

LC 1 Titre : Séparations, purifications, contrôles de pureté

Présentée par : Alfred Hammond

Correcteur : Hugo Bessone

Date : 10 / 10 / 19

Compte-rendu de leçon de chimie correcteur

Rappels de définitions, concepts à aborder lors de la leçon :

On trouve notamment cette leçon dans le BO de 1^{ère} STL :

Séparation et purification Techniques : Distillation Recristallisation Filtration sous vide Chromatographie : couche mince (CCM) et colonne. Contrôle de pureté.	<ul style="list-style-type: none">- Réaliser une distillation simple, une distillation fractionnée, une recristallisation, une filtration, une filtration sous vide, une chromatographie.- Comparer les influences de la nature de la phase fixe et de la phase mobile sur la séparation des espèces chimiques.- Mesurer une température de fusion, un indice de réfraction.- Argumenter sur la pureté d'un produit à l'aide d'une observation, d'une série de mesures, d'une confrontation entre une mesure et une valeur tabulée.
---	--

Et également quelques notes dans le BO de T^{ale} STL :

« Synthèses chimiques

En classe de **première**, [...]. La problématique des rendements de synthèse et de la qualité produits obtenus amène à étudier les principales techniques de séparation et de contrôle de pureté. [...]

En classe **terminale**, [...]. Les techniques de séparation et de purification portent sur les extractions (extraction par solvant et précipitation sélective) [...]. »

La problématique qui a été choisie est l'importance de la pureté des produits pour le contrôle de l'impact sur la santé et l'environnement.

Cette leçon insite beaucoup sur les techniques expérimentales et sur certaines notions qu'il faut définir rigoureusement. Il faut notamment bien distinguer *identification* de *contrôle de pureté* (comparaison ou non à une valeur tabulée par exemple), ou encore *séparation* de *purification* (selon la quantité des éléments différents du produit), ou *extraction* et *lavage* (selon les compositions des phases).

Les diapositives de présentation des différents montages et du matériel étaient parfaitement pertinentes.

Techniques d'intérêt : filtration, essorage, ampoule à décanter, recristallisation, distillation, température de fusion, réfractométrie, CCM, spectroscopie...

Avis sur le plan proposé, choix des exemples et des expériences :

Plan proposé :

I. Séparations

1) *Extraction liquide / liquide*

→ Ampoule à décanter

2) *Extraction d'un solide*

→ Essorage

II. Contrôles de pureté

1) *Mesure de la température de fusion d'un solide*

→ Banc Kofler

2) *Indice de réfraction d'un liquide*

3) *Chromatographie sur Couche Mince*

III. Purifications

1) *Purification d'un solide*

→ Recristallisation

2) *Distillation*

Le plan proposé convient tout à fait à la leçon, et les expériences (Cannizzaro et CCM) également.

D'autres phases auraient pu être choisies pour illustrer les différentes méthodes, la CCM notamment aurait été intéressante à réaliser devant le jury.

L'ordre entre les parties II et III est judicieusement choisi, en effet une purification doit toujours être raisonnée, et donc suivre un contrôle de pureté s'avérant négatif.

Remarques sur des points spécifiques de la leçon :

Cette leçon est très portée sur les méthodes, il faut donc particulièrement maîtriser les gestes expérimentaux ici et également les principes de fonctionnement des différents appareils.

Certaines méthodes peuvent avoir plusieurs utilités (la distillation par exemple peut servir de méthode de purification ou de séparation) il faut donc être clair dans le discours selon la partie où ces méthodes sont présentées.

Le tableau récapitulatif en fin de leçon est tout à fait pertinent, attention néanmoins à ne pas oublier d'étape, après une purification il faut à nouveau procéder à un contrôle de pureté pour confirmer l'efficacité de la méthode.

On ne peut pas parler de rendement pour un produit qui n'est pas pur !

Discussion sur les manipulations présentées au cours du montage (objectifs de l'expérience, phases de manipulations intéressantes, difficultés théoriques et techniques) :

Expérience : Réaction de Cannizzaro

Dans cette réaction un produit liquide et un produit solide sont obtenus, avec des phases de traitement variées, ce qui en fait effectivement un excellent fil conducteur pour cette leçon.

Ici c'est le choix des phases de manipulation qui est important.

Autour des valeurs de la République et des thématiques relevant de la laïcité et de la citoyenneté :

Question posée :

Vous êtes professeur en Lycée et un élève vous envoie un mot doux, comment réagissez-vous ?

Eléments de réponse :

- Ne pas gérer la situation seul, mettre quelqu'un d'autre dans la boucle ;
- Ne pas répondre à des mails par exemple ;
- Rester neutre en classe.

Propositions de manipulations - Bibliographie :

- *Techniques expérimentales en chimie*, Bernard & al. : fiches sur les différentes techniques.

Toute manipulation de chimie organique présentant des phases de traitement pertinentes dans le thème de la leçon est envisageable. Il est intéressant également de varier les états physiques des produits.

