

# LC01 SÉPARATION, PURIFICATIONS, CONTROLE DE PURETÉ

29 mai 2020

MONNET Benjamin &

## Niveau : L3

## Commentaires du jury

### 0.0.1 Séparation

#### Solide

*Cristallisation*

On diminue la solubilité du solide en abaissant la température. On filtre et on lave

#### Liquide

*Extraction liquide-liquide*

On utilise un deuxième solvant non miscible avec le premier qui solvate davantage notre produit, par agitation mécanique, on extrait ce dernier dans le nouveau solvant, on sépare ensuite pas phases par gravité. Enfin, on évapore le solvant

### 0.0.2 Purification

#### Solide

*Recristallisation*

On redissout à chaud dans un solvant bien choisi qui doit solubiliser les impuretés à toutes les températures et le solide voulu uniquement à haute température. On refroidit lentement afin de recristalliser uniquement le solide d'intérêt.

#### Liquide

*Distillation*

On utilise une technique basée sur la différence de température d'ébullition entre le produit d'intérêt et le solvant

### 0.0.3 Analyse

Solide	Solide et Liquide	Liquide
Point de Fusion (banc Kofler)	CCM, spectroscopie : UV-visibl, IR ou RMN	Point d'ébullition et densité

## Bibliographie

- *100 manipulations de chimie organique et inorganique*, → Description des techniques expérimentales  
Mesplède
- *Travaux pratiques de Physique Chimie (Seconde, Première, Terminale*, Bordas → les deux expériences s'y trouvent
- *Seconde Nathan* (ou Belin) *programme 2010* → extraction de l'eugénol et y'a le programme
- **JFLM 2** → Aspirine

## Prérequis

- Densité, miscibilité
- Changement d'état
- Notions de base en chimie expérimentale
- IR, RMN
- Groupements caractéristiques

## Expériences



## Table des matières

0.0.1 Séparation . . . . .	1
----------------------------	---

0.0.2	Purification . . . . .	1
0.0.3	Analyse . . . . .	1
<b>1</b>	<b>Extraction de l'eugénol</b>	<b>3</b>
1.1	Extraction de l'huile . . . . .	3
1.2	Séparation . . . . .	4
1.3	Contrôle de pureté par CCM . . . . .	5
<b>2</b>	<b>Synthèse de l'aspirine</b>	<b>6</b>
2.1	Principe de la synthèse et purification (faire 2 parties) . . . . .	6
2.2	Contrôle de pureté . . . . .	7

## Introduction

En chimie, on a souvent besoin lors des synthèses réalisées, de garder un seul des produits obtenus. Il faut donc être capable de la séparer du reste. De plus, on veut que le produit soit le plus pur possible car c'est celui là que l'on veut et pas un autre. Enfin lorsque l'on pense avoir un produit pur, il faut contrôler que l'on a le bon produit et qu'il est pur. Il y a donc 3 temps importants : la séparation, la purification et le contrôle de pureté. Nous allons étudier chacun de ces 3 aspects à travers deux manipulations.

## 1 Extraction de l'eugénol

[https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=11&ved=2ahUKewiBw0aFw-biAhXL6eAKHSeoDvcQFurl=https%3A%2F%2Fphychim.ac-versailles.fr%2FIMG%2Fdoc%2FTP\\_clou\\_de\\_girofle.doc&usg=A0vVaw3klLBus7mSLZuqS](https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=11&ved=2ahUKewiBw0aFw-biAhXL6eAKHSeoDvcQFurl=https%3A%2F%2Fphychim.ac-versailles.fr%2FIMG%2Fdoc%2FTP_clou_de_girofle.doc&usg=A0vVaw3klLBus7mSLZuqS)

