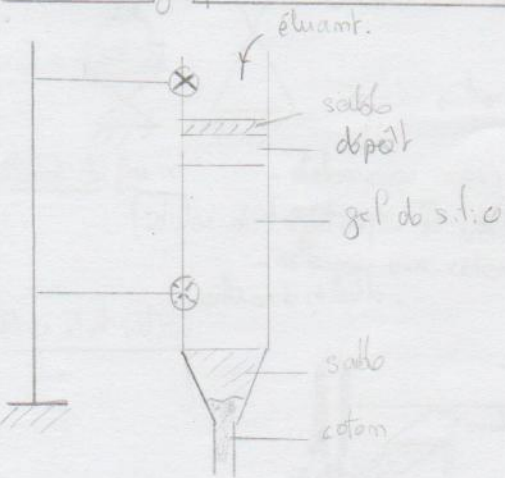


Méthodes exp. & Remarques.

Chromatographie sur colonne (CSC).



coton pur & sable.
 éluant
 gel de s.i.c. @ air comprimé
 sécher surface de la s.i.c.
 dépôt produit (pipette pasteur)
 sable (Ø et d. gâteaux).
 éluant.

∃ colonnes : soviétique
 et — avec ▽ de perles.

Gé. de s.i.c. : 1 pour 10. (⊕ 1g silica et 2mL !).

Traitement colonne : assécher (air comprimé) et on jette.

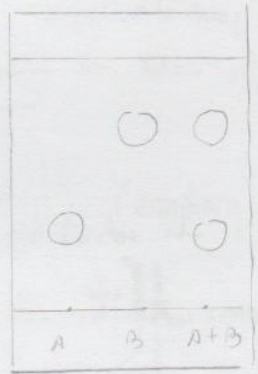
- Méthode de X préparative
- compétition Pstat, Pmob

- éluant choisi : peu CCT. → π trop haut \Rightarrow mélange imprévisible
 → π — bas \Rightarrow blocage en haut de colonne

Chromatographie sur couche mince (CCT)



1cm éluant
 (10mL) de
 cure CCT
 (⊕ papier filtre).

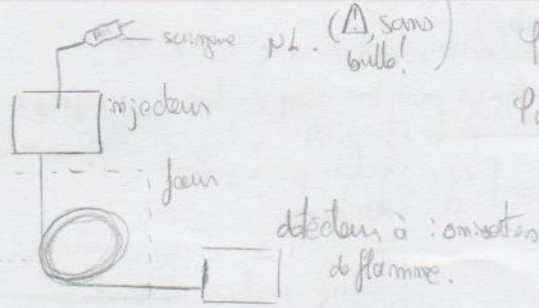


dépôt à rén. par
 en lampe UV.

- Méthode de X analytique
- tâches \Leftarrow absorber des U-V \Rightarrow bloque fluorescence s.i.c.
- \neq migration \Leftarrow compétition \neq entre s.i.c. et éluant pour les comp.

- s.i.c. @ indicateur, voit à 254 nm.

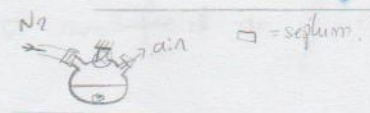
Chromatographie en phase gazeuse. (CPG)



φ_{stat} = gel de polymère
 φ_{mob} = gaz.

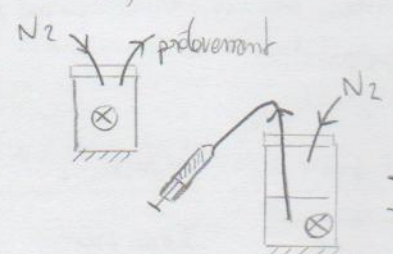
- λ analytique
- rapport $\frac{aire}{aire tot}$ \rightarrow proportion
- température de temps
- partage (de solubi)
- dilués dans éther

Atmosphère inerte



\hookrightarrow circulation nécessaire si: N_2 (léger bullage).
 (s. Argon, pas de circulat. in).

problème

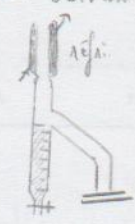


- tenir entre joint et seringue!

