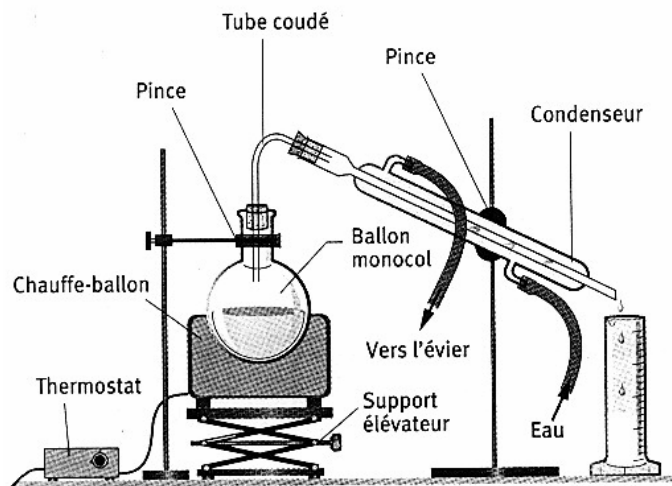


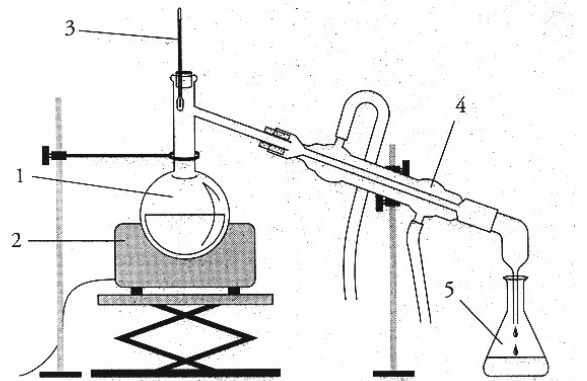
Quelques montages et manipulations en chimie organique

I°) Quelques techniques de séparation et d'extraction

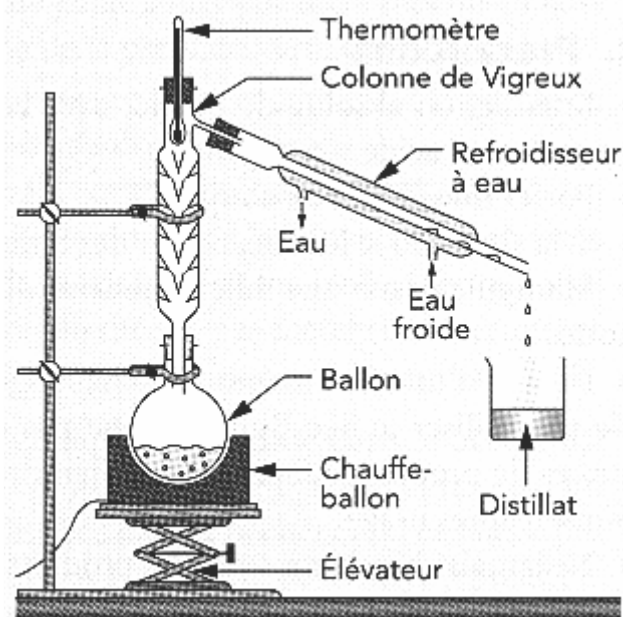
a) hydrodistillation



La vapeur d'eau entraîne le composé volatil que l'on veut extraire (il risquerait d'être dégradé par distillation directe du fait d'une température d'ébullition élevée)



b) Distillation fractionnée :



► On sépare les constituants d'un mélange homogène en utilisant un changement d'état : l'ébullition.

► Les températures d'ébullition des constituants doivent présenter un écart d'au moins 10 °C .

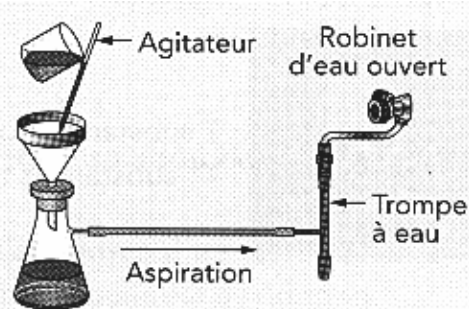
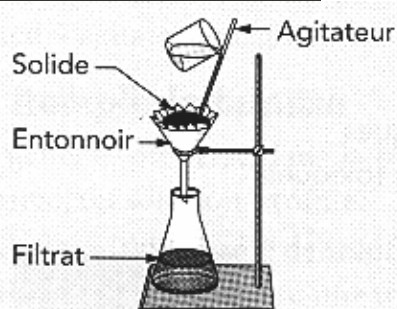
► Le thermomètre placé en haut de la colonne permet de repérer la température des vapeurs qui se « condensent » dans le réfrigérant .