- *Synthèse du paracétamol*, Mesplède orga ;
- *Oxydation de l'alcool benzylique par l'eau de Javel*, Nathan T^{ale}S ;
- *Synthèse de l'aspirine* ;
- *Synthèse de l'acétate d'isoamyle*.

LC 01 Titre : Séparation, purification, contrôle de pureté

Présentée par : Alfred Hammond

Correcteur : Hugo Bessone

date : 10/10/2019

Compte rendu leçon élève

Bibliographie de la leçon :			
Titre	Auteurs	Editeur (année)	ISBN
Physique-Chimie TS		Sirius	
Techniques expérimentales en chimie	ASB	DUNOD	
Chimie organique expérimentale, p 301, Réaction de Cannizzaro)	M. Blanchard-Desce Hermann		
Chimie tout en un PCSI, PC		DUNOD	

Plan détaillé
<p><u>-Niveau choisi pour la leçon : Lycée</u></p> <p><u>-Prérequis :</u></p> <ul style="list-style-type: none">• solvant, soluté• température de changement d'état de corps purs• représentation topologique <p>Plan suivi :</p> <p>Introduction : (1min42)</p> <p>L'enjeu de cette leçon est de présenter des méthodes expérimentales en chimie organique. En effet, il faut, à l'issue d'une synthèse, se demander que faire du brut réactionnel pour obtenir le produit désiré pur ? Quelles techniques faut-il donc employer selon la nature liquide ou solide du produit ?</p> <p>La réaction support de la leçon est la réaction de Cannizzaro (à retrouver sur la slide)</p> <p>-l'acide benzoïque est solide</p> <p>-l'alcool benzylique est liquide</p>

I) Séparation (9min50)

A) Extraction liquide-liquide

Extraction liquide-liquide principe : faire passer l'alcool benzylique du solvant eau vers un solvant d'extraction en les mettant en contact dans une ampoule à décanter
slide : ampoule à décanter

Propriété du solvant éther diéthylique :

- non miscible avec l'eau
- densités différentes
- solubilise mieux l'alcool benzylique

Manipulation : phase de manipulation sur l'ampoule à décanter : séparer les deux phases dans deux erlen meyer différents.(slide)

Lavage : Eliminer les impuretés solubles dans l'eau

Séchage : agent desséchant (MgSO_4) anhydre → "pulvérulent"

Evaporation du solvant slide : évaporateur rotatif

B) Extraction d'un solide

Essorage, lavage principe : essorer et laver les cristaux d'acide benzoïque sur un filtre Büchner.(slide : schéma filtre Büchner)

Manipulation : Filtration du solide sous Büchner

Etuage : éliminer les traces d'eau dans les cristaux

II) Tests de pureté (9min)

A) Mesure de la température de fusion d'un solide

principe : comparer la température de fusion des cristaux d'acide benzoïque avec une valeur tabulée. (banc Kofler)(slide : principe du banc Kofler)

Manipulation : mesure de la température de fusion de l'acide benzoïque fait en préparation

B) Mesure de l'indice de réfraction d'un liquide

principe : comparer l'indice de réfraction de l'alcool benzylique) à une valeur tabulée (réfractomètre d'Abbe) (slide pour expliquer le fonctionnement)

C) La Chromatographie sur Couche Mince (CCM)

principe : séparer des corps purs par migration d'un éluant sur une phase stationnaire par capillarité. L'éluant entraîne avec lui les espèces les plus solubles. → Eluant = cyclo-hexane + acetone

- préparation de la plaque
- préparation de la cuve
- déposition des espèces à migrer
- insertion de la plaque dans la cuve
- élution
- révélation
- interprétation quantitative avec mesure des rapports frontaux

III) Purification

A) La recristallisation (4min18)

principe : solubiliser à chaud l'acide benzoïque dans le minimum de solvant de recristallisation (eau). Lorsque le mélange refroidit, l'acide benzoïque devient de moins en moins soluble et précipite tandis que les impuretés restent en solution. (slide : montage de recristallisation)

Manipulation : procéder à la recristallisation qui a été lancée en début de leçon et constater la cristallisation des cristaux d'acide benzoïque.

Essorage, étuvage : explication à l'oral du principe

B) La distillation (2min15)

Principe : Utiliser la différence de température d'ébullition entre l'alcool benzylique (205°C) et les impuretés (par exemple benzaldéhyde 179°C). Les vapeurs contiennent principalement le composé le plus volatil. elles se condensent dans le réfrigérant droit et finissent dans le distillat. On a ainsi éliminé les impuretés du mélange à distiller. (slide : montage de distillation)

C) Rendement (1min30)

Rendement : Rapport de la quantité de matière de produit pur sur la quantité de matière maximale donnée par l'avancement maximal de la réaction.

(slide : tableau d'avancement.)

