthèse, il y a du travail avant d'obtenir un produit pur !
- le contrôle de pureté est une étape cruciale avant la commercialisation

### Bibliographie

- [1] Physique-chimie TS, Hachette (pour se caler sur le programme officiel)
- [2] 40 expériences illustrées de chimie générale et organique, Grüber, De Boeck (absolument central pour la leçon !)
- [3] Chimie PC, Grecias, Tec & Doc
- [4] Florilège de chimie pratique, Daumarie, Hermann

**Il faut faire la synthèse en préparation** : on fait la synthèse de la tétraphénylcyclopentadiénone : facile, rapide et peu couteuse, elle permet d'illustrer toutes les étapes de traitement d'une phase solide. **Suivre le protocole proposé dans le Grüber manipulation 30**

**Introduction** : introduire ce que l'on va voir dans la leçon : toutes les étapes après la réaction de synthèse pour arriver à un produit pur !

## I Séparation et purification du produit de synthèse

Le produit obtenu lors de la réaction est sous forme de cristaux. Il faut maintenant les séparer de la phase liquide et les purifier. C'est l'objet de la partie I.

### 1 Essorage et lavage des cristaux [1] et [2]

- fiche 17 du Grüber
- présenter le problème
- présenter la technique d'essorage et de lavage (entraîner les produits solubles à froid dans le solvant de lavage)
- conserver dans la fiole 1 une goutte du contenu du becher avant essorage
- effectuer sur notre produit
- garder dans la fiole 2 un petit cristal

### 2 Recristallisation [2]

- fiche 18 du Grüber
- présenter la technique (s'aider de la fiche technique du Grüber)
- effectuer sur notre échantillon
- garder dans la fiole 3 le produit obtenu

## II Contrôle de pureté

### 1 Chromatographie sur couche mince [2] et [3]

- fiche 15 du Grüber
- présenter la méthode (principe, donner le vocabulaire, éluant utilisé ici)
- effectuer dans notre cas (il faut avoir lancé la manipulation auparavant), et commenter le résultat en terme de pureté

## 2 Spectroscopie UV-visible [2] et [3]

- fiche 5 du Grüber
- présenter la technique
- repérer deux pics caractéristiques à 340 et 510 nm et montrer qu'ils se retrouvent sur notre produit de synthèse et sur le produit commercial

## III Techniques de séparation et de purification des liquides

### 1 Séparation : extraction liquide-liquide [1] et [4]

- fiche 16 du Grüber
- manipulation V.3 du Daumarie
- on utilise un indicateur coloré A/B
- permet alors d'avoir toujours des phases colorées
- on explique le principe de migration avec une modification de l'affinité solvant/soluté (ici qui varie avec le pH)

### 2 Purification : distillation [1] et [2]

- fiche 22 du Grüber
- expliquer le principe sans rentrer dans les détails (rester niveau lycée)
- présenter le montage de verrerie réel mais ne pas faire la manipulation

### Conclusion

- bilan : revenir sur l'importance de ces étapes une fois la synthèse effectuée : on veut un produit pur et avoir les moyens de s'en assurer !
- ouverture : d'autres techniques d'analyse chimique : parler de spectro RMN et IR

### Q/R

1. Préciser le processus réactionnel conduisant au produit.
2. Intérêt d'une ampoule de coulée.
3. Citer d'autres techniques de caractérisation.
4. Quel est le principe d'un évaporateur rotatif ?
5. Intérêt d'une colonne de distillation.
6. La solubilité augmente-elle toujours avec la température ?
7. Comment marche un réfractomètre ?
8. Comment utiliser un banc Koffler dans de bonnes conditions ?
9. Quel est l'intérêt de faire un codépôt en CCM ?