

LC 10 - Synthèses, sépara^o,
purifications, contrôles de pureté.

* Programme 1^{ère} STZ-SPCL :

Extraction, séparation et purification.

Distillation simple et recristallisation.

Contrôles de pureté, chromatographie sur couche mince (CCM).

Rendement.

- Justifier le choix d'un solvant, pour extraire une espèce chimique d'un mélange réactionnel, à l'aide de données tabulées.

- Expliquer le principe d'une distillation simple.

- Expliquer le principe d'une recristallisation en justifiant le choix du solvant utilisé.

Capacités expérimentales : réaliser une distillation simple, une recristallisation, une filtration, une filtration sous vide, une extraction par solvant, un séchage.

- Expliquer le principe de la chromatographie sur couche mince.

- Commenter la pureté d'un produit à l'aide d'une observation (CCM).

Capacités expérimentales :

- Effectuer une CCM et interpréter les chromatogrammes obtenus.

- Mesurer une température de fusion.

- Déterminer le réactif limitant d'une synthèse pour calculer le rendement en produit purifié en utilisant éventuellement un tableau d'avancement.

* Sources :

→ [1] Bernard, "Techniques expérimentales en chimie." Dunod

→ [2] Nesplide, Saluzzo : "100 manipulations de chimie organique et inorganique" (l'imprimerie).

→ [3] Fiches de l'académie de Montpellier.

<https://spcl.ac-montpellier.fr/moodle/course/view.php?id=46§ion=2>

← A bien relire au moment de la prépa

* Idee: On prend 2 manip qui servent de fil rouge, une pour solide / liquide (paracétamol) et une liquide / liquide (~~lycopène liquide ou dilué~~) et on illustre les différentes compétences expérimentales via ces manip. (Adopter les expériences en fonction de la manip imposée, on ne peut pas tout faire).

* Plan: I) Séparation.

- 1) Solide / liquide.
- 2) Liquide / liquide.

estérification
car on doit faire
une synthèse.

II) Purification.

- 1) Purification d'un solide: recristallisation.
- 2) Purification d'un liquide: lavage et séchage.

III) Contrôle de pureté.

- 1) Banc Köfeler.
- 2) CCN.

Pour illustrer
certaines des
compétences

I) Séparation.

Principe: A l'issue d'une synthèse, le produit d'intérêt est très souvent mélangé avec le reste du milieu réactionnel.

→ Comment isoler le produit d'intérêt du reste du milieu réactionnel?

1) Séparer un solide et un liquide.

En préparation : synthèse du paracétamol (cf fiche)

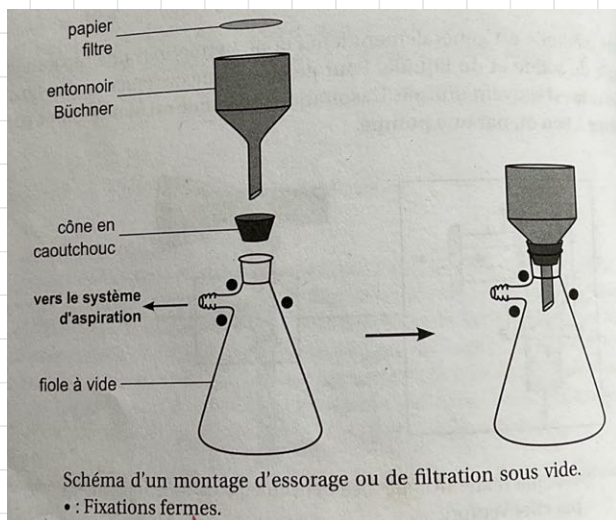
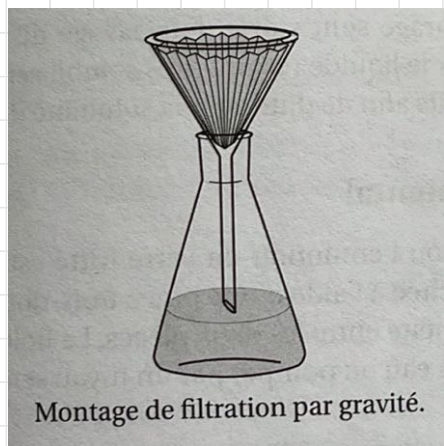
⇒ le paracétamol est sous forme solide dans le milieu réactionnel : on veut le séparer du solvant, du reste du milieu réactionnel.

