

LC 01 : Séparations, purifications, contrôles de pureté

Bibliographie :

- Chimie expérimentale, A.-S. Bernard, Dunod
- Chimie organique expérimentale, M. Blanchard-Desce Hermann (*p 301, Réaction de Cannizzaro*)
- Chimie tout en un PCSI, PC, Dunod, 2013
- Physique chimie Terminale S, Nathan, 2012, stratégie de la synthèse organique (*p484, synthèse de l'aspirine*)
- Physique chimie Terminale S, Hachette, 2012, stratégie de la synthèse organique (*p490, synthèse de l'arôme de banane : acétate d'isoamyle*)

Niveau : Lycée, spécialité physique chimie première (BO 2019)

Prérequis :

- solvant, soluté
- température de changement d'état de corps purs
- représentation topologique

Introduction

Bonjour à tous, je vais vous présenter la leçon de chimie 01 : "Séparations, purifications et contrôles de pureté". Je place cette leçon au niveau lycée. Les prérequis sont : la notion de solvant et soluté, les températures de changement d'état et les représentation topologiques des molécules

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 ?

J'ai choisi d'illustrer cette leçon avec la réaction de Cannizzaro découverte en 1853 et dont voici l'équation bilan...

slide 1 : schéma du montage à reflux et équation bilan de la réaction de Cannizzaro

alcool benzylique = liquide ; acide benzoïque = solide

manip : montrer le montage à reflux de recristallisation, couper le chauffage mais pas le réfrigérant à boules

1 Séparation

1.1 Extraction d'un 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

éther diéthylique :

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

manip : *gants nitrile*

- séparer les deux phases dans deux erlenmeyers avec l'ampoule à décanter sous hotte
- acidifier sans perdre de temps la phase aqueuse à $\text{pH} < 5$ à l'acide chlorhydrique concentré sur un bain de glace, elle doit avoir le temps de refroidir pour après

Lavage Eliminer les impuretés solubles dans l'eau

Séchage agent desséchant (MgSO_4) anhydre \rightarrow "pulvérulent"

Evaporation du solvant slide : évaporateur rotatif

1.2 Extraction d'un solide

essorage, lavage principe : essorer et laver les cristaux d'acide benzoïque sur un filtre Büchner.

slide : schéma filtre Büchner.

manip : *fiolle à vide fixée, gants latex*

- humidifier le filtre à l'eau froide
- verser la phase aqueuse dans l'entonnoir büchner et rincer l'erlenmeyer à l'eau froide
- couper le vide et triturer le solide avec une spatule
- rincer à l'eau glacée et refaire le vide
- récupérer le solide sur un verre de montre

Etuvage éliminer les traces d'eau dans les cristaux

Maintenant que les 2 produits ont été isolés, il faut contrôler si ce sont des corps purs à l'aide de mesures physiques.

2 Tests de puretés

2.1 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

manip : *banc Kofler étalonné juste avant l'oral, utiliser un solide étuvé en préparation (ou industriel), PAS de gants*

- Incertitude graduation
- Nettoyer le banc et la spatule avec un coton imbibé d'éthanol

$$T_{fus}^{exp} = \pm \quad T_{fus}^{th} = 122C$$

2.2 indice de réfraction d'un liquide

principe : comparer l'indice de réfraction de l'alcool benzylique) à une valeur tabulée (réfractomètre d'Abbe)

slide : réfractomètre, méthode de lecture

$$n_{25C}^{exp} = \pm \quad n_{25C}^{th} = 1.538$$

2.3 Chromatographie sur couche mince

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 = cyclohexane + 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

manip : présenter à la caméra flex la CCM faite en préparation avec 5 dépôts : 1 benzaldéhyde 2 acide benzoïque solubilisé 3 alcool benzylique 4 codépôts, 5 produits industriels si possible, éluant = 2 cyclohexane 1 acétone

Analyse des rapports frontaux

Les résultats de la CCM indiquent que les produits ne sont pas purs, la partie suivante explique comment les purifier

3 Purification

3.1 Recristallisation

principe : solubiliser à chaud l'acide benzoïque dans de 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.

Essorage, étuvage

slide : montage de recristallisation

manip : montrer les résultats de la manip lancée au tout début de la présentation

3.2 Distillation

Principe : Utiliser la différence de température d'ébullition entre l'alcool benzylique (205C) et les impuretés (par exemple benzaldéhyde 179C). 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

3.3 rendements

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.

$$\eta_{sol} = \pm$$

$$\eta_{liq} = \pm$$

Conclusion

slide : tableau récapitulatif

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.