

# Séparation, purification, contrôle de pureté

Niveau : TSTL SPCL

# Prérequis, positionnement de la leçon

## En classe de Première STL SPCL / PCM

Notions abordées	Capacités expérimentales
Les grandes étapes d'une synthèse organique Contrôle de pureté Purification Séparation	CCM, mesure de l'indice de réfraction d'un liquide Distillation simple, recristallisation Filtration sous vide avec un entonnoir Büchner, filtration sur coton par gravité

## En classe de Terminale STL SPCL – chapitres précédents : « Synthèses chimiques », « Mécanismes réactionnels »

Notions abordées	Capacités
Nomenclature	

# Points de difficulté identifiés

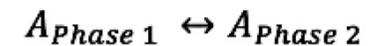
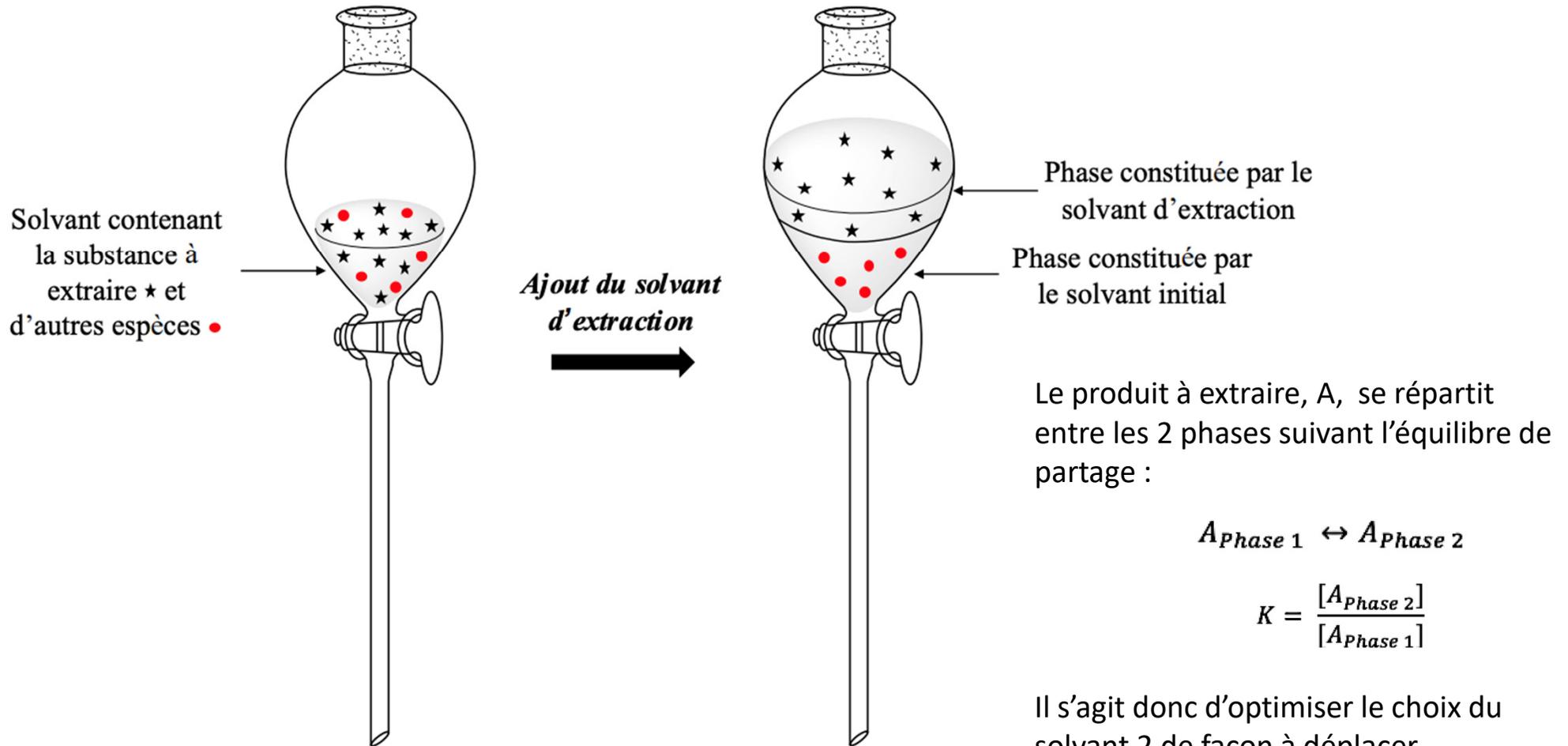
**Séparation, purification, contrôle de pureté** : ces étapes interviennent après l'arrêt de la réaction.