Calculer le rendement pour l'acide benzoïque et l'alcool benzylique

Conclusion : (durée de la leçon : 36min)

(tableau récap)

Les techniques expérimentales présentées dans cette leçon sont résumées dans ce tableau. Le traitement d'un brut réactionnel commence par des étapes de séparation, viennent ensuite les contrôles de pureté, suivis si nécessaire, d'une étape additionnelle de purification. Il ne faut évidemment pas oublier de calculer le rendement de la transformation. Sachez aussi qu'il existe d'autres méthodes de séparations des produits mais que l'on ne rencontrera pas dans un laboratoire de lycée : par exemple, la chromatographie sur colonne. Enfin, une fois un produit purifié, il faut encore l'identifier : par exemple avec le tracé de spectres d'absorption IR.

Questions posées

Questions :

1) Pourquoi l'alcool benzylique est plus soluble dans l'éther diéthylique que dans l'eau.

L'alcool benzylique contient un cycle apolaire, aprotique qui ne peut établir des liaisons hydrogènes avec l'eau.

2) Sur la bouteille de l'éther diéthylique il y a écrit stabilized by BHT ca veut dire quoi ? C'est inquiétant ?

C'est pour éviter que l'éther diéthylique se transforme en un peroxyde avec l'air.

3) Pourquoi avoir choisi la réaction de Cannizzaro ?

Pour avoir un produit solide et un produit liquide afin d'illustrer plusieurs techniques expérimentales.

4) Différence entre une séparation et une purification ?

On fait une séparation pour isoler un produit de milieu réactionnel, alors que la purification aura pour objectif d'extraire les impuretés.

5) Comment savoir s'il n'y a que des produits dans le ballon ?

Il faudrait effectuer un suivi CCM

6) Au bout de combien de temps on arrête la manip ?

On effectue des CCM à répétition jusqu'à temps qu'elles indiquent qu'ils n'y a plus de réactifs

7) Le schéma sur l'ampoule à décanter montre la phase aqueuse est en dessous. Pourquoi ? Et vous avez des exemples de solvants plus dense que l'eau ?

Il faut raisonner en terme de densité : la densité de l'eau est supérieure à celle de l'éther diéthylique. Solvant moins dense que l'eau : le dichlorométhane, le chloroforme, mais on s'en sert pas en lycée.

8) Est-ce qu'il y a toujours un dégagement gazeux lors de la phase de dégazage (ampoule à décanter)

Oui il y a une enthalpie de mélange

9) Vous avez mis des gants, pourquoi ?

Je manipulais un solvant organique nocif et après j'aurais manipulé l'acide chlorhydrique à 30%

10) Vous connaissez d'autres agents déséchant ?

Celui utilisé était le Sulfate de magnésium anhydre. Il y a aussi le sulfate de sodium anhydre. Sulfate de sodium anhydre : c'est un acide de Lewis qui réagit avec les bases de Lewis (les amines par exemple) et forme des complexes de magnésium. On utilise alors dans ce cas le sulfate de sodium.

11) Vous nous avez montré un évaporateur rotatif, expliquez-nous le principe de l'appareil ? Pourquoi on réduit la pression ?

Rappel : L'évaporateur rotatif permet de faciliter l'ébullition du solvant en jouant sur deux paramètres : **la pression et la température.**

On réduit la pression interne dans le ballon afin qu'elle soit inférieure à la pression de vapeur saturante du solvant $P_{int} < P^*$: le liquide se vaporise.

OR d'après la formule de Clapeyron, $dP^*/dT > 0$ pour l'éther diéthylique ; La pression est une fonction croissante de la température. Conclusion : Le bain thermostaté permet d'augmenter T donc augmenter P^* afin que la condition $P_{int} < P^*$ soit plus rapidement, facilement réalisable ! :)

12) Souvent l'essorage et le lavage on appelle ça filtration, pourquoi ?

Essorage sous Büchner : le produit d'intérêt est le solide.

Filtration sous Büchner : le produit d'intérêt est le liquide.

13) On peut utiliser quel autre type de filtre ?

Verre fritté ; Il existe plusieurs types de porosité, cependant ils sont difficiles d'entretien.

14) Pourquoi $\pm 2^\circ\text{C}$ sur le banc Kofler ?

Il y a une graduation tous les 2 degrés ?

15) Parfois on arrive à avoir des valeurs en dessous de la température tabulée. Comment vous expliquez ça ?

$T_{\text{fusion}} < T_{\text{fusion(tab)}}$ car il reste des impuretés dans le produit synthétisé.

16) Un liquide impur a une température d'ébullition plus basse ou plus haute ?

Les impuretés augmentent la température d'ébullition d'un liquide.

17) Savez-vous quel est le nom du phénomène $T_{\text{fusion}} < T_{\text{fusion}}(\text{tab})$?

Abaissement cryoscopique (c'est un critère entropique)

18) Pourquoi avez-vous hésité avant de nettoyer avec un coton ? Dans quel sens on nettoie un banc Koffler ?

Nettoyage du banc Koffler du chaud **VERS LE FROID**.