► Généralement , on veut récupérer le composé le plus volatil qui constitue alors le **distillat** ;

la condition est :

$$\theta(\text{haut de la colonne}) = \theta(\text{composé le + volatil}) + 1^\circ\text{C}$$

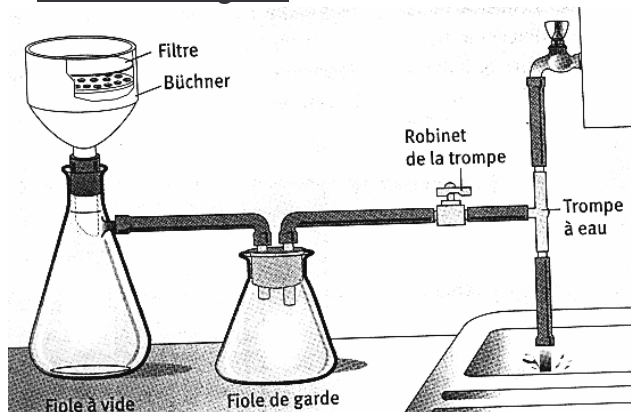
c) Filtration pour un solide en suspension



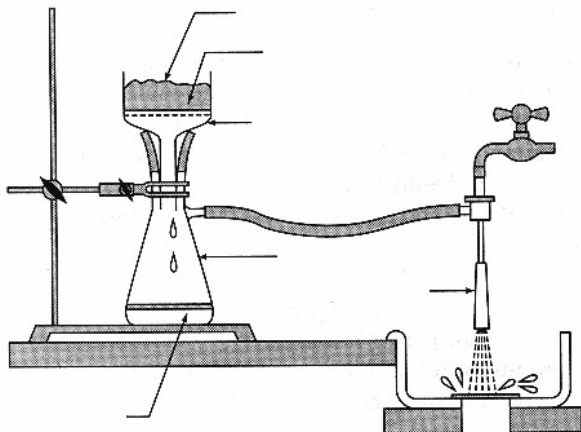
d) Filtration sur Büchner

Une filtration simple sur papier est longue à réaliser. Une filtration sur büchner est plus rapide, car elle s'effectue sous pression réduite.

► Avec fiole de garde



► Sans fiole de garde

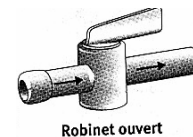


✓ La trompe à eau est branchée sur un robinet d'eau froide, qui doit être grand ouvert pendant toute la durée de l'opération.

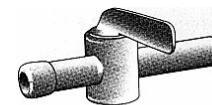
L'eau qui s'écoule à grande vitesse crée un appel d'air. La pression à l'intérieur de la fiole à vide et de la fiole de garde est alors plus basse qu'à l'extérieur.

Lorsque le mélange solide/liquide à séparer est versé dans le büchner, le liquide est aspiré et s'écoule dans la fiole à vide.

✓ La fiole de garde est un élément de sécurité, elle évite les retours d'eau dans la fiole à vide.



