

# LC10 – Séparations, purifications, contrôles de pureté

22 Octobre 2020

Valentin Dorel & Antoine Chauchat

## Niveau : Lycée (Terminale STL)

### Commentaires

Cette leçon est assez expérimentale et tourne autour de plusieurs techniques classiques. Nous avons réalisé la synthèse et l'extraction avec des quantités doublées pour pouvoir les analyser pendant la préparation, mais en gardant la moitié à séparer/purifier/analyser en live. Ici plusieurs expériences ont été réalisées en live : l'essorage sur Buchner et la décantation. On aurait aimé faire rentrer le banc Kofler, ce qui est faisable en se bougeant sur la première partie. Si il vous reste encore du temps, la CCM est aussi faisable en direct.

### Bibliographie

➤ *100 manipulations de chimie organique et inorganique*, Mesplède → Protocoles de synthèse du paracétamol et d'extraction de l'anéthol

### Prérequis

- CCM
- Spectroscopie infrarouge
- Fonction en chimie organique
- Solvants

### Expériences

- ☞ Extraction de l'anéthol
- ☞ Synthèse du paracétamol

### Table des matières

<b>1 Séparation</b>	<b>2</b>
1.1 Solide-Liquide . . . . .	2
1.2 Liquide-Liquide . . . . .	2
<b>2 Purification</b>	<b>3</b>
2.1 Purification d'un solide par recristallisation . . . . .	3
2.2 Purification d'un liquide par lavage . . . . .	3
<b>3 Contrôle de pureté</b>	<b>4</b>
3.1 Banc Kofler . . . . .	4
3.2 Spectre Infrarouge . . . . .	4
3.3 Chromatographie sur couche mince . . . . .	4
<b>4 Quelques remarques supplémentaires</b>	<b>4</b>

## Introduction

Au tableau : séparer à gauche paracétamol et à droite anéthol.

La synthèse de produits organique est présente dans énormément de domaines. Par exemple dans le domaine de la santé, avec la synthèse de médicaments tels le paracétamol, qui est un solide. Mais une fois la réaction de synthèse effectuée, quelles sont les étapes importantes à suivre avant de pouvoir commercialiser le paracétamol ? Autrement dit, comment traiter le résultat d'une synthèse organique ?

Le même problème se pose pour la synthèse d'un liquide et les techniques employées sont différentes, prenons l'exemple de l'extraction de l'anéthol dans l'anis vert.

Nous allons voir qu'il y a trois étapes clés : la séparation, la purification et enfin le contrôle de pureté.

## 1 Séparation

### 1.1 Solide–Liquide

La synthèse du paracétamol est faite selon la réaction suivante : (insérer image du livre).

Le paracétamol est un précipité solide en phase aqueuse. La méthode la plus simple est de filtrer par gravité. On place un papier filtre dans un entonnoir au-dessus d'un béccher poubelle et on laisse la gravité essorer. C'est lent et peu efficace. On peut améliorer ça avec un essorage sous vide avec un filtre Büchner par exemple. Manipulation de chimie organique : lunettes, gant, hotte notamment anhydride acétique. Expliquer la différence essorage (le produit gardé est le solide) filtrage (le produit gardé est le liquide) au tableau. Expliquer derrière la hotte les étapes de la manipulation et le principe de l'essorage sur Büchner.

#### Synthèse du paracétamol

 Mesplède



Essorage sur Büchner du paracétamol

### 1.2 Liquide–Liquide

On considère l'extraction de l'anéthol de l'anis vert. On broie de l'anéthol et on solubilise l'anéthol dans du dichlorométhane. Ne pas faire de schéma de l'ampoule à décanter. Expliquer sous la hotte.

#### Extraction de l'anéthol

 Mesplède



Décantation de la phase organique (anéthol+dichlorométhane) à laquelle on a ajouté 10mL d'eau distillée pour la laver. Le rôle du lavage sera détaillé dans la partie II/2, ici nous nous intéressons à la séparation. Bien faire attention à dégazer sous la hotte et à déboucher la fiole avant de séparer les phases.

Après décanation il reste à se débarrasser du solvant. Ça peut se faire par évaporation dans un évaporateur rotatif.