19) Comment marche un réfractomètre ?

Selon l'indice optique du liquide, un rayon incident n'est pas dévié de la même façon. En faisant le réglage, on peut donc lire l'indice de réfraction.

20) Pourquoi avoir choisi ce mélange pour l'éluant.

On regarde les interactions avec les 2 phases : l'éluant (phase mobile) et la silice (phase stationnaire)

21) Connaissez-vous d'autres méthodes de chromatographie ? Servent-elles à la même chose ?

Choma sur colonne : permet de séparer

Chroma en phase vapeur : contrôle de pureté

22) Pourquoi on dissout les liquides également avant de faire une CCM ?

Pour ne pas qu'il y ait de longues traînées de tâche sur la plaque CCM

23) Est-ce bien de prendre la plaque de CCM à la main ?

NON la silice est un composé plutôt toxique et les éluants peuvent être irritants, toxiques etc !

24) Pourquoi avoir calculé les rapports frontaux ?

Si 2 éléments ont les mêmes rapports frontaux on aura a priori les mêmes espèces. En effet, les rapports frontaux sont tabulés **pour un éluant particulier**.

25) Est-ce que la solubilité augmente toujours quand la température augmente ?

Non exemple : les ions carbonatés \rightarrow le calcaire

26) Pourquoi avoir une ampoule isobare dans une recristallisation ?

27) Peut-on enlever d'autres types d'impuretés avec une recristallisation que ce qui est soluble dans l'eau ?

Oui, on peut libérer des impuretés prisonnières dans le solide

28) La distillation : c'est de la purification, de la séparation ... tout dépend de ce que l'on veut faire.

29) Distillation fractionnée. Quelle est la différence avec la simple ?

La distillation fractionnée est composée de plusieurs distillations simples. Elle permet de **purifier un brut réactionnel ou de déplacer un équilibre**. On utilise une colonne de Vigreux au niveau de laquelle s'établit une succession d'équilibre liquide-vapeur. On récupère dans le distillat le composé le plus volatil.

30) Après la purification je passe tout de suite à l'identification ou à la pureté ?

Après la purification il faut **refaire un test de pureté** puis seulement passer à l'identification

Commentaires

Très bonne leçon. L'alternance tableau projection très bien.

Le point négatif : Aucune transition. Du coup ça faisait catalogue de méthode. Il faut donc

expliquer la raison/le but des méthodes utilisés.
Attention, pas de notes dans les mains surtout pour les définitions !!

Expérience 1 - Titre : Réaction de Cannizzaro

Référence complète : **Chimie organique expérimentale p301, M-Blanchard**

Équation chimique et but de la manip : (voir sur le livre pour la réaction) → Synthèse de l'acide benzoïque et de l'alcool benzylique.

Modification par rapport au mode opératoire décrit : Nous n'avons pas mis 4x 30mL d'éther diéthylique seulement 3x15mL

Commentaire éventuel :

- Prendre une assez grande ampoule à décanter car il faut rajouter au moins 30mL d'éther diéthylique.
- Nous avons fait deux montages à reflux afin d'en mener un jusqu'à la fin pour calculer les rendements et faire les CCM
- Le deuxième montage à reflux permet de montrer en leçon les différentes techniques expérimentales.
- Pour illustrer la recristallisation, on peut utiliser directement de l'acide benzoïque industriel pour une question de gestion du temps (surtout que c'est simplement pour illustrer une technique expérimentale)

Phase présentée au jury :

- Extraction liquide-liquide
- Filtration Büchner (acide benzoïque)
- Recristallisation
- Mesure de la température de fusion de l'acide benzoïque
- CCM avec l'alcool benzylique
- CCM avec l'acide benzoïque
- Calcul du rendement pour le liquide synthétisé et le solide synthétisé

Durée de la manip : manipulation qui a guidé toute la leçon → voir le plan pour suivre les manipulations effectuées.

Durée de la manip :

Compétence « Autour des valeurs de la République et des thématiques relevant de la laïcité et de la citoyenneté »

Question posée : Question AGIR : Vous êtes professeur en lycée et vous recevez un mot doux d'un de vos élèves. Que faites-vous ?

- 1) **Il ne faut pas être seul face à la situation** : J'en parle à la CPGE, certains collègues afin de se protéger vis-à-vis de l'élève.
- 2) **Clarifier** son rôle d'enseignant auprès de l'élève si cela recommence ou laisser couler s'il n'y a pas de représailles.

--

LC1 Titre : Séparations, purifications, contrôles de pureté

Présentée par : Camille

Correcteur : Clément Guibert

Date : 09/04/2020

Compte-rendu de leçon de chimie correcteur

Rappels de définitions, concepts à aborder lors de la leçon :

Même s'ils sont abordés dans différents programmes de lycée (voir annexes) de manière assez claire et détaillée et qu'ils sont tous au pluriel, les différents termes du titre et les concepts qui y sont liés peuvent, selon moi, être exposés à des niveaux très différents, du qualitatif au quantitatif.

