

Intro:

Pourquoi?

En chimie la réaction menant à la formation d'une espèce B qui nous intéresse est rarement du type: $A_1 + A_2 \rightarrow B$, mais plutôt $A_1 + A_2 + \dots + A_n \rightarrow B + C_1 + \dots + C_n$, souvent en solution.

Le but est donc d'isoler B dans un premier temps, grâce à diverses méthodes de séparation que nous allons voir dans cette leçon. Une fois cette espèce B obtenue, cette dernière possède des impuretés dues ou non à la réaction qui lui a donné naissance. Il faut donc la purifier. Et une fois ce produit purifié, nous pouvons le caractériser en contrôlant sa pureté, et ainsi finir la chaîne de production du composé.

Exemple de réaction que nous suivrons:
réaction de Cannizzaro.

Benzaldéhyde + KOH \rightarrow acide benzoïque + alcool benzylique
 $\text{Ph-CH=O} + \text{KOH} \rightarrow \text{Ph-COOH} + \text{Ph-COH}$ dans l'eau H_2O

à l'issue de cette réaction, en tenant compte du fait que la réaction n'est pas totale, il nous reste dans notre solution:

Benzaldéhyde
 Potasse
 acide benzoïque
 alcool benzylique
 eau

Nous allons, à travers cette réaction, tenter de suivre une réflexion afin de séparer ces différents composants.

I) Séparation:
 1) Préambule

Lors de séparation de composants, il s'agit d'utiliser certaines différences de propriétés des composants par rapport aux autres présents en solution, telles que la densité, la solubilité, ou encore la température de fusion.

Pour appuyer notre réflexion, nous avons essayé de connaître, dans différents solvants, la miscibilité de nos produits.

\rightarrow nous montrons plusieurs tubes à essai dans lesquels nous avons mis les produits en solution dans différents solvants.

On obtient alors le tableau suivant de miscibilité:

	Alcool	Acide	Benzaldéhyde
Et_2O	oui	Un peu	Oui
H_2O	Non	Non(pas trop)	Non
NaOH	Non	Oui	Non
Hcl	Non	Non	non

De plus, on montre un tube à essai montrant que l'éther et l'eau ne sont pas miscibles.

2) Liquide-liquide

a) extraction

On remarque que l'acide est le seul de nos 3 produits qui n'est pas miscibles dans l'ether.
Le principe de l'extraction est d'isoler une entité d'un solvant 1 en le capturant à l'aide d'un solvant 2, non miscible avec le premier, bien choisi, dans lequel cette entité est plus soluble.

→ petit schéma montrant les particules qui sont dans un solvant 1 et qui , après avoir versé le solvant 2, se retrouve dans le solvant 2.

→ on réalise l'exemple avec l'éther versé dans notre solution.

On réalise ici l'extraction de l'alcool et du benzaldehyde!

On se retrouve donc avec deux phases:

Phase orga alcool ether benzaldehyde reste d'H ₂ O	Phase aqueuse H ₂ O acide
---	--

(à faire ou pas, selon le temps, et la nécessité: démontrer que plusieurs extraction sont plus

efficaces: $m_n = m_0 \left(\frac{V_A}{K V_B + V_A} \right)^n$)

b) Decantation

Concerne deux phases liquides non miscibles, de densités différentes.

Action de la pesanteur-> laisser reposer. (il y aura un schéma de l'ampoule à décanter)

à 20 °C : d(ether)<d(eau) (avec les valeurs)

=> notre phase organique est au-dessus

c) distillation

Nous avons jouer jusqu'alors sur les différences de miscibilité et de densité de deux liquides, et obtenu deux solutions (1 phase organique, 1 phase aqueuse)

La distillation, principale méthode de séparation liq-liq

Elle se base sur les différences de T_{eb} des produits en présence.

→ explication avec un schéma du montage, en expliquant bien l'évaporation, la condensation, l'utilité du réfrigérant etc...

Rmq: on pourrait le faire ici, à l'aide de 2 distillations successives, et obtenir séparément l'alcool, le benzaldehyde et l'éther. (dont on donnera les températures d'ébullition pour appuyer le propos, 205, 179, 35

3) Solide liquide

Filtre à gravité, expliquer brièvement le principe

Filtre à vide, exemple du Büchner.

