

LC 07 : Séparations, purification, contrôle de pureté

Nvx : Lycée
(1^{er} SPL)

Pré requis : montage à reflux
CST

Caractéristiques physiques : densité, T_f , solubilité

Bibli

Belin PC 1^{er} S
 Bernard Technique expérimentale
 en chimie, Dunod (2018)
 TS et de 1^{er} S
 Danyphy PC [↓] Kachetta 2012
 Nora PC TS Bordas 2012
 Asphide 100 manips de chimie
 Lionel Uhl

Imko

Les \neq constituants de la matière et pour la plupart du temps mélangés entre eux \rightarrow matière ~~individuelle~~ par synthèse

On peut avoir besoin de les séparer pour les analyser ou bien pour les utiliser et auquel cas il va falloir les purifier.

Pour tout cela l'homme a développé des techniques de ~~separation~~ séparation d'extraction et d'analyse pour contrôler la pureté du produit obtenu.
identifiés

A l'issue de ce processus on peut éventuellement calculer un rendement

⚠️ Remip à faire \rightarrow synthèse acide benzoïque
à utiliser dans l'alimentaire
voir fiche annexée

I) Separations

1) Separation liquide - liquide

△ Remip • 30 mL une de la synthèse dans ampoule à décanter 250 mL

• Ajouter 10 mL (éprouvette graduée) de soude $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

• Enlever ampoule du support, boucher et retourner
curie robot

remuer, curie vers le mur, remuer....

• laisser décanter sur le support

La phase aqueuse est repérée en ajoutant de l'eau

→ si la phase organique est au dessus l'eau traverse la phase organique
pour rejoindre la phase aqueuse.

$d(\text{phase org}) < d(\text{eau})$ sauf pour les solvants halogénés

• On récupère la phase aqueuse dans erlenmeyer 250 mL

• Acidifier chaque phase aqueuse en versant qlq goutte acide chlorhydrique
à $5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ mesuré à la pipette graduée

→ apparaît cristaux blancs

↳ verser l'acide tant que du précipité blanc apparaît (2 mL à 10 mL acide
~ 3 " à 15 mL ")

• Verser sur papier pH (tripe de verre + 1 cm de papier)

$\text{pH} < 2$

→ Def extraction liquide - liquide

→ mentionner schéma

cela marche car ≠ de densité et de solubilité

→ pourquoi? → voir part 10 année TP synthèse acide benzoïque page 7

2) La filtration

↳ Pierre Henry Suet

△ Namip.

- Placer papier Whatman du 6 Buchner (imbiber avec de l'eau)
- Verser le contenu, ouvrir au max le temps à eau pour crever le rde mar.
- Verser le restes des erlenmeyer
- Recueillir avec un minimum d'eau les cristaux restés au fond des erlenmeyer (pas trop d'eau car $\eta \downarrow$ Armon)
- Tamponner les cristaux avec papier filtre
- Ajuster temps à eau
- Transvaser les cristaux dans erlenmeyer 100 ml pour recristallisation en gardant pour tester le furon!

Cours → Filtration sous pression définitive
monter schéma

(si le produit d'intérêt est un liquide, soluble dans le phase organique
→ lavage phase organique puis évaporation du solvant)

(precipité → permet de séparer un produit de son solvant en le rendant solide)

On peut laver les cristaux sur le filtre, en versant un peu de solvant (riche coupe) puis en rétablissant le vide

On a désormais un produit → est-il ce que l'on pense?
est-il pur?

II) Identifier et contrôle de pureté

1) Technique universelle

⚠ Manip CCN

CCN mettre un schéma car donné en pénelquis

• Dans un becher 100 mL

• 20 mL d'éluant acétone/cyclohexane 10/10

• Sur le page → benzaldéhyde

• ester non purifié

• acide benzoïque commercial

• elution jusqu'à 15 mm du haut

• Rechercher aux UV

→ Ranker directement le schéma au tableau sans refaire le manip

↳ CCN pas vraiment contrôle de pureté mais elle implique le nécessité de réaliser au moins un contrôle de pureté en permettant de voir s'il reste des réactifs

2) Technique spécifique ^{quatre CCN sur colonne!} _{image de la CCN}

⚠ Manip borne Koffler

Préparer la borne Koffler → T_f entre 50° et 150°C

⚠ enlever les joints l'allumer avant!

Il faut s'établir avec des substances connues puis nettoyer avec coton imbibé d'alcool

↳ pas en mettre trop!

↳ des basses T° vers les hautes

en mesure → pas forcément pur → on veut améliorer cela

Handbook = 122,4°C

Mais avant parler des autres techniques pour les liquides indice de réfraction ^{Question}

analyse spectrale → $\begin{matrix} UV \\ IR \\ RMN \end{matrix}$) préparer def et question → pierre henry suit

III) Purifications

~~# Cas des solides~~ 1) Cas des solides Tabear \rightarrow schéma recristallisation

⚠ faire chauffer de ml d'eau distillée dans un bécot

- préparer mélange eau + glace
- placer la pissette dans ce mélange
- dans erlenmeyer 100 ml introduire acide benzoïque obtenu et ajouter 5 ml d'eau distillée (mesuré à la pissette graduée 10 ml)
- Tenir cet erlenmeyer avec pince en bois et mettre au plaque chauffante
- Agiter légèrement.
- Quand l'eau est en ébullition, s'il reste des cristaux d'acide benzoïque non dissout, verser (avec pissette graduée au goutte à goutte) un min d'eau à ébullition
- Quand tout est dissous (solution presque limpide) \rightarrow refroidir dans le mélange eau + glace \rightarrow cristallisation

\rightarrow Filtrer au Buchner

On a fait une recristallisation \rightarrow Définition

↳ fondée sur la \neq de solubilité à chaud et à froid du produit et des impuretés

Attention on perd un peu de produit \rightarrow rate pourcentage minimum de solvant.

\rightarrow Ne pas de T_f de nouveau!

2) Cas des liquides

\rightarrow Distillation fractionnée \rightarrow schéma

Def distillation / simple \neq de T_{eb}
et fractionnée

distillato si pression réduite \rightarrow T_{eb} plus basse pour extraire les degrés de pureté
↳ ph suet

Conclusion

Schema de reunion de haut !

Rappel technique spectroscopie \rightarrow plus poussé

separate d'epure possédant les m^e propriétés physiques

Δ . question sur le rendement

$$\eta = \frac{m_i}{m_c} \begin{matrix} \text{masse obtenue} \\ \text{masse obtenue théorique} \end{matrix}$$

« coeff de partage de carbonyl »