Après l'arrêt de la réaction le milieu réactionnel contient les produits synthétisés, le solvant, le catalyseur éventuel, éventuellement les réactifs en excès et des impuretés. **(brut réactionnel)**

Il faut alors extraire les produits, les caractériser et éventuellement les purifier.



# Principe de l'extraction liquide - liquide



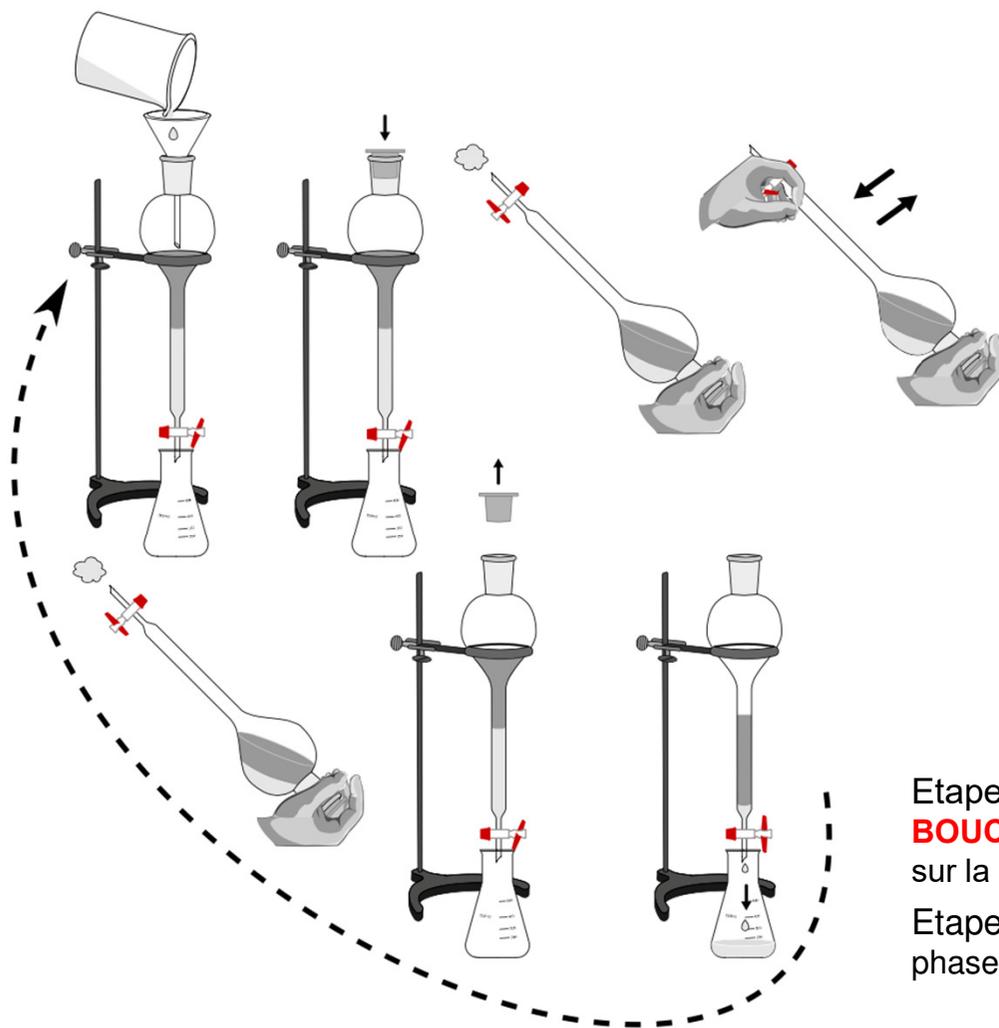
$$K = \frac{[A_{Phase\ 2}]}{[A_{Phase\ 1}]}$$

Il s'agit donc d'optimiser le choix du solvant 2 de façon à déplacer l'équilibre le plus possible vers la droite.