Robinet ouvert

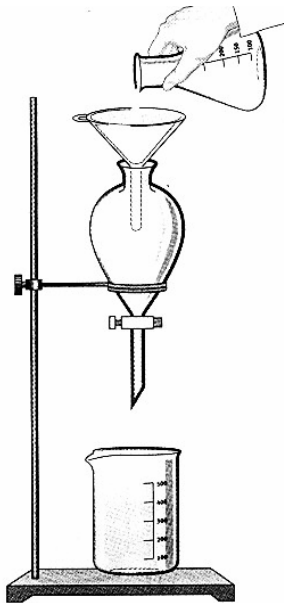


Robinet fermé

Mode opératoire

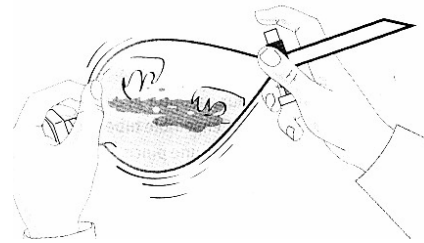
1. Vérifier que le robinet de la trompe à eau est fermé et ouvrir à fond le robinet d'eau.
2. Placer un filtre dans le büchner. Ouvrir le robinet de la trompe à eau et verser sur le filtre quelques gouttes du solvant présent dans le mélange à séparer.
3. Verser le mélange dans le büchner.
4. Lorsque la filtration est terminée, fermer d'abord le robinet de la trompe à eau, puis ensuite le robinet d'eau.

e) L'ampoule à décanter



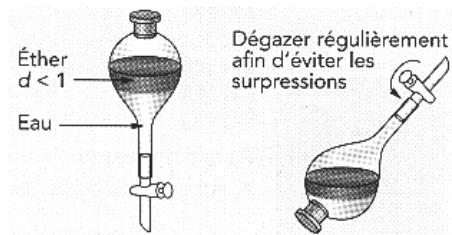
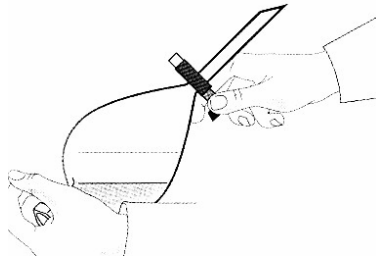
► Placer l'ampoule à décanter sur son support, robinet fermé ; disposer un récipient sous l'ampoule

► Introduire la solution contenant la substance à extraire, puis le solvant extracteur, par le haut de l'ampoule à décanter ;



► Boucher l'ampoule et la retirer de son support en prenant soin de bien tenir le bouchon d'une main et de l'autre le robinet

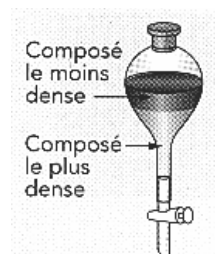
► Agiter énergiquement en ouvrant le robinet de temps en temps pour éliminer les problèmes de surpression.



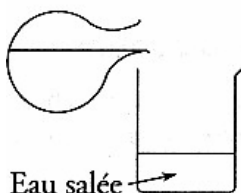
► Vérifier que le robinet est fermé puis replacer l'ampoule sur son support

► Enlever le bouchon et laisser reposer le mélange pendant quelques minutes ; les deux liquides non miscibles se séparent progressivement, jusqu'à ce qu'on observe 2 phases bien distinctes.

► Ouvrir le robinet pour laisser le liquide le plus dense s'écouler ; Le refermer lorsque la surface de séparation des 2 liquides a atteint le robinet.



f) relargage :