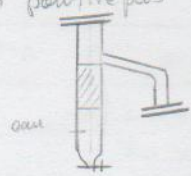
- aspirer N_2 ensuite (un peu).

Deanstark

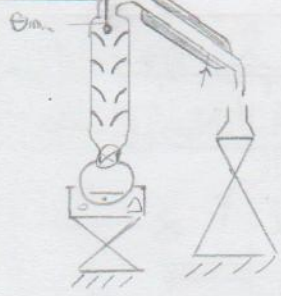
\rightarrow solvant org. non miscible \rightarrow comp vap = comp hétéroazeot.



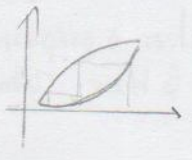
- remplir le collecteur pour ne pas assécher le ballon.



Distillation Séparation de liq miscibles.

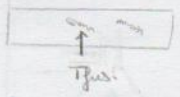


- colonne de Vigreux : condensation et ré-ébullition à chaque plateau, fraction purifiée en l.t. Teb en tête de colonne.



Point de fusion

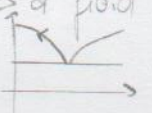
- étalonnage après estimation grossière de T_{fus} .
- mesure de T_{fus} / déplacement bilat.
- nettoyage avec coton propre (⊥ au banc!)



Recristallisation

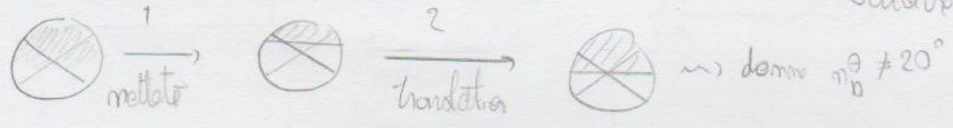


- principe: solubiliser produits et impuretés à chaud.
- recristalliser: impuretés solubles à froid → solide purifié (↑ T_{fus})
- utiliser V_{min} solvant (eau soluble produit ↑ avec solvant)



Refractométrie: mesure l'indice de réfraction d'un produit.

! réglage oculaire



! valeurs tabulées pour $\theta = 20^\circ C$

- correction $n_D^{20} = n_D^\theta + 0,0045 (\theta - 20)$. (empirique)
- nettoyage à l'éthanol.

Spectroscopie UV-Vis

- d_{max} → couleur abs → couleur complé = couleur complé

- Beer Lambert $A = \log\left(\frac{I_0}{I}\right) = \epsilon \cdot E \cdot C$

Spectroscopie IR

- vibrations des liaisons - $\sigma = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{k}{\mu}}$. k N force liaison

- BKG pur SAMPLÉ après avoir nettoyé et essuyé.

- nettoyage à l'éthanol et papier f.m.

-1/T

Polarimétrie

- Loi de Biot

$$\alpha = [\alpha]_D^{25} \cdot l \cdot C$$

l_0 l_0 $dm^{-1} \cdot g^{-1} \cdot mL$ dm $g \cdot mL^{-1}$

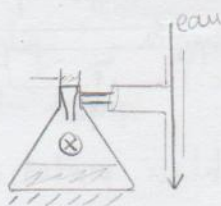
- déviation plan de polar. de la lumière p/ espèces optiq. actives.

solution à préparer : solide pesé exactement dissolu dans 10 mL éthanol.
faire le blanc. Mettre la solution. Remonter à 0.

$$\Delta [\alpha]_D^{25} = \frac{\alpha}{dm \cdot g \cdot mL}$$

Filtration sous vide.

f. thro
f. thro



- Effet Venturi

- défaire le vide avant de couper l'eau!

Si on appelle d'air (dépress-on).

- lavage du solide, sous vide on laisse le liquide peu soluble, ser les impuretés

- à froid au effet d'émulsion on mieux purification