Les 2 solvants sont non miscibles et n'ont pas la même densité : les 2 phases vont donc pouvoir être séparées. La position relative des phases dans l'ampoule dépend de la densité relative des solvants.

# Mise en œuvre pratique d'une extraction liquide-liquide

## Schéma :



## Protocole :

Etape 1 Introduire le mélange des deux phases dans l'ampoule à décanter **en utilisant un entonnoir à liquide** pour ne pas salir le rodage. **Toujours placer un récipient sous l'ampoule**, il est très courant d'avoir une fuite du robinet.

Etape 2 : Boucher l'ampoule avec un bouchon en plastique ou en verre qui correspond au bon rodage.

Etape 3 : En maintenant fermement le bouchon, retourner l'ampoule et ouvrir le robinet **en orientant l'ampoule vers le fond de la pailleasse**, afin d'évacuer la surpression (dégazer). Refermer le robinet.

Etape 4 : En maintenant fermement l'ampoule (une main au niveau du bouchon et une main au niveau du robinet) agiter fortement l'ampoule quelques seconde pour bien mettre les deux phases en contact.

Etape 5 : Arrêter l'agitation et dégazer vers le fond de la pailleasse.

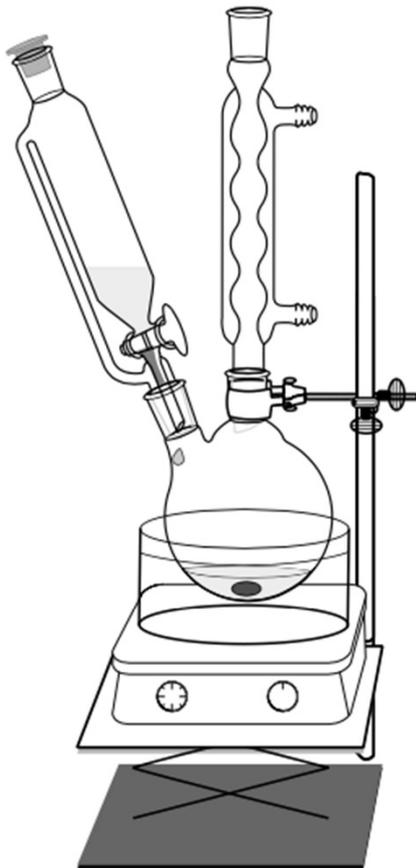
Etape 6 : Recommencer les deux étapes précédentes (3 agitations/dégazages minimum).

Etape 7 : Replacer l'ampoule verticale sur son support et **RETIRER LE BOUCHON** pour éviter qu'il soit expulsé par une éventuelle surpression et tombe sur la pailleasse.

Etape 8 : Laisser le mélange décanter quelques instants et faire couler la phase de lavage ou d'extraction.

# La recristallisation

## Schéma :



## Protocole :

**Etape 1** : Introduire le solide dans le ballon à l'aide d'un entonnoir à solide.

**Etape 2** : Remplir l'ampoule de coulée avec le mélange de solvants choisi pour la recristallisation. Utiliser un entonnoir à liquide pour remplir l'ampoule.

**Etape 3** : Recouvrir le solide de solvant (**ATTENTION** à ne pas en mettre trop).

**Etape 4** : Chauffer jusqu'à voir le reflux. Il doit normalement rester du solide non dissous, sinon c'est qu'il y avait trop de solvant initialement.

