**LC 1 : Séparations, purification, contrôle de pureté**

**Niveau :** Lycée

**Prérequis :** CCM, montage à reflux, caractéristique physique d’une espèce chimique (température de fusion, solubilité…), calcul de rendement, représentation des molécules, groupes caractéristiques et nomenclature.

**[1]** Thomas BARILERO, Aurélie DELEUZE et Matthieu ÉMOND. Travaux pratiques de chimie tout prêts. Éditions rue d’Ulm, 2009.

**[2]** Anne-Sophie BERNARD et al. Techniques expérimentales en chimie. Dunod, 2018.

**[3]** Mireille BLANCHARD-DESCE et al. Chimie organique expérimentale. Hermann, 1987.

**[4]** André DURUPTHY, Thierry DULAURANS et al. Physique Chimie, Terminale S enseignement spéciﬁque. Hachette Education,2012. ISBN :2011355745.

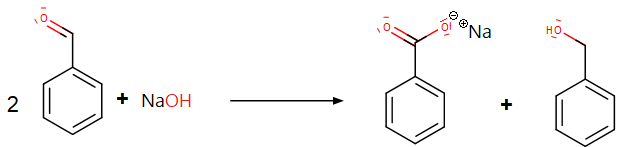
**[5]** Jacques MESPLÈDE et Christine SALUZZO. 100 manipulations de chimie. Bréal, 2002.

**[6]** Mathieu RUFFENACH, Thierry CARIAT, Valérie MORA et al. Physique Chimie, Terminale S enseignement spéciﬁque. Bordas, 2012.

1. **Séparation**
2. **Contrôle de pureté**
3. **Purification**

**Intro :** On va s’intéresser tout au long de cette leçon à la réaction de dismutation de Cannizzaro permettant de synthétiser l’acide benzoïque et de l’alcool benzylique.

Ecrire la réaction au tableau : **[5]p111, [1]p161 [3]p301**



On forme dans un premier tps les ions benzoates.

On se place en tant qu’expérimentateur : on souhaite réaliser cette synthèse, extraire les produits et s’assurer que ce sont bien ceux que l’on cherche.

~Slide : Réaction de Cannizzaro

* Quantité et montage à reflux
* Puis décantation (phase aqueuse en bas car la densité du diéthyléther est 0.714

(Mécanisme de Cannizzaro : don d’hydrure H-! On a une dismutationcar un aldéhyde s’oxyde en acide carboxylique et se réduit en alcool.)

Expérience 1 : Réaction de Cannizzaro : (Déjà fait en préparation)

* Montrer le montage à relux en disant qu’on a fait la réaction à l’intérieure
* On a mis le brut réactionnel dans une ampoule à décanter, (phase aqueuse en bas car la densité du diéthyléther est 0.714
* On a déjà fait 2 – 3 extractions en préparation (ne pas le dire) : séparation des phases et ajout du diéthyléther dans la phase aqueuse (alcool benzylique plus soluble dans le diéthyléther) et laisser l’ampoule avec les deux phases lors de la dernière extraction.

Attention : si il y a une précipitation dans l’ampoule, c’est que le benzoate de sodium est passé dans la phase orga dans laquelle il n’est pas soluble. Il faut ajouter de l’eau (et de manière générale, ne pas mettre le diéthyléther trop en excès)

Transition : (Montrer les deux phases) On va chercher à séparer les deux phases présentes en tirant profit de leurs propriété physique.

1. **Séparation**

**Séparation : opération qui consiste à séparer plusieurs composés se trouvant dans des phases distinctes.**

Ici les deux phases sont liquides, on va donc procéder à une séparation liquide-liquide.

1. **Extraction liquide-liquide**

**L’extraction liquide-liquide permet de transférer sélectivement des espèces présentes dans un solvant vers un autre solvant, non miscible au premier, dans lequel elles sont plus solubles. [4]p 499**

Cette opération est réalisée dans une ampoule à décanter, la phase en dessous est la plus dense.