### 1.1 Extraction de l'huile

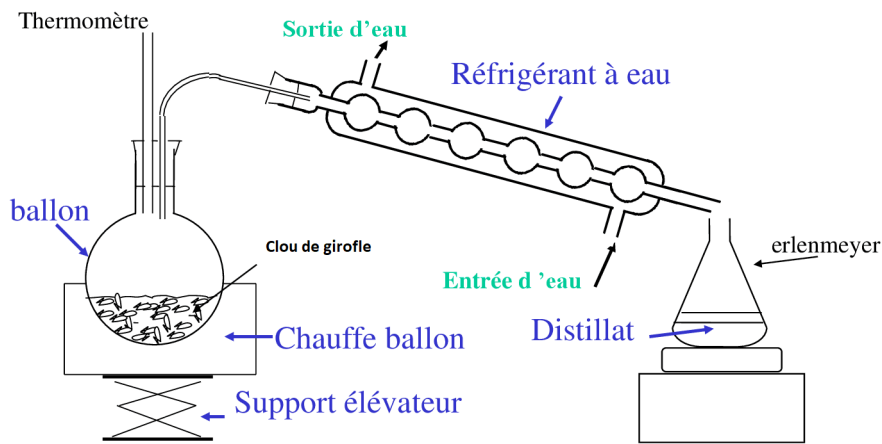
La première manipulation portera sur l'eugénol, qui est un phénol présent par exemple dans le clou de girofle. Il est par exemple utilisé pour synthétiser de la vanilline qui est le composé principale de la vanille naturelle. L'eugénol a aussi des propriétés antiseptiques (qui désinfecte) et analgésiques (qui diminue la douleur) qui font qu'il est présent dans certains médicaments. Comme on l'a dit dans l'introduction, la première étape, ça va être l'extraction de l'eugénol.

#### Extraction de l'eugénol

cf url

- Ecraser 5,0 g de clou de girofle dans un mortier
- Mettre le poudre dans un ballon de 250 mL avec 100 mL d'eau ainsi que quelques grains de pierre ponce
- Réaliser l'hydrodistillation

## HYDRODISTILLATION Le montage



On a placé 5 grammes de clou de girofle dans un ballon de 250 mL avec 100 mL d'eau. On chauffe ensuite un moment puis une fois qu'on ne récupère plus de distillat, on peut arrêter. Les molécules qui nous intéressent sont en fait entraînées par les vapeurs d'eau. On récupère donc un mélange eau/eugénol. La première étape n'est pas tout à fait réalisée car on a pas vraiment séparé l'eugénol du reste !

## 1.2 Séparation

On va maintenant isoler l'eugénol. Pour ce faire, on utilise une ampoule à décanter. L'eugénol a une densité plus élevée que celle de l'eau ( $d=1.06$ ), ce qui permet de prédire que la phase organique est en bas et la phase aqueuse est en haut. Néanmoins, une partie de l'eugénol peut rester en suspension dans l'eau. On va donc tenter de récupérer l'eugénol dans l'ampoule par extraction liquide-liquide. On choisit donc un solvant qui :

- est non miscible avec le solvant initial (eau)
- solubilise d'avantage l'eugénol
- est la moins toxique possible
- ait une température d'ébullition plus basse que l'eugénol ( $253\text{ °C}$ ) pour la suite

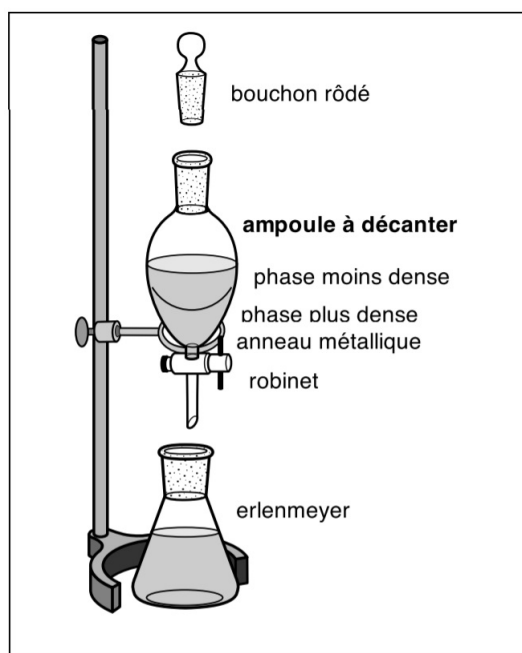


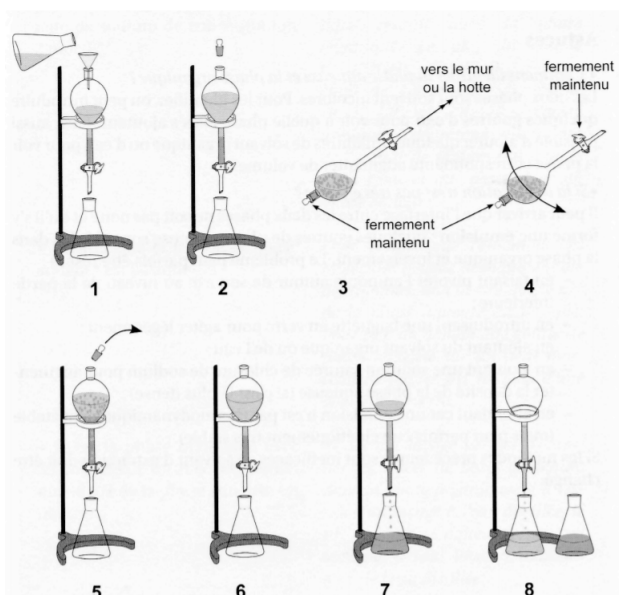
### Extraction liquide-liquide de l'eugénol