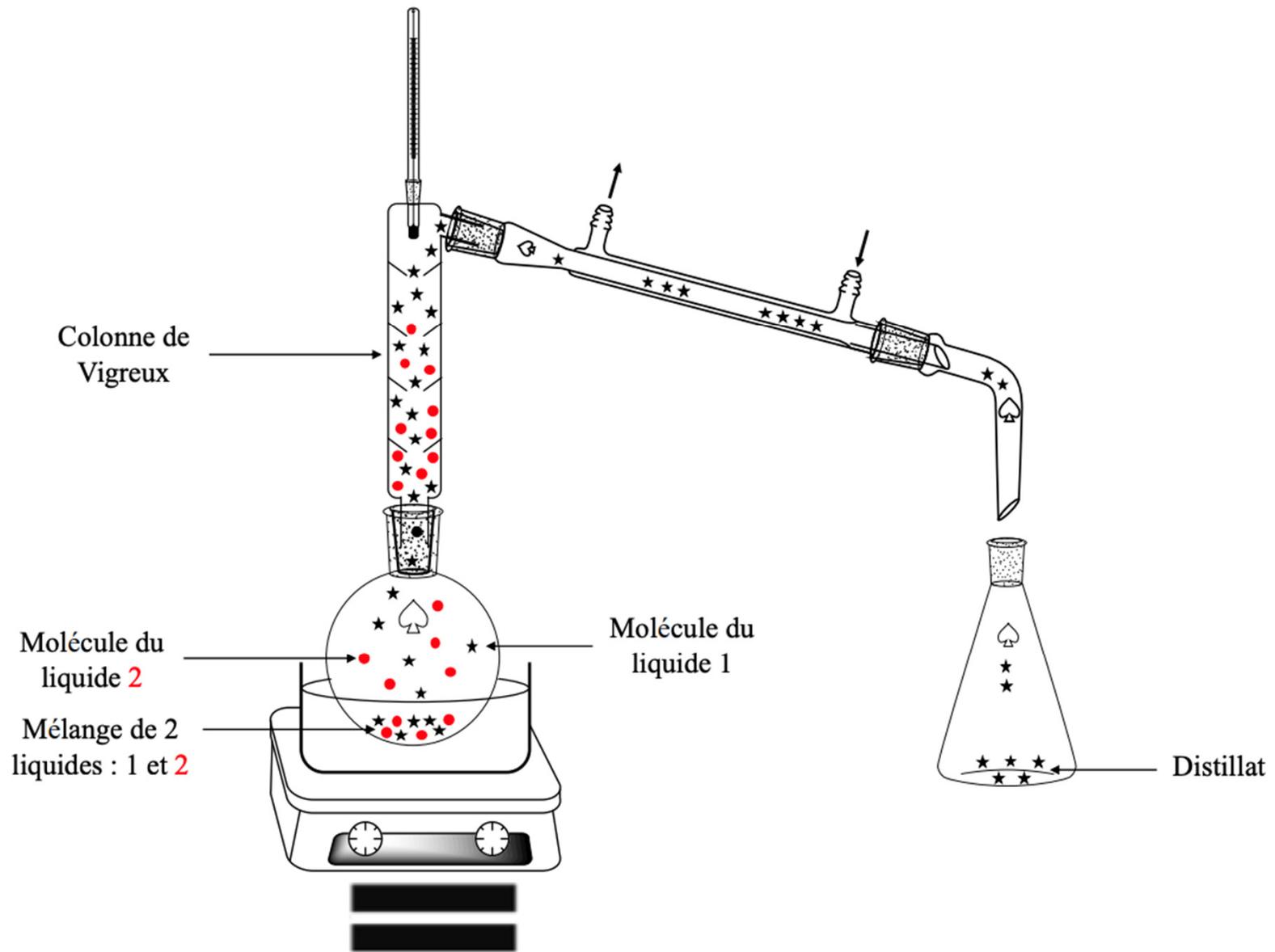
**Etape 5** : Faire couler quelques gouttes de solvant en ouvrant légèrement le robinet de l'ampoule.