Néanmoins, selon moi, dans cette leçon, il est bon de garder en tête deux façons complémentaires d'aborder les choses :

- on propose ici une étude de procédés de fin de synthèse incontournables en chimie,
- pour éviter le catalogue et mettre mieux en perspective ces différentes techniques, on a recours à la mise en place de compétences sur le lien micro/macro dans la compréhension des interactions intermoléculaires et leur application dans des procédés en chimie. *Grosso modo*, on s'appuie à chaque fois sur des différences de propriétés liées aux interactions intermoléculaires (solubilité, température de fusion, d'ébullition...) d'un produit et d'une impureté/d'un solvant, que ce soit pour le séparer, pour en mesurer la pureté ou pour le purifier.

Il est adapté de contextualiser cette leçon dans la synthèse organique en chimie fine (médicaments, en particulier) mais il est également possible de la traiter sur des exemples de traitements de minerais.

Avis sur le plan proposé, choix des exemples et des expériences :

Le plan suivait naturellement le titre, il me semble adapté et même assez difficile de faire autrement. On pourrait néanmoins, explicitement ou non, ajouter une sous-partie introductive à chaque partie, qui aiderait à poser la problématique et à faire les transitions.

Attention néanmoins à ne pas adapter ses titres de parties à leur contenu : en particulier, la CCM permet d'analyser des solides comme des liquides.

Les exemples présentés et les expériences envisagées me semblent pertinents.

Remarques sur des points spécifiques de la leçon :

Selon moi, cette leçon est un moment idéal pour sensibiliser au fait que, tant que la pureté n'a pas été évaluée, la notion de rendement n'a pas de sens.

Par ailleurs, nous avons soulevé ensemble la question de la pertinence de présenter la réfractométrie pour caractériser la pureté d'un produit. En effet, contrairement à la mesure d'une température de changement d'état où la thermodynamique nous permet de prédire la variation de la température en cas de présence d'une impureté, ça n'est, à ma connaissance, pas le cas pour la mesure de l'indice de réfraction.

On peut cependant trouver pour certains mélanges des tables donnant ces indices pour toutes proportions et de là inférer le degré de pureté par rapport à l'écart à la valeur attendue (en tenant compte de l'incertitude de mesure), mais c'est probablement moins systématique que pour la mesure de température de fusion à l'aide d'un banc Kofler, par exemple.

Si cela vous intéresse, vous trouverez quelques compléments, notamment une loi empirique d'évolution de l'indice de réfraction avec la température ici :

<http://www.chem.ucla.edu/~bacher/General/30BL/tips/refract.html>

Discussion sur les manipulations présentées au cours du montage (objectifs de l'expérience, phases de manipulations intéressantes, difficultés théoriques et techniques) :

Expérience 1 : extraction du diiode dans le cyclohexane

Remarque : dans le cadre de cette leçon, il est important de bien montrer l'utilisation de l'ampoule à décanter dans les règles de l'art.

Par ailleurs, selon le programme de STL, il est possible de traiter cette expérience quantitativement si on le souhaite, mais alors celle-ci risque de prendre beaucoup de temps.

Expérience 2 : synthèse de l'aspirine : essorage du brut, mesure de la température de fusion du produit, recristallisation de l'aspirine.

Remarque : dans l'essorage comme dans la recristallisation, il me semble important de bien commenter le rôle de la température.

Quant à la recristallisation, je vous conseille de bien en connaître le principe, en particulier le fait que, pour perdre le moins de produit possible qui resterait dissous dans le solvant froid, on introduit un volume minimal de solvant pour dissoudre le solide à température d'ébullition de solvant. Ainsi, on se place à saturation du produit lorsque sa solubilité est maximale.

Autour des valeurs de la République et des thématiques relevant de la laïcité et de la citoyenneté :

Le ministre ou le recteur vous demande de lire un texte ou de respecter une minute de silence. Des élèves ont une attitude inappropriée. Comment réagissez-vous avec ces élèves ?

Il convient au mieux d'essayer de prévenir cette situation, en annonçant à l'avance ce qui va être fait et ainsi en pouvant anticiper d'éventuelles réactions hostiles avant le moment de l'hommage. Il s'agit ensuite d'argumenter en invoquant en particulier le respect pour les victimes, et non pas pour une cause. Sinon, en cas de crise, il faut faire sortir l'élève dans le couloir pour qu'il ne perturbe pas davantage l'hommage (et s'il ne sort pas, il faut faire appel à un Assistant d'Education).

Extrait d'eduscol :

Des élèves (et leurs familles) peuvent manifester une opposition à toute évocation à l'école de ces moments dramatiques. Les personnels pourront rappeler la nécessité :

- de rassurer les élèves par rapport à des événements qui ont un impact national et les rendre ainsi plus disponibles aux apprentissages scolaires ;
- de préciser le cas échéant la neutralité de l'école ;
- de rappeler la différence entre un délit pénal (appel à la haine, antisémitisme, apologie du terrorisme) et le droit à l'expression critique, même impertinente.

