

# LC1 : Séparations, purifications, Contrôle de pureté

[1]

Niveau : Lycée

Prerequis : • Techniques expérimentales de synthèse  
• Notion de densité.

## Plan, I) Séparations

- ① Extraction liquide - liquide
- ② Séparation liquide - solide -

## II) Contrôle de pureté

- ① Pureté d'un liquide
- ② Pureté d'un solide

## III) Purifications

- ① Purification d'un liquide
- ② Purification d'un solide.

## I] Séparations

[2]

Deux grandes classes de techniques de séparation : produit / milieu réactionnel

→ présence ou non de phases solides.

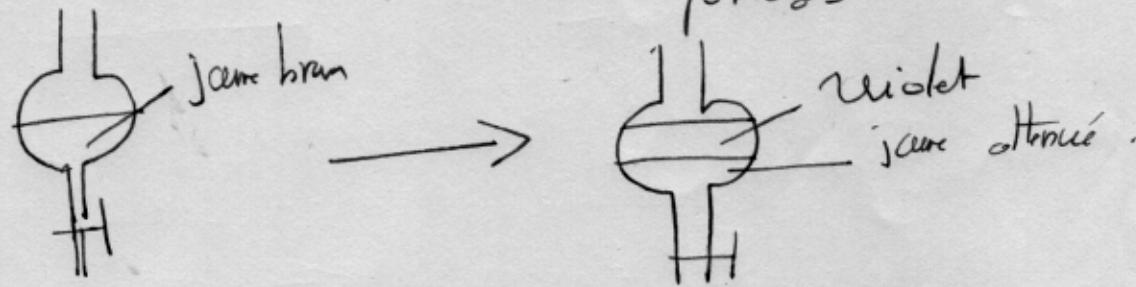
① Séparation en milieu réactionnel purement liquide

Enjeu: extraire le produit d'intérêt du milieu réactionnel sans récupérer de produits non désirés

Exemple illustratif 1 : extraction du diiodo aqueux par du cyclohexane.

- On possède une solution aqueuse de  $I_2$  colorée jaune-brun en présence d'ions  $I^-$ .
- On y ajoute dans une cuve à décanter du cyclohexane.
- On agite vigoureusement et on laisse décanter

• On observe alors deux phases : [3]



Interprétation: On observe 2 phases, car l'eau et le cyclohexane ne sont pas miscibles.

, Nous pouvons déterminer la nature des phases grâce à leur densité; la phase la plus dense (l'eau,  $d=1$ ) sera en dessous (cyclohexane  $d=0,78$ )

, changement de couleur: la moindre partie du diiode présent dans l'eau est possédée dans le cyclohexane lui donnant cette teinte violette.  
On l'interprète: I<sub>2</sub> apolaire et cyclohexane apolaire?

On vient de réaliser une extraction liquide-liquide

Afin d'obtenir le produit d'intérêt, il faut

Repéter l'opération plusieurs fois, puis isoler la phase organique.

Il faut ensuite retirer tout éros d'eau à l'aide d'un sol amphydro dont on se débarrasse ensuite par filtration, et enfin on élimine le solvant dans un étrapot au rotatif.

→ on obtient le produit d'intérêt Séparé, pur ou non.

## ② Séparation en présence de phases solides.

· Mâillage identique mais normes différents:

· on cherche à extraire le solide : essorage

- - - - - le liquide : filtration

Expérience ②: Essorage du bocal réactionnel  
après Synthèse ~~du gaz~~  
de l'aspirine

15

→ Essorage sous pression réduite avec un Büchner.

→ On rince le ballon avec du solvant

→ On tritue en lavant la phase solide à l'eau (pour un essorage) après avoir coupé le vide

. Pour une filtration on se retrouve dans le cas précédent, on réalise une extraction liquide - liquide et bien on évapore le solvant ~~à l'évaporation~~ à l'évaporation rotatif

. Pour un essorage, on place le solide obtenu à l'étende afin d'évaporer le solvant restant et sécher le solide.