Objectif: créer une sous pression dans la fiole à vide → filtration plus efficace

fiole de garde expliquée, + effet Venturi évoqué

On fait l'expérience après avoir préalablement rajouter Hcl à la phase aqueuse pour que les ions

benzoate se solidifient en acide benzoïque. (on peut se reporter au tableau déjà évoqué pour montrer que l'acide benzoïque n'est pas soluble dans HCl, alors qu'il l'est dans la potasse (d'où le fait qu'on ne le voit pas en milieu basique)

→ on filtre l'acide au Büchner

II) Purification

Nous avons donc vu diverses méthodes de séparation des composants.
Nous allons maintenant voir comment les purifier.

1) Séchage

Le séchage d'un composé organique consiste à éliminer l'eau avec laquelle il est mélangé.

a) liquide

Pourquoi y a t il de l'eau? => solubilité de l'eau dans le solvant par exemple.

*Dessechants chimiques:

composé anhydre capables de s'hydrater

- ne pas se dissoudre dans le liquide à sécher
- ne pas provoquer de réaction chimique avec le liquide à sécher

puis: éliminer par filtration

Je ne sais pas si je mettrai cette remarque:

(Rmq: même lors d'une distillation, pendant laquelle on se dit que les dessechants ne s'évaporent pas et que donc une filtration ne sert à rien, ces mêmes dessechants peuvent relâcher l'eau qu'ils ont capté → il faut filtrer même avant une distillation.)

exemples de qqes desséchants: MgSO_4 anhydre (universel , le plus efficace)
 Na_2SO_4 anhydre

- filtration sur coton ou papiers spéciaux
-

certains cotons ou papiers filtres absorbent l'eau contenue dans un liquide (faible qté d'eau)

b) solide

*séchage à l'air libre, schéma

ou presser cristaux entre deux papiers filtres

ou plaque poreuse: → on réalise ceci avec l'acide benzoïque, et l'on compare avec et sans , à l'oeil.

- dessiccateur
explication du dessiccateur avec un schéma
substance asséchante qui capte toutes les vapeurs émises par la substance (+ pompe)

Rmq: peut être utilisé pour garder au sec

2) Recristallisation

Basé sur la solubilité différente à chaud et à froid.

Si T augmente, s augmente

principe: dissoudre le solide avec un solvant chaud, il se dissout

puis on refroidit le mélange, et le solide se recristallise, avec ou sans les impuretés, en fonction du cas dans lequel on se trouve:

- si impureté insoluble dans le solvant chaud, filtration à chaud
- si impureté soluble à chaud, et un peu à froid: filtration élimine les impuretés dans le filtrat
- si impureté soluble à chaud, et peu soluble à froid: recristallisation inutile

rmq: $s(\text{chaud}) > 5 s(\text{froid})$

$T_{\text{eb}}(\text{solvant}) < T_{\text{fus}}(\text{solide})$ pour éviter d'avoir une phase huileuse

solvants usuels: Eau, acide acétique, méthanol, ethanol (100, 118, 65, 78)

or $T_{\text{fus}}(\text{acide benzoïque}) = 122,35^\circ\text{C}$

→ tous ces solvants peuvent être utilisés pour recristalliser l'acide benzoïque

III) Contrôle de pureté

Une fois la purification réalisée, il nous reste à vérifier si cette purification s'est effectuée dans les règles de l'art, et si le composé est effectivement pur.

Pour ceci, diverses méthodes sont utilisables.

Le principe consiste à comparer les propriétés du composé obtenu, et de les comparer avec les valeurs tabulées de ces propriétés.

1) Utilisation du point de fusion

Ppe: utiliser le fait que T_{fus} est abaissée lorsque des impuretés sont présentes.

→ présentation du banc Kofler → gradient de $T^\circ\text{C}$

exemple de la manipulation avec l'acide benzoïque

nécessité d'un étalonnage

mesure (solide de « travers ») pour bien voir la zone de démarcation

parler du nettoyage? (de Tchaud vers Tfroid)

2) CCM

Description du principe de la méthode

verre, gel de silice (phase stationnaire), échantillon, éluant (phase mobile)

avec un schéma

si on observe des vitesses de montée différentes, le composé est impur.

3) Refractométrie

Utilisation de la mesure de l'indice de réfraction (sans rentrer dans les détails je pense du fait du temps)

Devrais-je privilégier l'explication de refractométrie au détriment d'un autre paragraphe de la leçon?

La conclusion n'est pas encore clairement constituée, mais je pense faire des allusions à l'industrie chimique, comme dans beaucoup de leçon.