On utilise du cyclohexane (densité = 0.78). Bien penser à verser "trop" pour bien avoir que de la phase organique, qui est maintenant au dessus.

Une fois que cela est fait, on va pouvoir évaporer le solvant à l'aide d'un évaporateur rotatif. Il s'agit d'un système qui impose une pression plus faible avant d'accélérer l'évaporation.





### Evaporation du solvant par évaporateur rotatif



La température d'ébullition du cyclohexane est 80 degrés.

**Penser à tarer le ballon pour faire un calcul de rendement. Ne pas faire le rotavap devant le jury : trop long.**

Maintenant que l'on a un produit pur, on va pouvoir vérifier qu'il est pur !

### 1.3 Contrôle de pureté par CCM

On réalise ici une CCM. Bien en expliquer le fonctionnement (la lampe UV en fait partie) :

- On dépose les différents constituants sur la **phase fixe** le long d'une ligne, sur les points que l'on a bien identifié à l'aide d'un crayon à papier, qui est une plaque rectangulaire
- On remplit en avance d'un millimètre ou deux un bocal avec un **éluant**, qui va avoir la propriété de monter par capillarité le long de la phase fixe. On attend 10 minutes avec le bocal fermé pour s'assurer qu'il est bien saturé en vapeur de l'éluant avec que l'évaporation de ce dernier ne perturbe pas la mesure.
- On fait tremper l'extrémité basse de la plaque (celle où on a déposé les différentes espèces) dans l'éluant. Attention, l'éluant doit arriver en dessous des produits déposés ! On retire la plaque lorsque l'on voit le front atteindre une autre ligne que l'on aura tracé auparavant
- En montant le long de la phase fixe, l'éluant va entraîner les différentes espèces qui ont été déposées plus tôt. Selon l'affinité des espèces avec la **phase fixe** ou la phase mobile, elles vont monter plus ou moins haut. On caractérise donc une espèce par son rapport frontal :

$$R_f = \frac{h}{H}$$

## CCM de l'eugénol



On utilise un mélange de cyclohexane et d'acétate d'éthyle (60/40) donc on travaille sous hotte

**On oublie pas de saturer le bocal !**

<https://chtoukaphysique.com/?p=11841> pour des schémas !

↓ On a vu ces diverses techniques qui marchent dans le cadre d'un mélange de deux liquides. Intéressons-nous maintenant au cas d'un solide dans un solvant.

## 2 Synthèse de l'aspirine

JFLM 2

### 2.1 Principe de la synthèse et purification (faire 2 parties)

On explique brièvement la synthèse réalisée.

Nom	Acide salicylique	anhydride éthanoïque	Acide acétylsalicylique
M (g/mol)	138.1	102.1	180.2
n (mol)	$19 \cdot 10^{-3}$	$43 \cdot 10^{-3}$	/
nombre d'équivalent	1	1	1
Sécurité			

## Synthèse de l'aspirine

JFLM p150



### Etape 1 : synthèse

Mettre dans un ballon monocol de 100mL 5.0g d'acide salicylique. Ajouter ensuite 7 à 8 mL d'anhydride éthanoïque et deux gouttes d'acide sulfurique concentré.

Introduire un barreau aimanté et adapter un réfrigérant à eau. Chauffer la solution à 70 degrés pendant 15 minutes.

Laisse refroidir doucement puis mettre dans un mélange eau-glace.