• Filtration / essorage : techniques utilisées en chimie pour séparer un solide d'un liquide.
(que l'on veut récupérer)

Milieu réactionnel	Produit d'intérêt	Nomenclature
Liquide + Solide	Solide	Filtration <u>Essorage</u> ✓
	Liquide	Essorage <u>Filtration</u>

Dans notre cas : pour le paracétamol ⇒ Essorage

Schéma du dispositif expérimental :



[1], p 93-94.

Projeter sur slides le protocole pour réaliser une filtration / un essorage.

2) Séparer 2 liquides

Extraction liquide / liquide expliquée dans [1] p. 113.
On le fait avec le cyclopène / le diiode ou le limonène.

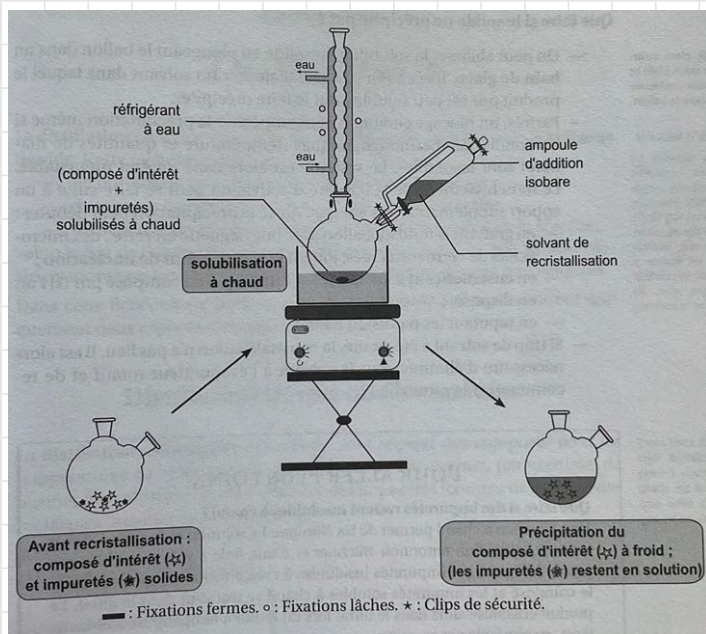
II) Purification :

1) Purification d'un solide : Recristallisation.

Présenter le principe d'une recristallisation ([1])

Recristallisation : solubiliser à chaud un composé solide impur dans un minimum de solvant dans lequel le solide pur est insoluble à froid.

Insister sur les critères pour choisir le solvant.



⚠ Ne pas faire de recrista sauf si c'est l'étape impie.
(Trop dur à faire en direct).

2) Purification d'un liquide : lavage et séchage.

- Lavage :
- verser le brut réactionnel dans l'ampoule à décanter.
 - ajouter le solvant de lavage (l'eau)
 - secouer + dégazer plusieurs fois
 - séparer la phase organique et la phase aqueuse.

Eau : parfaitement miscible avec tous les solvants orga

⇒ on doit sécher le brut réactionnel souvent en ajoutant du sulfate de magnésium anhydre puis en filtrant.
(cette fois il s'agit d'une filtration et pas d'un essorage).

III) Contrôle de pureté.

1) Banc Köfeler.

Banc : déterminer une température de fusion.

Le tout est expliqué dans [1].

2) CCN

Explication dans [1].

qq grains suffisent

Pour le paracétamol, en dissoudre un tout petit peu dans de l'eau puis utiliser de l'acétate d'éthyle comme éluant → révélation à la 10⁻⁴ N.