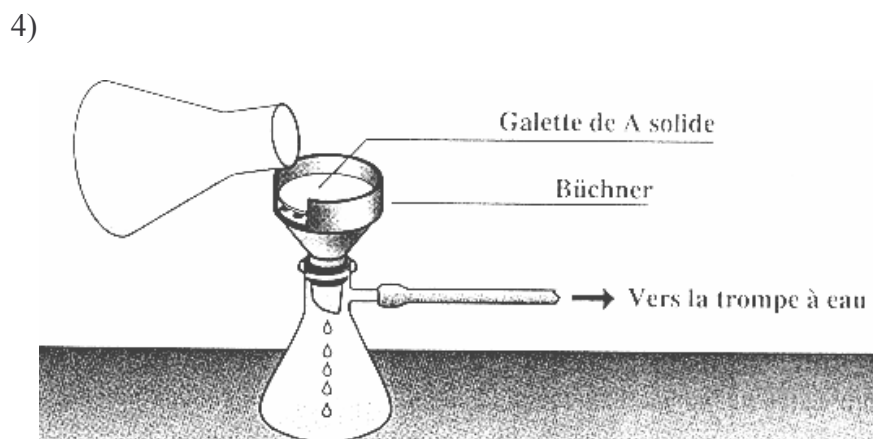
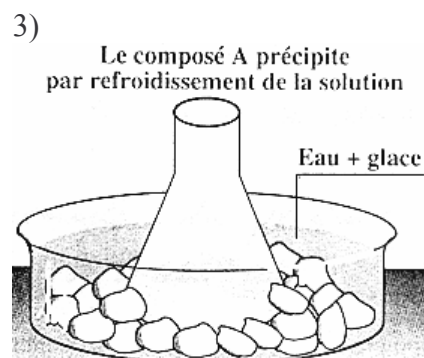
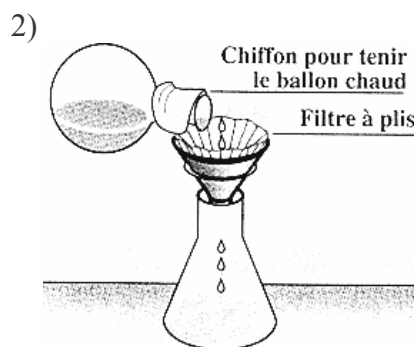
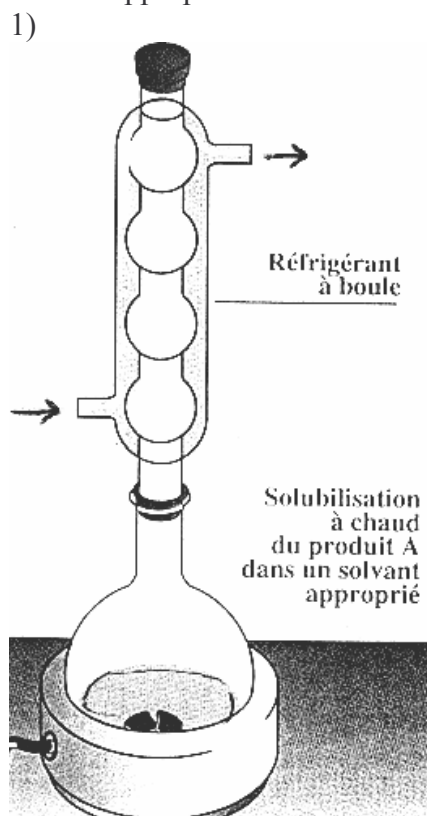


Le mélange du ballon contient en général entre autres, une espèce chimique qui est moins soluble dans l'eau que ne l'est le chlorure de sodium (sel de cuisine) ; alors cette espèce « surnage » à la surface de l'eau ce qui permet de la récupérer

g) recristallisation :

technique qui consiste à **purifier** une espèce ; quand le produit formé lors d'une synthèse, est obtenu à l'état solide mais « souillé » par des impuretés, **il faut le séparer des impuretés**

Chauffage à reflux dans un solvant approprié

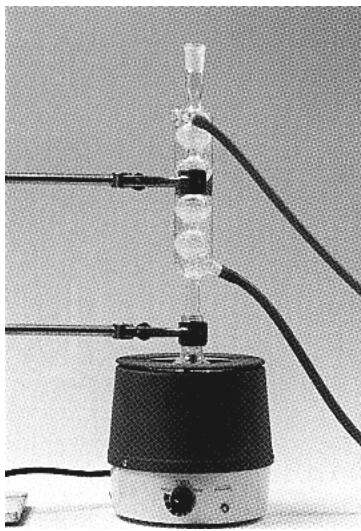


Solvant	T_{eb} en °C	Utilisé pour recristalliser
eau	100	sels, amides et acides carboxyliques
méthanol	65	usage général
éthanol	78	usage général
propanone	56	usage général
dichlorométhane	40	usage général, composés à bas point de fusion
diéthyléther	35	usage général, composés à bas point de fusion
toluène	111	composés aromatiques
heptane	98	hydrocarbures

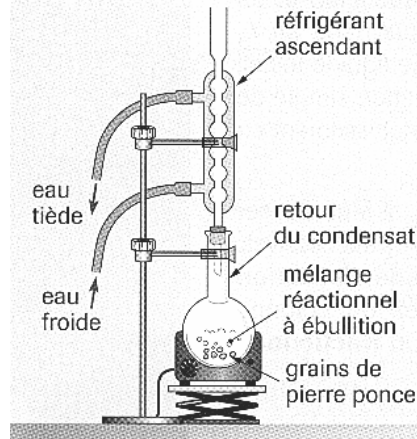
Remarque : un solvant polaire dissout facilement un soluté polaire et un solvant apolaire dissout facilement un soluté apolaire.