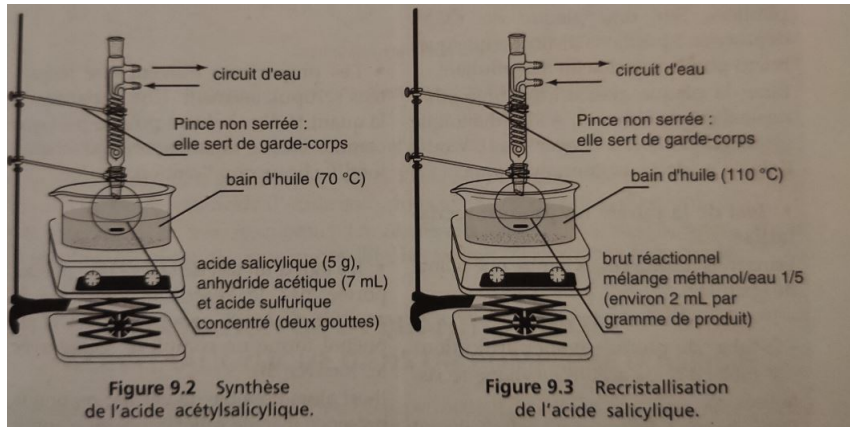
Enfin, filtrer sur Buchner.

### Etape 2 : recristallisation

Dans un mélange méthanol/eau en proportion 1/5, chauffer le brut réactionnel (15 mL de solvant suffit). Laisser refroidir lentement.

Filtrer sur Buchner.

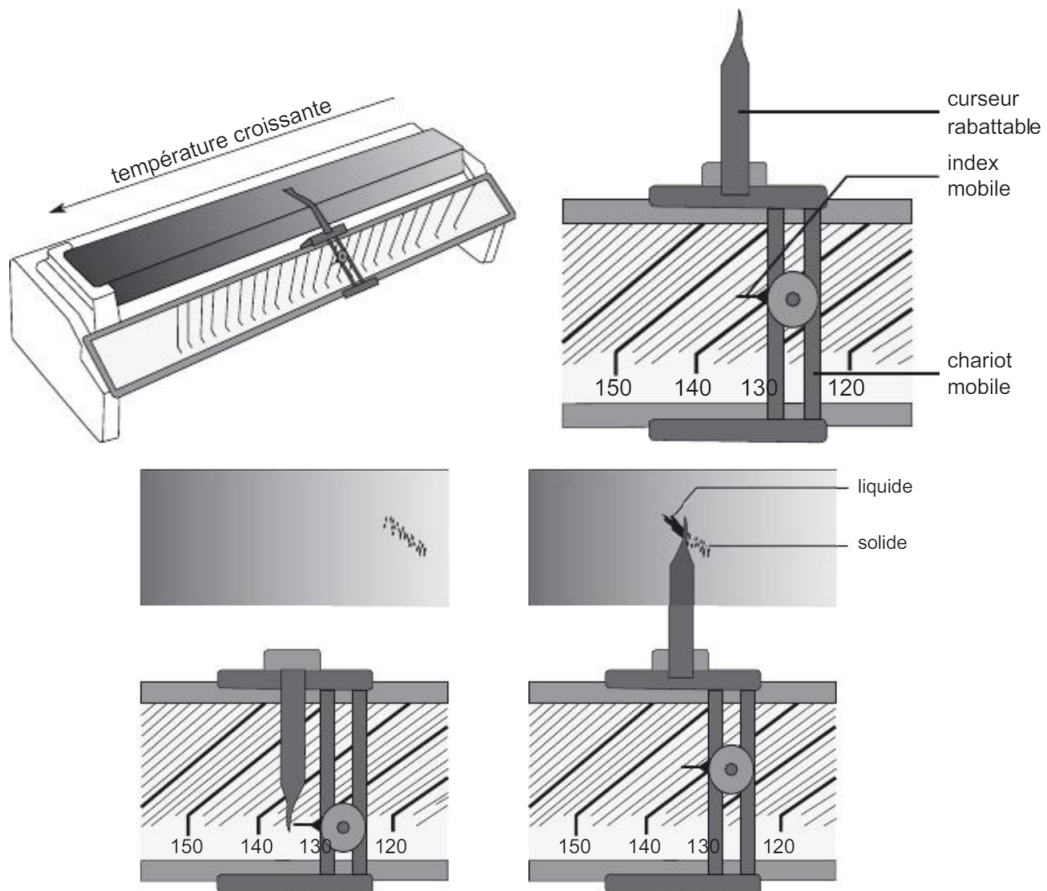
Le produit est 100 fois plus soluble dans le méthanol que dans l'eau. A la fin de cette étape, on peut calculer le rendement. Le JFLM propose un rendement de 72 %.



## 2.2 Contrôle de pureté

### Banc Kofler

Il y a aussi par spectroscopie (s'il y a le temps)



## Questions

-

## Remarques

-