Des enfants peuvent tenir des propos manifestement hostiles ou inacceptables, légitimant, par exemple, l'agression de certaines personnes victimes des attentats. La référence à la réprobation collective, nationale et internationale, à l'autorité de l'Etat pour permettre le « vivre ensemble » doit

alors être évoquée, sans entrer en discussion polémique avec les élèves concernés. Les parents sont alertés, leur attention attirée sur la gravité des propos ou des attitudes de leurs enfants. Ils sont reçus par l'enseignant, le cas échéant accompagné d'un collègue et la situation rapportée aux autorités de l'école.

[Mobilisation pour les valeurs de la République] - Discours - Najat Vallaud-Belkacem - 13/01/2015

La difficulté pour les personnels des écoles et des établissements à gérer l'émotion face à l'innommable est établie. Cette difficulté, chacun, parents, médias, institutions, l'a ressentie. Il y a eu des incidents : une centaine a été remontée par le réseau rectoral, sans doute davantage. Tous ces incidents sont inacceptables. Ils ont fait l'objet de traitements immédiats, sous forme de dialogue éducatif et/ou de sanctions.

Je veux rappeler ici la nécessaire fermeté et le nécessaire travail d'éducation face aux propos et attitudes racistes et antisémites, face à la remise en cause du principe de laïcité et des principes et valeurs de la République. L'Ecole de la République et ses fonctionnaires ne tolèrent pas l'intolérable. Ils réagissent immédiatement, avec fermeté, souci d'éducation et conformément au droit, c'est-à-dire dans le cadre des règlements intérieurs des écoles et établissements. Lorsque les faits nécessitent des sanctions, celles-ci sont proportionnées aux fautes commises, et systématiquement accompagnées d'un travail éducatif vis-à-vis des élèves, et d'une association des parents au caractère éducatif de la sanction. Notre rôle est de maintenir ces élèves, au même titre que tous les autres, dans le système éducatif.

Ces incidents sont par ailleurs révélateurs de difficultés plus larges, qu'il nous faut savoir affronter collectivement. Il nous faut notamment apporter des réponses à un relativisme ambiant, incarné par deux symptômes, le « oui c'est grave, mais... » et le « deux poids, deux mesures ». Face à ces symptômes, je le répète, nous devons faire vivre la discussion et apprendre aux élèves, aux étudiants l'art de la dispute, l'art difficile du débat et du respect de l'autre.

Propositions de manipulations – Bibliographie :

Synthèses organiques impliquant au moins : une extraction liquide-liquide, une chromatographie et une recristallisation.

Expérience simulant le traitement d'un minerai (type bauxite).

Annexe (programmes) :

Programme 2019, 1^{ère} enseignement spécialité physique-chimie

B) De la structure des entités à la cohésion et à la solubilité/miscibilité d'espèces chimiques

<p>Cohésion dans un solide. Modélisation par des interactions entre ions, entre entités polaires, entre entités apolaires et/ou par pont hydrogène.</p>	<p>Expliquer la cohésion au sein de composés solides ioniques et moléculaires par l'analyse des interactions entre entités.</p>
<p>Dissolution des solides ioniques dans l'eau. Équation de réaction de dissolution.</p>	<p>Expliquer la capacité de l'eau à dissocier une espèce ionique et à solvater les ions. Modéliser, au niveau macroscopique, la dissolution d'un composé ionique dans l'eau par une équation de réaction, en utilisant les notations (s) et (aq). Calculer la concentration des ions dans la solution obtenue.</p>
<p>Extraction par un solvant. Solubilité dans un solvant. Miscibilité de deux liquides.</p>	<p>Expliquer ou prévoir la solubilité d'une espèce chimique dans un solvant par l'analyse des interactions entre les entités. <i>Comparer la solubilité d'une espèce solide dans différents solvants (purs ou en mélange).</i> Interpréter un protocole d'extraction liquide-liquide à partir des valeurs de solubilités de l'espèce chimique dans les deux solvants. <i>Choisir un solvant et mettre en œuvre un protocole d'extraction liquide-liquide d'un soluté moléculaire.</i></p>

B) Synthèses d'espèces chimiques organiques

<p>Étapes d'un protocole.</p>	<p>Identifier, dans un protocole, les étapes de transformation des réactifs, d'isolement, de purification et d'analyse (identification, pureté) du produit synthétisé. Justifier, à partir des propriétés physico-chimiques des réactifs et produits, le choix de méthodes d'isolement, de purification ou d'analyse.</p>
-------------------------------	---

- Proposer et mettre en œuvre un protocole d'extraction liquide-liquide d'une espèce chimique à partir de données de solubilité et de miscibilité.
- Mettre en œuvre des dispositifs de chauffage à reflux et de distillation fractionnée.
- Réaliser une filtration, un lavage pour isoler et purifier une espèce chimique.
- Réaliser une chromatographie sur couche mince.
- Mettre en œuvre un dispositif pour estimer une température de changement d'état.