~Slide : Montage de décantation

Le benzoate de sodium est soluble dans l’eau qui est le solvant. L’alcool benzylique lui est plus soluble dans le diéthyléther qui est le solvant d’extraction que l’on a utilisé. Le diéthyléther a une densité de 0,714 < 1 = densité de l’eau donc la phase aqueuse est en dessous.

En préparation on a déjà réalisé 2 extractions : on va en réaliser une dernière maintenant

Expérience 1 : Réaction de Cannizzaro : devant le jury

* Mettre la phase orga dans un bécher (on cherche à avoir une phase aqueuse très pure)
* Ajouter du diéthyléther dans la phase aqueuse, mélanger.
* Séparer les deux phases

Transition : On a pu séparer les deux produits d’intérêt : on peut désormais chercher à isoler ces produits de leurs solvant.

1. **Séparation d’un produit et du solvant**

L’alcool benzylique est un liquide miscible dans la phase organique, on traite la phase orga :

**Phase organique :**

* **Sécher la phase orga en ajoutant un agent desséchant** (sulfate de sodium Na2SO4 anhydre) : L’eau n’est plus en solution lorsqu’il y a du solide non aggloméré.
* Récupérer la phase liquide (**filtre**)
* **Évaporer le solvant grâce à un évaporateur rotatif**.

~Slide : Evaporateur rotatif

Les ions benzoates sont soluble dans l’eau. En milieu acide, ils précipitent en acide benzoïque solide e non soluble dans l’eau. On traite la phase aqueuse :

**Phase aqueuse :**

* **Précipitation : ajout d’acide fort en excès**
* **Séparation solide/liquide :**

**¤ Si le produit d’intérêt = liquide : filtration**

**¤Si le produit d’intérêt = solide : essorage sous vide, sur Büchner. [2]fiche 18**

**¤ Séchage à l’étuve du solide**

~Slide Büchner

Expérience 2 : Récupération de l’acide benzoïque, opération sur la phase aqueuse, devant le jury

* Acidifier jusqu’à pH=4 (précipitation) avec de l’acide chlorhydrique fumant (en préparation, déterminer la quantité d’acide à ajouter pour être rapide devant le jury)
* Essorage sur Büchner
* En préparation : passage à l’étuve

Intérêt de l’acide chlorhydrique si concentré : ajouter le moins d’eau possible.

On obtient après passage à l’étuve l’acide benzoïque. Nous avons également séché et éliminé le solvant de la phase orga en préparation et récupéré l’alcool benzylique.

Transition : Une fois les deux produit séparé , on veut d’assurer qu’ils sont bien ceux auxquels on s’attendait

1. **Identification : chromatographie sur couche mince [2]fiche 23**

Le principe a déjà été vu dans les classes précédentes.

On sépare les produits d’un mélange afin de repérer la présence du composé d’intérêt ( et d’éventuelles impuretés). La migration des espèces sur la plaque de silice dépend de l’affinité entre ces espèces et la silice, entre ces espèces et l’éluant, et entre l’éluant et la silice.

~Slide : présentation du dispositif

Pour vérifier qu’on a bien les espèces voulues, on va déposer :

* 1ère plaque de silice : Benzaldéhyde, alcool benzylique pur, alcool benzylique exp.
* 2ème plaque de silice : Benzaldéhyde, acide benzoïque pur, acide benzoïque exp.

Et dans les deux cas on utilisera comme éluant un mélange 75/25 de cyclohexane et d’acétate d’éthyle.

Expérience 3 : Réalisation des CCM  **[2] fiche 22**

* 1ère plaque de silice : Benzaldéhyde, alcool benzylique pur, alcool benzylique exp.
* 2ème plaque de silice : Benzaldéhyde, acide benzoïque pur, acide benzoïque exp.