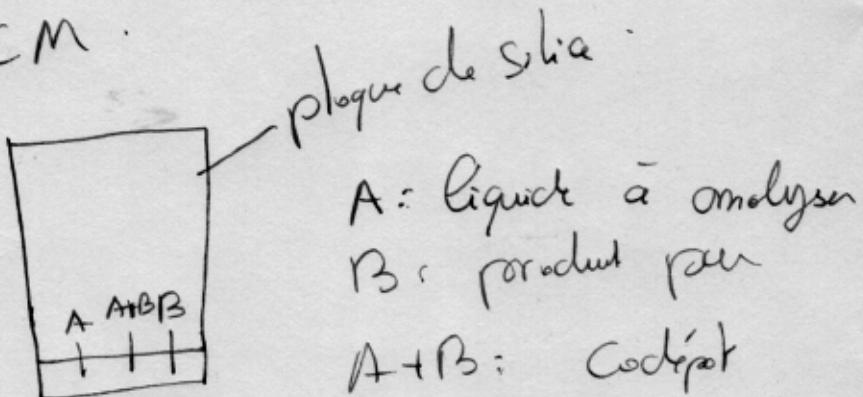
Avons-nous obtenu un produit pur? L6

## II) Contrôle des puretés

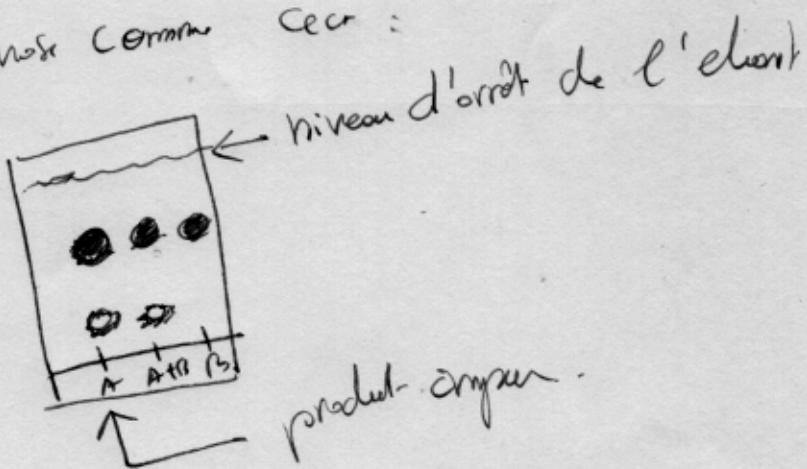
### ① Pureté d'un liquide.

On présente la chromatographie sur couches minces CCM.

CCM :



On place le ~~gout~~ gout d'eau dans une cuve à CCM en présence d'un éluent. On s'attend ensuite à quelque chose comme ceci :



## (2) Pureté d'un solide

→ on étudie le contrôle de la température de fusion du solide obtenu après passage à l'étuve, utilisation d'un banc Kofler

### Expérience 3 : Rétention de la $T_f$ fusion

de l'osmoline ( $T_{fus}^{\text{tab}} = 135^\circ\text{C}$ )

- On dépose le solide sur le banc à  $T < T_{fus}^{\text{tab}}$
- On le passe avec le spatule jusqu'à observer la fusion.

Interprétation : -  $T_f < T_f^{\text{tab}}$ : présence d'impuretés  
 $\rightarrow$  purification

-  $T_f > T_f^{\text{tab}}$  = le solide n'a pas d'aute assus  
 Secré à l'étuve  
 $\rightarrow$  il reste du solvant peu volatil.

### III] Purifications

#### ① Purification d'un liquide

- Lavage d'une phase organique.

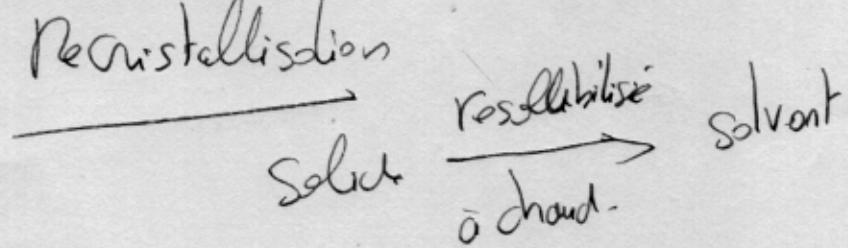
On résolubilise le liquide organique et

on reprend le montage de l'extraction liquide - liquide.  
 → ce sont les impuretés qui changent de phase

- Distillation : si le liquide imposé contient deux composés de température d'ébullition suffisamment différente, on peut chercher à le purifier par distillation.

#### ② Purification d'un Solide

- Recristallisation



Le but est de résolubiliser ce chaud le [9]  
solide produit d'instinct ainsi que les impuretés,  
puis de faire recristalliser le produit avec le moins  
d'impuretés possible.

Exercice 4: Recristallisation de l'aspirine  
et mesure de la température de fusion  
(On proportion)  
de l'aspirine recristallisée.

—  
Calcul de rendement: maintenant que l'on a  
réussi à purifier notre produit, on peut calculer  
le rendement de notre synthèse de l'aspirine.

→ on pèse le solide obtenu

$$r = \frac{m_{\text{produit}}}{m_{\text{max}}} \quad |$$