Programme 2010 TS :

Synthétiser des molécules, fabriquer de nouveaux matériaux

Notions et contenus	Compétences exigibles
Stratégie de la synthèse organique Protocole de synthèse organique : - identification des réactifs, du solvant, du catalyseur, des produits ; - détermination des quantités des espèces mises en jeu, du réactif limitant ; - choix des paramètres expérimentaux : température, solvant, durée de la réaction, pH ; - choix du montage, de la technique de purification, de l'analyse du produit ; - calcul d'un rendement ; - aspects liés à la sécurité ; - coûts.	Effectuer une analyse critique de protocoles expérimentaux pour identifier les espèces mises en jeu, leurs quantités et les paramètres expérimentaux. Justifier le choix des techniques de synthèse et d'analyse utilisées. Comparer les avantages et les inconvénients de deux protocoles.

Analyse spectrale

Notions et contenus	Compétences exigibles
Spectres UV-visible Lien entre couleur perçue et longueur d'onde au maximum d'absorption de substances organiques ou inorganiques.	<i>Mettre en œuvre un protocole expérimental pour caractériser une espèce colorée.</i> Exploiter des spectres UV-visible.
Spectres IR Identification de liaisons à l'aide du nombre d'onde correspondant ; détermination de groupes caractéristiques. Mise en évidence de la liaison hydrogène.	Exploiter un spectre IR pour déterminer des groupes caractéristiques à l'aide de tables de données ou de logiciels. Associer un groupe caractéristique à une fonction dans le cas des alcool, aldéhyde, cétone, acide carboxylique, ester, amine, amide. Connaître les règles de nomenclature de ces composés ainsi que celles des alcanes et des alcènes.

Programme 2010 T STL

Séparation et purification

Notions et contenus

Réaction de dissolution d'une espèce chimique dans l'eau.
 Solution saturée et notion de solubilité.
 Quotient de réaction et constante d'équilibre de dissolution.
 Solubilité d'une espèce chimique dans l'eau.

Paramètres influençant la solubilité d'une espèce chimique en solution aqueuse :
 - température ;
 - composition de la solution.

Extraction d'une espèce chimique d'une phase aqueuse :
 - par dégazage ;
 - par solvant ;
 - par précipitation.

Prévision de l'état final lors de la dissolution d'une espèce chimique dans l'eau.

Séparation et développement durable.

Réfraction, réfraction limite et réflexion totale.
 Réfractomètre.

Capacités exigibles

- Illustrer expérimentalement la notion de solubilité.
- Montrer que lors d'une dissolution le quotient de réaction Q_r évolue vers la constante d'équilibre K et qu'il ne peut l'atteindre que si la quantité d'espèce apportée est suffisante.
- Associer solution saturée et système chimique à l'équilibre.
- Comparer et interpréter les solubilités de différentes espèces chimiques dans l'eau en termes d'interactions intermoléculaires et d'éventuelles réactions chimiques qu'elles engagent avec l'eau.
- À partir des caractéristiques de la réaction de dissolution d'une espèce chimique dans une solution aqueuse, prévoir les paramètres influençant sa solubilité (température, pH, ions communs).
- Proposer un protocole pour extraire une espèce chimique dissoute dans l'eau.
- Choisir un solvant pour extraire une espèce chimique et réaliser une extraction par solvant.
- Proposer ou suivre un protocole pour extraire sélectivement des ions d'un mélange par précipitation.
- Prédire si la solution obtenue par dissolution d'une espèce chimique est saturée ou non en comparant Q_r et K . Confronter les prévisions du modèle de la transformation avec les observations expérimentales.
- Extraire des informations pour justifier l'évolution des techniques de séparation et repérer celles qui s'inscrivent davantage dans le cadre du développement durable.
- Relier les indices optiques des milieux à l'angle limite de réfraction.
- Déterminer la concentration en sucre ou en alcool d'une solution par une méthode réfractométrique.

LC1 Titre : Séparations, purifications, contrôles de pureté

Présentée par : Camille MERIDJA

Correcteur : Clément GUIBERT

date : 10/04/20

Compte rendu leçon élève

Bibliographie de la leçon :			
Titre	Auteurs	Editeur (année)	ISBN
Techniques exp en chimie	A-S Bernard	Dunod	

Plan détaillé
<p><u>Niveau choisi pour la leçon : Lycée</u></p> <p>Prérequis : Techniques expérimentales de synthèse, notion de densité</p> <p>Intro : Enjeu expérimental post-synthèse du contrôle des impuretés, en particulier dans la fabrication de médicaments.</p> <p>I) Séparations On distingue le cas où il y a des phases solides dans le milieu ou non.</p> <p>1) Extraction liquide-liquide En l'absence de phases solides Description d'une expérience illustrative : extraction du diiode aqueux par du cyclohexane Observation des deux phases dans une ampoule à décanter, interprétation. → extraction liquide-liquide On répète l'opération plusieurs fois et on élimine l'eau avec un sel anhydre dont on se débarrasse par filtration, puis on élimine le solvant dans un évaporateur rotatif → on obtient le produit d'intérêt pur ou non.</p> <p>2) Séparation liquide-solide En présence de phases solides. Distinction entre essorage et filtration Description de l'essorage de l'aspirine après synthèse : essorage sous Buchner, rinçage du ballon</p>

avec solvant, trituration sur le Buchner en lavant la phase solide à l'eau. Puis on place le solide à l'étuve.