**Etape 6** : Chauffer de nouveau pour atteindre le reflux. S'il reste encore du solide, reprendre les étapes 5 et 6 jusqu'à ce que tout soit dissous au reflux.

**Etape 7** : Couper l'agitation et le chauffage. Retirer le barreau aimanté avec la canne magnétique. Eloigner la source de chaleur et laisser refroidir doucement.

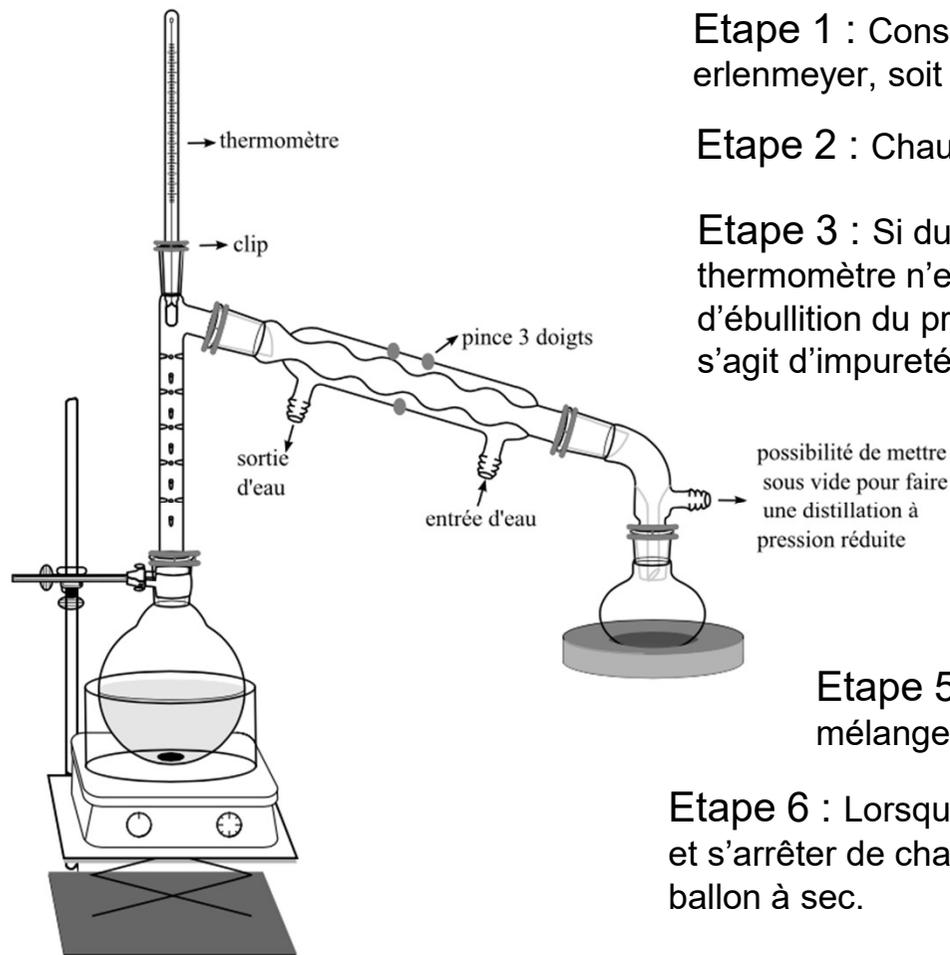
**Etape 8** : Une fois le mélange refroidi et les cristaux formés, essorer les cristaux avec un filtre Buchner.

# Principe de la distillation fractionnée



# Réalisation pratique d'une distillation fractionnée

## Schéma :



## Protocole :

Etape 1 : Construire le montage, en sortie on peut placer soit un ballon, soit un erlenmeyer, soit un séparateur avec plusieurs ballons.

Etape 2 : Chauffer le dispositif et surveiller la température lue au thermomètre.