Et dans les deux cas on utilisera comme éluant un mélange 75/25 de cyclohexane et d’acétate d’éthyle.

Si les taches expérimentales s’alignent avec les taches des produits pur, alors nous avons bien synthétisé les produits obtenus.

Transition : On va chercher maintenant à savoir si les composés synthétisés sont purs ou non.

1. **Contrôle de pureté**

On a obtenu lors de la synthèse un solide et un liquide qui vont donc avoir des propriétés physiques différentes et qui vont donc demander des techniques de contrôle différents

1. **Cas du solide : Mesure de la température de fusion. [2] fiche 23**

~Slide : Banc Köfler

Expliquer le principe du banc Köfler, le fait qu’il ait besoin d’être étalonné, que nous l’avons fait en préparation.

Expérience 4 : Mesure de Tfus de l’acide benzoïque

* Si Tfusexp < Tfustab 🡪 produit impure
* Si Tfusexp > Tfustab 🡪 présence d’eau qui en s ‘évaporant perturbe l’équilibre thermique du banc

**Tfustab = 122,3 °C Texpfus = ?**

Conclure sur la pureté de l’acide benzoïque.

1. **Cas du liquide : Mesure de l’indice de réfraction. [2] fiche 23**

~Slide : Réfractomètre

Réfractomètre sur la paillasse.

Il faut allumer l’appareille, déposer une goutte du composé à étudier sur le prisme fixe, refermer le prisme mobile, regarder à l’oculaire et utiliser les mollettes jusqu’à voir la demi-pénombre. Relever sur le réglet la valeur de l’indice de diffraction.

Expérience 5 : Mesure de l’indice de réfraction ( en préparation) et donner seulement la valeur trouvée.

itabrefraction = 1,5384

Transition : On a vu que les produits obtenus n’étaient pas toujours aussi purs que ce que l’on souhaiterait : on cherche à améliorer cela.

1. **Purification**
2. **Purification des solides [6]p494-590**

Pour purifier les solides on utilise la **recristallisation : méthode fondée sur la différence de solubilité à chaud et à froid de l’espèce chimique et des impuretés à éliminer .**

~Slide Schéma recristallisation

Expérience 6 : Recristallisation de l’acide benzoïque : devant le jury si il y a le tps

* Montage à reflux avec ampoule de coulé rempli de solvant (eau)
* Mettre le solide dans le ballon et le couvrir à peine avec le solvant.
* Mettre à ébullition et jouter le solvant petit-à-petit jusqu’à solubilisation
* mettre l’ampoule dans un bain glacé et si les cristaux n’apparaissent pas, gratter avec une tige en fer.
* En préparation on a extrait et séché à l’étuve le produit recristallisé

Expérience 7 : Mesure de Tfus 

**Texpfus = ? Tfustab = 122,3 °C**

1. **Purification des liquides [2]fiche 26 [6]494**

Pour purifier les liquides on utilise la **distillation ou la fractionnée** :  **méthodes fondées sur la différence de température d’ébullition de l’espèce chimique et des impuretés.**

~Slide : Distillation fractionnée

Si l’espèce à isoler a une température d’ébullition plus basse que les impuretés, elle est séparée par évaporation, puis condensée et récupérée dans un récipient.

La différence entre distillation simple et distillation fractionnée c’est que la colonne utilisé est simple pour la simple ( le liquide ne s’évapore qu’une fois) et la colonne utilisée pour la fractionnée est une colonne de vigreux, composé de plein de paliers intermédiaires (le liquide s’évapore plusieurs fois) ce qui permet de récupérer plus de produit pur à la sortie de la colonne.

~Slide : tableau récapitulatif des méthodes utilisées

**Conclusion :**

* Ouverture sur une caractérisation plus poussée à l’aide des techniques de spectroscopie.
* Ouverture sur la séparation d’espèces possédant les mêmes propriétés physiques (ex racémique).