Pour une filtration on se retrouve dans le cas précédent une fois le solide éliminé.

Il faut maintenant contrôler la pureté du produit.

II) Contrôles de pureté

1) Pureté d'un liquide

Présentation de la CCM

2) Pureté d'un solide

Contrôle de la température de fusion sur banc Kofler

Description de l'expérience avec de l'aspirine ($T_{fus} \text{ tabulée} = 135^{\circ}\text{C}$)

III) Purifications

1) Purification d'un liquide

Lavage d'une phase organique : on resolubilise le liquide organique et on refait un montage d'extraction liquide-liquide : ce sont les impuretés qui changent de phase.

Distillation : si le liquide impur contient deux composés de T_b suffisamment différentes on peut chercher à le purifier par distillation

2) Purification d'un solide

Technique de recristallisation, exemple de l'aspirine. Resolubilisation du produit et des impuretés à chaud puis recristallisation à froid du solide avec le moins d'impuretés possible

Conclusion : Ouverture sur la séparation d'énantiomères

Questions posées

Précisément à quel niveau vous placeriez cette leçon ?

Plutôt Terminale S, en STL on va plus loin avec de la distillation fractionnée, de la réfractométrie.

La réfractométrie ça permet de faire quoi ?

Est-ce qu'il y a un message spécifique qui a guidé votre choix de techniques dans cette leçon ?

Je me suis attaché à présenter des techniques canoniques classiques, en excluant par exemple la réfractométrie qui est très spécifique et qui n'est en général pas présentée dans les lycées hors STL

Pourquoi l'expérience du diiode est présentée comme une expérience prof ?

A cause du cyclohexane qui est toxique, volatile, suspecté d'être cancérogène.

Et le diiode c'est toxique ?

Les vapeurs de diiode, diiode solide, c'est un oxydant.

Pourquoi c'est intéressant pédagogiquement ?

Les deux phases sont colorées c'est très visuel.

Comment on peut expliquer ces couleurs ?

Dans l'eau ça forme de complexes, pas dans le diiode

Comment on peut expliquer à des élèves que tout le diiode ne passe pas dans le cyclohexane ?

C'est un équilibre associé à un coefficient de partage (ou plus avec les mains parler de la notion de solubilité (qui n'est pas absolument nulle dans l'eau)

Vous avez évoqué le « qui se ressemble s'assemble », comment on peut formaliser ça un peu plus finement au lycée ?

Interactions de VdW

Pourquoi vous avez évoqué l'utilisation d'eau froide pour l'essorage ?

En général la solubilité augmente avec la température

Est-ce que la CCM c'est uniquement pour les liquides ?

Non on peut l'utiliser pour des solides dissous dans de l'éluant.

Est-ce que c'est une technique qui permet d'être sûr de la pureté ?

Il y a des limitations, si le produit n'est pas coloré, n'absorbe pas dans l'UV...

Il y aurait d'autres techniques qui permettrait de vérifier qu'on a le bon produit ?

Techniques spectroscopiques

Ca marche toujours la séparation de deux produits de température d'ébullition différentes en chauffant ?

Problème du mélange homoazéotropique (par exemple eau-éthanol)

Quel est le rôle spécifique de la température dans la recristallisation ?

On se place à la température d'ébullition du solvant qui est la température la plus élevée qu'on peut obtenir ; dans très peu de solvant pour être à saturation.

Commentaires

C'est très pertinent de poser comme cadre la synthèse de médicaments. Ca peut aussi être le traitement des minerais.

Attention à la CCM, très mauvaise idée de la présenter comme appliquée uniquement aux liquides.

Compétence « Autour des valeurs de la République et des thématiques relevant de la laïcité et de la citoyenneté »

Question posée : Le ministre ou le recteur impose une minute de silence, des élèves ont une attitude inappropriée, comment réagissez-vous ?

Réponse proposée :

C'est une situation qui doit avoir été discutée auparavant avec les élèves, ainsi on désamorce les problèmes qui peuvent avoir lieu le jour J. On peut à la limite provoquer une discussion sur le pourquoi de la minute de silence, essayer de comprendre les idées/arguments de l'élève, le but est de provoquer un questionnement chez l'élève.

Si il y a tout de même des problèmes le jour J on prévient qu'il y aura des conséquences punitives.

Commentaires du correcteur :