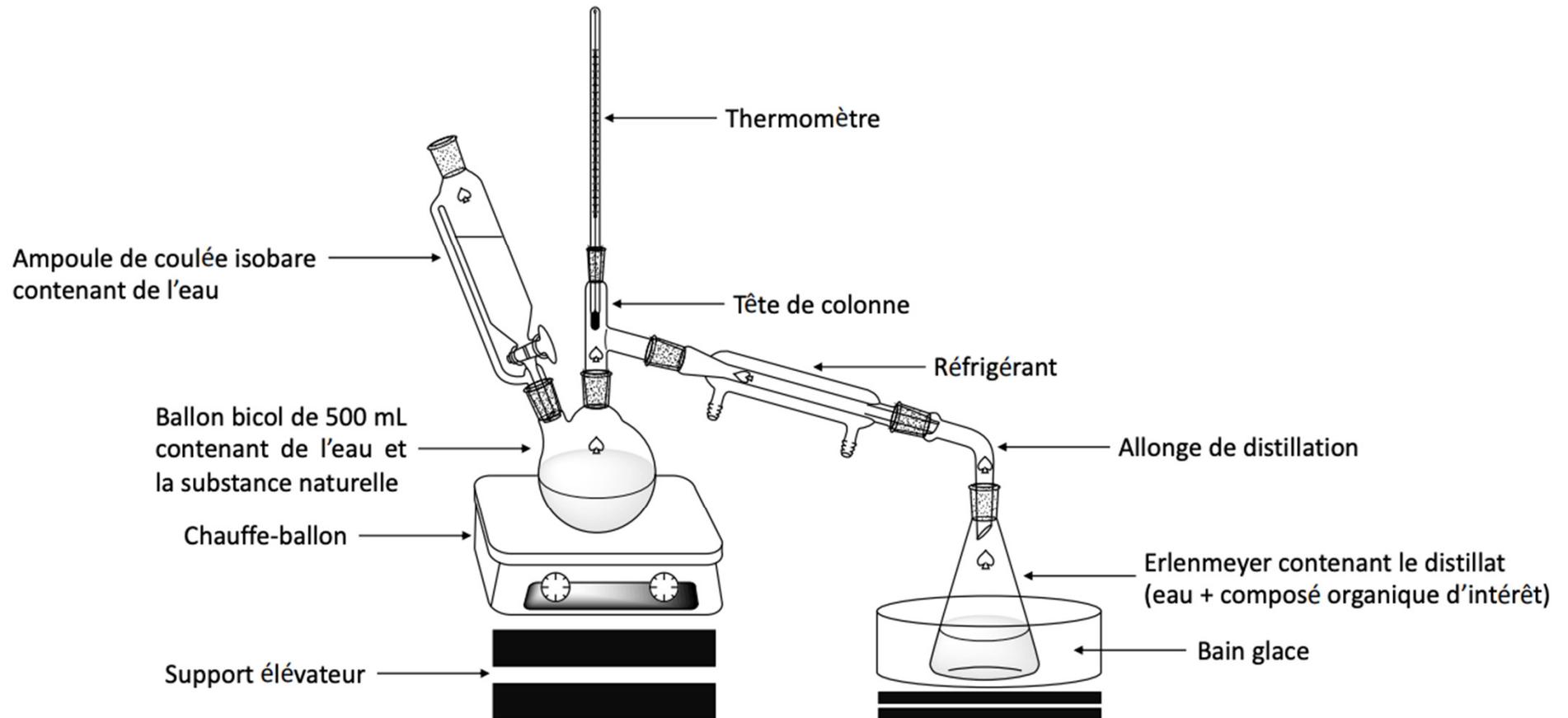
Etape 3 : Si du liquide commence à sortir alors que la température sur le thermomètre n'est pas stable et ne correspond pas du tout à la température d'ébullition du produit le plus volatil, le récolter dans un récipient poubelle. Il s'agit d'impuretés volatiles ou de reste de solvant.

Etape 4 : Lorsque la température du thermomètre atteint la température d'ébullition du produit le plus volatil, laisser passer quelques gouttes dans le récipient poubelle, puis commencer à récolter. Arrêter la récolte (et repasser au récipient poubelle) dès que la température recommence à varier.

Etape 5 : Procéder de la même manière pour les produits suivants du mélange.

