LC 2 – Séparations, purifications, contrôles de pureté

Niveau : Lycée - TS

Prérequis : Notion de solubilité, de polarité, spectroscopie

Biblio :

[1] La chimie expérimentale 2. Chimie organique et minérale, Le maréchal

[2] 100 manipulations de chimie organique et inorganique, Nouvelle édition 2004, Capes et agreg, Mesplède, Saluzzo

[3] Physique-chimie enseignement spécifique, Hachette Ts 2012

[4] Techniques expérimentales en chimie, Classes prépas et concours, Travaux pratiques, 3ème édition, ASB.

**Intro** : Séparation purification et contrôle de pureté, quelle est l’importance de chacune de ces étapes ? Lors de l’élaboration de composé chimique, par exemple un médicament, il faut d’abord le séparer du milieu réactionnel, le purifier afin d’éviter de conserver toute trace de produit dangereux et enfin contrôler sa pureté afin de s’assurer qu’il s’agit du produit recherché et non pas d’un de ces dérivés. Ce sont ces différents procédés qui vont nous intéresser au cours de cette leçon. Nous traiterons le cas d’un solide : le paracétamol et d’un liquide : l’acétate d’isoamyle.

1. Protocoles illustratifs
2. Synthèse d’un solide : le paracétamol ou aspirine au choix

**[2] p.125** Le principe de cette synthèse est de former du paracétamol. On met en présence du paraminophénol et de l’anhydride acétique pour former le médicament qui produit aussi de l’acide éthanoïque. On souhaite donc se séparer de ce sous-produit ainsi que du reste éventuel de réactifs.

Il est important de séparer l’acide éthanoïque et anhydride éthanoïque du paracétamol car ce sont des composés qui peuvent provoquer de graves brulures (cf pictogrammes). On va réaliser cette synthèse et s’assurer qu’ils sont bien éliminés du produit final afin de pouvoir commercialiser le produit. PWP

1. Synthèse d’un liquide : essence de Lavande

**[1] p.76** Synthèse d’un composé odorant : l’éthanoate de linalyle qui correspond à une odeur de lavande. On souhaite récupérer l’ester et le séparer de l’eau ainsi que du reste éventuel de réactif non consommé. C’est important de le récupérer pur car le sous-produit sent le vinaigre et on recherche ici une bonne odeur. PWP

*Transition* : Maintenant que nous connaissons les synthèses réalisées, réalisons ces différentes étapes. Premièrement la séparation.

1. Séparation

La séparation consiste à isoler au mieux le produit des réactifs n’ayant pas réagi, des produits secondaires, d’un éventuel catalyseur, du solvant et des sous-produits. Cette étape conduit à l’obtention du produit brut. Différentes techniques sont employées selon l’état physique du produit à isoler.

1. Séparation solide-liquide

**[3] p.498 + [4] p.109-112** Prenons la synthèse du paracétamol : nous avons obtenu un produit solide dans un liquide. Pour séparer le produit brut on va utiliser un entonnoir Buchner. PWP

Exp : [2] p.125 faire l’essorage + rinçage + triturage (cf [4] pour être sur des étapes à réaliser et l’ordre)

Si l’on souhaite récupérer le solide, cette opération s’appelle un essorage, si l’on souhaite récupérer le liquide cette étape s’appelle un filtrage.

Transition : Liquide 🡪 autre méthode

1. Séparation liquide-liquide

**[3] p.499 + [4] p.113-119** Isoler l’acétate de linalyle liquide contenu dans un autre liquide 🡪 extraction liquide liquide avec une ampoule à décanter. PWP

L’extraction liquide-liquide permet de transférer sélectivement des espèces présentes dans un solvant vers un autre solvant, non miscible au premier, dans lequel les espèces que l’on veut extraire sont plus solubles.

Ici on utilise le diéthyle ether qui est un solvant organique non miscible à l’eau mais dans lequel l’ester (de lavande) est très miscible. On lave la phase organique avec de l’eau : on retire de la phase organique le reste d’espèce soluble dans l’eau. PWP

**Exp :** Faire l’extraction + lavage

Cette étape est suivie d’un séchage de la phase organique afin de s’assurer de l’absence d’eau (ne pas faire en expérience ou alors penser à rajouter la base puis à nouveau séparer à l’ampoule à décanter). Puis de l’évaporation du solvant (grâce à un évaporateur rotatif).

