

Manip MC3 : Séparations (extraction,  
distillations, recristallisation, chromatographies,  
...)

Léo Corne

March 2022

## Lixivation du cuivre - Une vie de cuivre

Source : F BUP 1997 Une vie de cuivre

Gestes manipulateurs :

- Filtration
- Electrolyse
- Utilisation E-pH
- Test caractéristiques
- *Titration Conductimétrique*

**Remarques :** Tests caractéristiques ( $\text{Fe}^{3+}$  avec thiocyanate = rouge,  $\text{Cu}^{2+}$  + ammoniaque = bleu nuit) // Protocole à améliorer du BUP // Ne pas oublier sulfate d'ammonium (1.75g)

---

## Réduction du camphre

Source : F, Drouin p101

Gestes manipulateurs :

- ELL
- Polarimétrie
- CPV

- IR
- CCM
- Banc Köfler

**Remarques :** Utilisation d'une chromatographie de partage et influence du solvant (ethanol/methanol) // Stéréosélectif

---

## Séparation des pigments d'épinards

**Source :** [F], Daumarie p167 + Bernard

**Gestes manipulateurs :**

- Colonne Chromato
- CCM
- UV-visible

**Remarques :** Passer au rotavap avant colonne // 2 fois plus de solvant que de silice pour le gel

---

## SNAr

**Source :** Grüber p305

**Gestes manipulateurs :**

- Colonne de chromatographie
- UV-Vis
- Fluorimétrie
- CCM
- Banc Köfler

**Remarques :** Ne pas faire une colonne trop longue, lent à éluer

---

## Nitration du toluène

Source : Blanchard p135

Gestes manipulateurs :

- CPV
- ELL
- Filtration sur fritté
- Réfraction
- Lancement
- Lavage

Remarques : Seul toluène plus réactif

---

## Résine échangeuse d'ions - $\text{Co}^{2+}$ et $\text{Ni}^{2+}$

Source : [F], Fosset p231

Gestes manipulateurs :

- Résine échangeuse d'ions
- Dilution
- UV-vis
- Dosage par étalonnage

Remarques : Faire UV-vis après dilution dans fiole jaugée // Vert = Nickel  
// Cobalt = bleu ou rose (formation de  $\text{CoCl}_4^{2-}$  // Résine amine quaternaire

---

## Extraction du limonène

Source : [F], Mesplède orga p190

**Gestes manipulateurs :**

- **Distillation**
- **ELL**
- Filtration
- indice de réfraction ?

**Remarques :** Faire extraction avec cyclohexane // Rendement de distillation pas possible, mais d'extraction oui

<https://culturesciences.chimie.ens.fr/thematiques/chimie-experimentale/synthese-organique/fiche-sur-la-technique-d-hydrodistillation>

---

## Synthèse de l'acétate de benzyle : odeur de jasmin

**Source :** Gruber p403

**Gestes manipulateurs :**

- **Dean-Stark**
- Indice de réfraction
- ELL
- CCM
- IR
- RMN

**Remarques :** Hétéroazéotrope // Volume d'eau en Dean Stark // : On vérifie que les spectres IR et RMN obtenue expérimentalement correspondent à ceux présents sur la base de données SDBDS. // Acide de Lewis comme activateur // Garde pour éviter formation de  $\text{Cl}_2$

---

## Electrodéposition du cobalt

**Source :** Gruber p97

**Gestes manipulateurs :**

- **Courbes i-E manuellement**

**Remarques :** Rendement faradique // Optimisation // Acide borique tamponne le milieu pour éviter la formation d'oxyde de cobalt (acide permet ça aussi mais modification de surtension  $H^+$ )

---

## Oxydation du menthol en menthone par eau de Javel

Source : F, Porteu-de Buchère p320

**Gestes manipulateurs :**

- **ELL**
- **CCM**
- indice de refraction
- test au KI
- IR

**Remarques :** Pour l'utilisation d'un composé naturel

[https://www.aly-abbara.com/utilitaires/calcul%20imc/calculatrice\\_degre\\_chlorometrique.html](https://www.aly-abbara.com/utilitaires/calcul%20imc/calculatrice_degre_chlorometrique.html)

---

## Solubilité de NaCl dans EtOH/H<sub>2</sub>O - Purification du sel

Source : Daumarie p139

**Gestes manipulateurs :**

- Dilution
- Potentiométrie
- Titrage
- **Purification** (filtration)

**Remarques :** Attention ne pas chauffer à sec // La purification est intéressante mais pas si surprenante

---

## Solubilité du diode

**Source :** Daumarie p125

**Gestes manipulateurs :**

- ELL
- Titrage
- UV-vis

**Remarques :**

---

## HWE

**Source :** [F], Blanchard p375

**Gestes manipulateurs :**

- Essorage
- Lavage
- lancement
- Recristallisation
- Banc Köfler
- RMN

**Remarques :** Solvant pour Purif // Attention quantité // Solvant important car si on prend du DMSO on n'a pas le même produit

---

## Dédoublément racémique du nickel

**Source :** Girard p118

**Gestes manipulateurs :**

- Lancement
- Essorage
- Filtration
- Polarimétrie

**Remarques :** 

---

## Dédoublage du binaphtol

**Source :** Annabelle + Drouin p396

**Gestes manipulateurs :**

- Essorage
- Lavage
- Polarimétrie

**Remarques :** Ne pas faire la synthèse (trop long)  

---

## Réaction de Cannizzaro

**Source :** Blanchard p301

**Gestes manipulateurs :**

- CPV
- ELL
- IR

**Remarques :** 

---

## Coefficient de partage de $I_2$

**Source :** F, Daumarie p125

Gestes manipulateurs :

- ELL
- Titrage

Remarques : 

---

## Extraction de l'eugénole du clou de girofle

Source : Mesplède p 170

Gestes manipulateurs :

- 

Remarques : 

---

## Distillation et dosage du vin

Source : Chavanne p220 // Blanchard p223

Gestes manipulateurs :

- Distillation
- Dosage

Remarques : Ne pas monter à 100°C // Montrer diagramme binaire

---

## Bauxite / Une vie d'aluminium

Source : BUP 1997 / Protocole Loïc

Gestes manipulateurs :

- Précipitation sélective
- Filtration/ Essorage
- pH-métrie
- Tests caractéristiques
- Utilisation E-pH

Remarques : 

---

## Friedel-Craft ?

Source : [F], BUP [https://bupdoc.udppc.asso.fr/consultation/article-bup.php?ID\\_fiche=20731](https://bupdoc.udppc.asso.fr/consultation/article-bup.php?ID_fiche=20731) // Drouin p228

Gestes manipulateurs :

- CCM
- ELL
- IR
- Indice de réfraction
- Lancement
- CPV
- Micro-extraction

**Remarques :** Pas de colonne ? On va préparer une manipulation (choix des réactifs) en regardant la fiche sécurité sigma des produits et réactifs afin de s'informer sur la démarche à suivre sur les moyens de protections à employer. //On souhaite comparer notre spectre RMN expérimentale avec celui qui peut être simulé sur NMRDB : [https://www.nmrdb.org/new\\_predictor/index.shtml?v=v2.121.0](https://www.nmrdb.org/new_predictor/index.shtml?v=v2.121.0)

---