II°) Une technique de préparation

Le montage à reflux

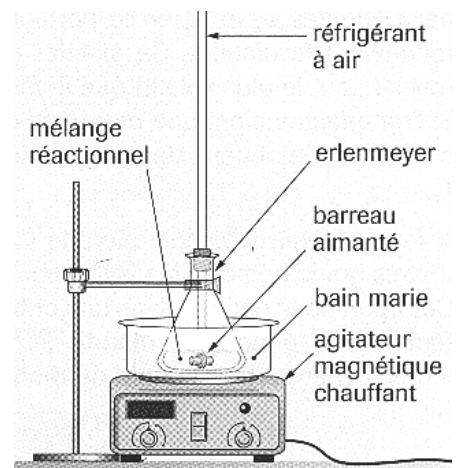


Avec refroidissement à eau



Les grains de pierre ponce (ou des billes de verre) permettent de régulariser l'ébullition (elle n'est pas tumultueuse)

Avec refroidissement à air



III°) Identification :

1°) CCM ou Chromatographie sur Couche Mince

La chromatographie est une technique de séparation couramment utilisée dans les laboratoires d'analyse. Elle est basée sur le partage des constituants d'un mélange de produits organiques ou minéraux entre deux phases : la **phase stationnaire** et la **phase mobile**. Ces deux phases peuvent être liquides, solides ou gazeuses.

La chromatographie est une technique de séparation des constituants d'un mélange et de leur identification .

Principe de la CCM :

Dans ce type de chromatographie, la séparation est fondée sur la différence d'adsorption des constituants de la phase mobile sur la phase fixe. Pour chaque composé, il existe un rapport constant entre ses concentrations dans la phase mobile (l'éluant) et la phase stationnaire. Plus la valeur de ce rapport est élevée et plus la vitesse d'éluion sera grande.

Technique :

Une expérience de séparation par CCM demande l'appareillage suivant :

- une cuve contenant l'éluant liquide, saturée par les vapeurs de l'éluant ;
- une plaque de CCM, en plastique ou en aluminium de faible épaisseur, recouverte de la phase stationnaire (alumine Al_2O_3 ou silice SiO_2) ;
- des micropipettes pour prélever puis déposer les échantillons sur la plaque ;
- diverses solutions pour révéler le chromatogramme, ou une lampe à ultraviolet.

La solution contenant les produits à séparer est déposée à l'aide d'une micropipette à environ 5 à 6 mm de la base de la plaque (fig. 15a). Puis celle-ci est placée verticalement dans la cuve, le solvant d'éluion monte le long de la plaque en entraînant de manière différente, suivant leurs affinités respectives, les différents constituants (fig. 15b). Quand le solvant a atteint le haut de la plaque, on sort celle-ci de la cuve, on passe la plaque à l'étuve pour éliminer le solvant puis on révèle les différentes taches obtenues.

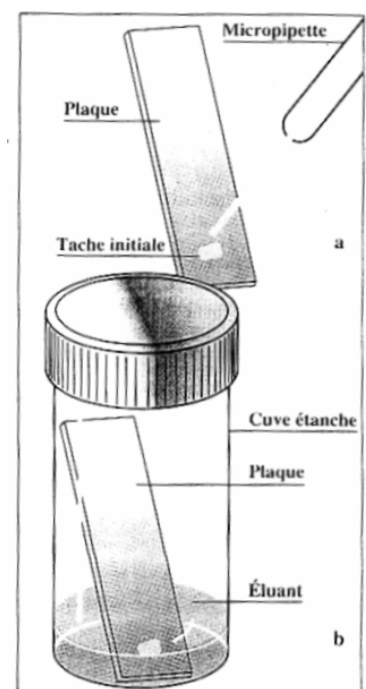


Fig. 15 • Technique de la chromatographie sur couche mince
a. Dépôt des substances en solution sur la plaque.

Révélation du chromatogramme :

Sauf dans le cas de produits colorés, il faut obtenir des taches visibles, on peut ainsi pulvériser sur la plaque :

- de l'acide nitrique ou sulfurique ; (ou autres produits bien choisis)
- une solution de diode ;
- une solution de pentachlorure d'antimoine à 50 % dans CCl_4 .

On peut aussi examiner la plaque en lumière ultra-violette.