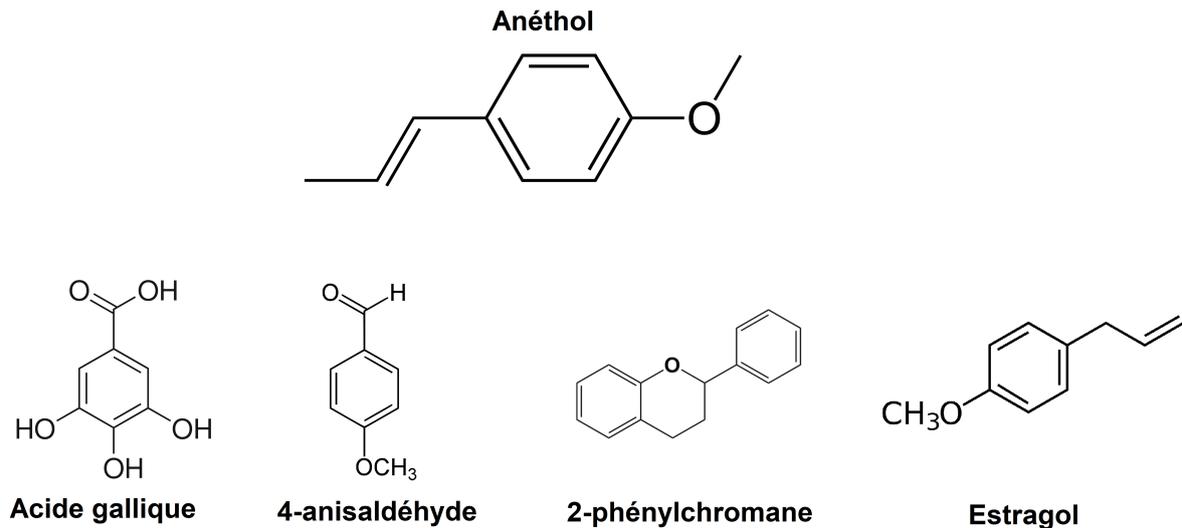


Fig. 1 : Les différentes molécules présentes dans l'anis vert à priori. L'anéthol majoritaire.

Ampoule à décanter

↓ *Après séparation, le produit d'intérêt n'est pas seul dans sa phase, il est nécessaire de le purifier. Par exemple des impuretés dans le paracétamol, destiné à être ingéré, pourraient être nocive pour le corps humain*

## 2 Purification

### 2.1 Purification d'un solide par recristallisation

Au tableau : *Recristallisation*

#### Recristallisation du paracétamol

Illustrer avec des ballons Montage à reflux. On recristallise à l'eau. On choisit le solvant pour que le solide d'intérêt soit soluble uniquement à chaud mais que les impuretés soient solubles à froid et à chaud. On ajoute la quantité minimale de solvant pour laquelle tout le solide est dissous pour ne pas perdre de produit d'intérêt. Ensuite on refroidit lentement le mélange pour laisser le solide recristalliser sans emprisonner les impuretés. (température ambiante, bain d'eau, bain d'eau glacée)

### 2.2 Purification d'un liquide par lavage

Toujours sur ampoule à décanter, dégagement gazeux. On ajoute l'eau pour faire passer des impuretés (ex : acide gallique polaire protique) en phase aqueuse (polaire protique).

Rappeler différence lavage et extraction.

Lorsque l'on a décanté on a préféré garder un peu de phase aqueuse plutôt que de perdre de la phase organique. En effet la prochaine étape de purification est le séchage par sulfate de magnésium. Séchage sur sulfate de magnésium et *filtrage* (car maintenant on garde le liquide issu, c'est bien une filtration).

| *Une fois le produit d'intérêt purifié, comment s'assurer de sa pureté ?*



## 3 Contrôle de pureté

### 3.1 Banc Kofler

Un banc Kofler sert à mesurer la température de fusion de solides, une fois le banc étalonné. Son principe est de relier une position à une température. Généralement, la présence de solvant augmente la température de fusion et la présence d'impuretés baissent cette température de fusion (cf. diagrammes binaires).

Étalonnage du banc Kofler et mesure de la température de fusion du paracétamol avant et après recristallisation.

### 3.2 Spectre Infrarouge

Réalisation du spectre IR des deux produits et comparaisons avec ceux trouvés sur la base de donnée [sdb](#).

Pour le paracétamol, large bande à  $3500\text{ cm}^{-1}$  et bande à  $1700\text{ cm}^{-1}$  pour la double liaison C O

### 3.3 Chromatographie sur couche mince

On a réalisé la CCM du produit après évaporation sur évaporateur rotatif. On observe quatre taches à des hauteurs différentes : le produit n'est pas pur ! On pouvait s'y attendre : en effet certains composés ne sont pas solubles en phase aqueuse et ne sont donc pas partis au lavage. Certains composés sont d'ailleurs très proches structurellement (anéthol et estragol, changement de place d'une liaison double C-C) ainsi leur séparation ne sera pas aisée.

## Conclusion

En chimie organique ces trois processus : séparation, purification et contrôle de pureté sont omniprésents ils sont mis en œuvre dans la majorité des synthèses. Cela rend leur compréhension fondamentale.

**Ouverture :** On remarque ici que l'anéthol n'est pas pur : la CCM révèle 4 taches distinctes. De plus l'estragol et l'anéthol doivent se confondre sur CCM. La purification doit donc être poursuivie si l'on veut obtenir de l'anéthol pur. La séparation entre anéthol et estragol peut notamment poser problème car ces composés ont des structures très proches.

## 4 Quelques remarques supplémentaires

La présence d'impuretés dans un solide baisse sa température de fusion, néanmoins on peut avoir une température de fusion plus élevée et avoir des impuretés présentes, par exemple si le solide synthétisé n'est pas le bon produit et qu'il a une température de fusion plus élevée que le solide attendu. Dans tous les cas retenir présence d'impuretés → température de fusion moins élevée, mais pas la relation inverse.

Il est possible d'échanger l'ordre de la partie III/ et de la partie II/ : en effet lors d'une synthèse organique le contrôle de pureté est une étape : si le produit est pur, on s'arrête là, mais si ce n'est pas le cas il faut continuer la purification. Cet échange permettrait par exemple la mesure de la température de fusion du paracétamol avant recristallisation qui devrait montrer son impureté.