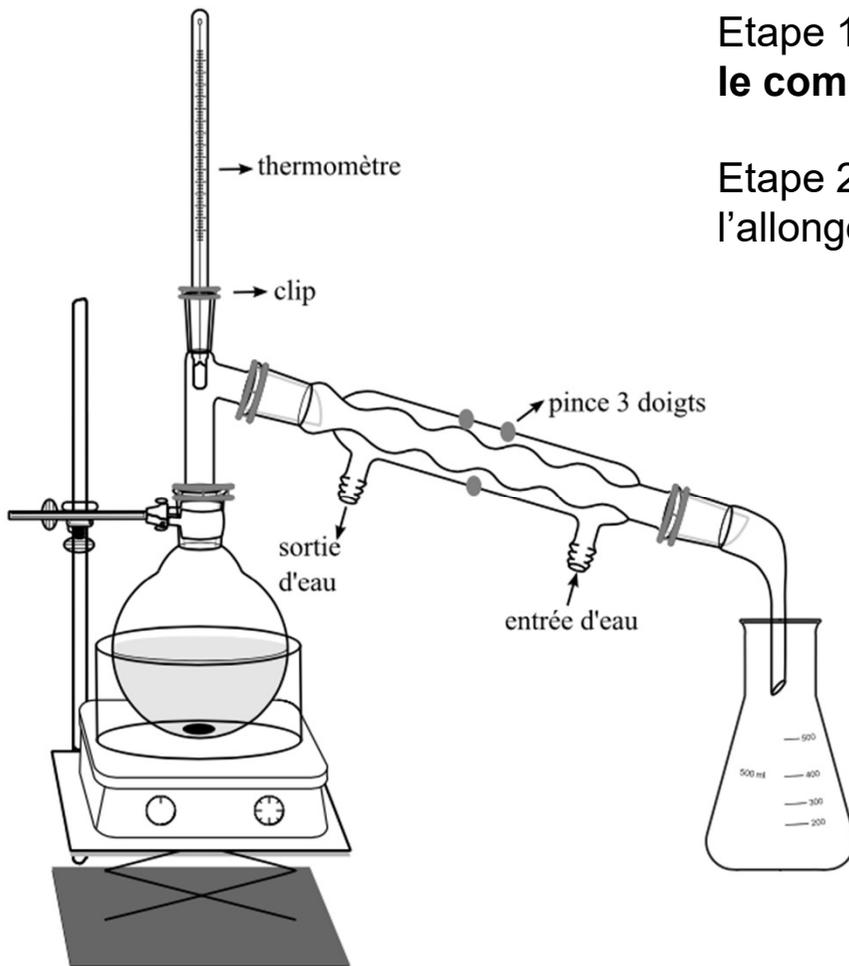
Etape 6 : Lorsque le dernier produit est en train d'être récolté, il faut surveiller le ballon et s'arrêter de chauffer dès que celui-ci est vide. Il est en effet dangereux de chauffer le ballon à sec.

# Principe d'une hydrodistillation



# Réalisation pratique d'une hydrodistillation

## Schéma :



## Protocole :

Etape 1 : Construire le montage, placer le composé à extraire (**insérer le composé**) avec un **excès** d'eau dans le ballon.

Etape 2 : Chauffer le ballon de manière à voir des vapeurs monter dans l'allonge.

Etape 3 : Si du liquide commence à distiller alors que la température indiquée par le thermomètre n'est pas stable, le récolter dans un récipient poubelle. Il s'agit d'impuretés volatiles.

Etape 4 : Lorsque la température du thermomètre atteint un plateau (la température de l'hétéroazéotrope) commencer à récolter. Arrêter la récolte (et repasser au récipient poubelle) dès que la température recommence à varier.

# Bibliographie des images

- Intro : pour la science
- Principe de l'extraction liquide-liquide : [spcl.ac-montepellier.fr](http://spcl.ac-montepellier.fr)
- Principe de la distillation fractionnée : [spcl.ac-montepellier.fr](http://spcl.ac-montepellier.fr)