Caractérisation des différentes espèces :

On appelle référence frontale R_f d'un composé le rapport de la distance parcourue par le composé à la distance parcourue par le solvant (fig. 16). Le R_f est une grandeur caractéristique de chaque constituant pour un solvant et une phase fixe donnés.

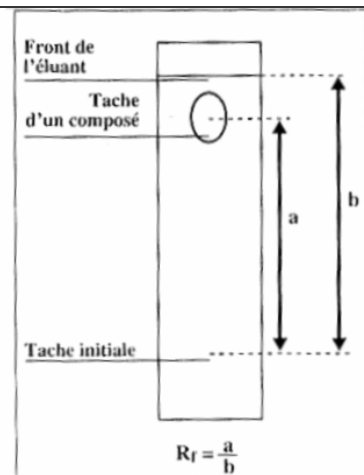


Fig. 16 • Après révélation du chromatogramme, détermination de la référence frontale R_f .

2°) température de changement d'état :

un corps pur change d'état physique à **une température définie** qui dépend des conditions de températures et pression ; c'est un critère d'identification du corps pur .

a) température de fusion :

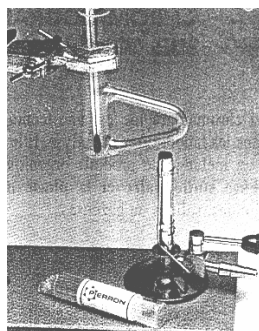
L'équilibre solide-liquide s'effectue, à pression donnée, à une température caractéristique appelée température de fusion et notée T_f . Il s'agit d'une constante physique indépendante de la pression, mais la présence d'impuretés dans l'échantillon fait diminuer la température de fusion. Elle peut donc servir de critère de pureté d'un produit.

La détermination du point de fusion est effectuée au laboratoire grâce à deux appareils : le tube de Thiele et le banc chauffant de Kofler.

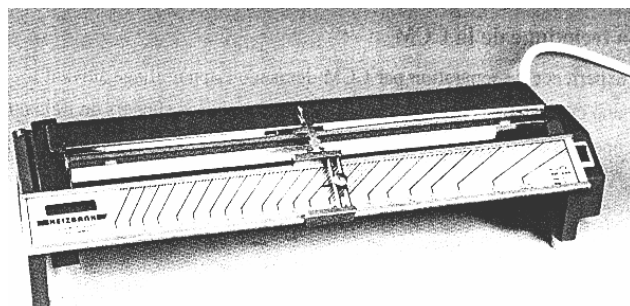
Introduire un peu de substance dans un verre très fin (capillaire) fixé à un thermomètre, puis plonger l'ensemble dans un bain d'huile que l'on chauffe lentement. Grâce à sa forme spéciale, qui crée des courants de convection, la température augmente régulièrement et uniformément, surtout à l'endroit où l'échantillon est placé. Repérer visuellement l'intervalle de température entre lequel la substance commence à fondre et celui où tout est liquide. On peut obtenir des résultats du type :

- acide benzoïque : (121-122 °C) ;
- acide salicylique : (156-158 °C).

Le tube de Thiele



Le banc chauffant Kofler



L'échantillon est dispersé sous la forme d'une ligne, sur le banc de chauffe dont la température varie progressivement sur toute sa longueur. Repérer la frontière entre la zone liquide et la zone solide. La température est lue à l'aide d'un curseur muni d'un indicateur ajusté et étalonné au préalable par des substances étalons.

b) température de fusion :

L'équilibre liquide-vapeur s'effectue sous une pression donnée à une température caractéristique, la température d'ébullition notée T_{eb} . Il s'agit là encore d'une grandeur caractéristique d'un corps pur, sensible à la pression et aux impuretés éventuelles (qui font augmenter T_{eb}).

Méthode de détermination : le chauffage du liquide dans un tube à essais ouvert (fig. 19) donne naissance à des vapeurs. Lorsqu'elles atteignent la tige du thermomètre, on peut lire la température d'ébullition T_{eb} .

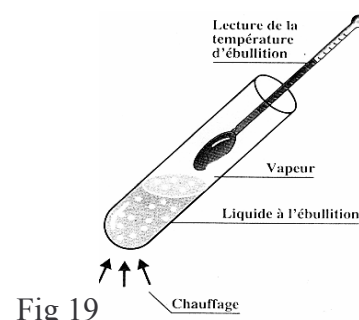


Fig 19