*Transition* : A ce stade nous avons obtenu le brut réactionnel qu’il faut à présent purifier.

1. Purification

La purification consiste à éliminer les faibles quantités d’impuretés contenues dans le produit brut afin d’obtenir le produit purifié.

1. Purification de la phase solide

**[3] p.499** Pour un solide on va réaliser une recristallisation, méthode de purification fondée sur la différence de solubilité des produits et des impuretés dans le solvant. On chauffe le milieu réactionnel avec un minimum de solvant jusqu’à dissolution complète, puis on laisse le milieu refroidir. En refroidissant, le solide se reforme et les impuretés restent en solution dans le solvant, à froid. PWP

On peut ensuite le récupérer par essorage sur Büchner. A ce stade on espère avoir le paracétamol pur.

1. Purification de la phase liquide

Afin de purifier une phase liquide on peut réaliser une distillation, elle est fondée sur la différence de température d’ébullition des produits et des impuretés. **[3] p.499**

PWP schéma distillation : Teb des composés : linalol : 198 °C, acide éthanoïque 118 °C, éthanoate de linalyle 220 °C, eau 100 °C, diéthyle ether : 35 °C. Le premier composé à s’évaporer va être le diéthyle ether qui va imposer sa température d’ébullition. Lorsqu’il sera entièrement évaporé, le composé suivant le plus volatil sera évaporé, etc.

On obtient le distillat qui dans notre cas se trouve être les impuretés. Avec le thermomètre en haut de la colonne de distillation on détermine la fin de la distillation lorsque le thermomètre passe du palier de température à 198 °C à celui de 220 °C. On peut utiliser un évaporateur rotatif aussi.

*Transition* : Une fois le produit d’intérêt isolé, quelles techniques faut-il utiliser pour l’identifier et évaluer sa pureté ?

1. Contrôle de pureté

Cette étape permet donc l’identification du produit. Il existe plusieurs techniques, dépendant en encore de la phase du composé. **[3] p.499**

1. Contrôle de la pureté d’un solide

Pour un solide on peut par exemple déterminer la température de fusion, on utilise un banc Köfler.

**[4] p.133 Exp :** Température de fusion du paracétamol. Comparer à la valeur théorique (si T<Tfus, produit pas pur)

On peut aussi réaliser une chromatographie sur couche mince en dissolvant le solide dans un solvant. L’espèce va migrer sur la plaque jusqu’à une hauteur caractéristique du composé. On compare la migration de ce composé avec celui du paracétamol issu de l’industrie. **[4] p.127**

PWP : calcul du rapport frontal. Le rapport frontal quantifie la migration de l’espèce sur la plaque.

**Exp :** Faire le dépôt et présenter celle faite en préparation ou revenir dessus en conclusion en espérant que ce soit fini.

Enfin il est possible de faire un spectre infra-rouge du composé.

1. Contrôle de la pureté d’un liquide

Techniques de caractérisation d’un liquide :

* CCM
* Indice de réfraction du liquide à comparer avec la valeur tabulée (

**Exp :** déterminer l’indice de réfraction de l’ester de lavande

* Spectre infrarouge PWP exploiter le spectre théorique

On observe le pic caractéristique de l’ester à 1741 cm-1 en revanche on n’observe pas de vibration de OH aux alentours de 3000 cm-1. On est sûr que l’acide carboxylique et l’alcool sont absents.

PWP tableau récap des techniques de caractérisation

**Conclusion** : PWP Tableau récapitulatif

Ces différentes techniques de purifications sont essentielles pour l’industrialisation de certains produits. Mais la pureté ne fait pas tout ! En effet certains médicaments purs ont été commercialisés mais sous une forme non adéquate : exemple du scandale de la thalidomide (en fait le médicament contenait les deux énantiomères, un qui soignait et un qui était dangereux). Il faut développer des synthèses sélectives et si possible en accord avec la chimie verte.

Connaitre la structure de la thalidomide

Commentaires :

* sur le refractomètre, le 0% est le taux de sucre (utilisé dans les vignobles et en biologie) tjrs mettre à 0%
* Pour la CCM : si pas de révélation UV. On utilise un oxydant qui permet d’augmenter la conjugaison et donc d’être visible.