

Activité expérimentale : Techniques d'isolement, de purification et d'analyse (ou d'identification)

I- ISOLEMENT (OU SEPARATION) ET IDENTIFICATION PAR DISTILLATION FRACTIONNEE

Expérience 1 : Distillation fractionnée du mélange éthanol + pentane.

Températures d'ébullition : $T_{\text{éthanol}} = 78 \text{ °C}$ et $T_{\text{pentane}} = 36 \text{ °C}$

Quelle est l'évolution de la température au cours de la séparation ?

A quoi sert la colonne de Vigreux ?

II- EXEMPLE D'IDENTIFICATION : MASSE VOLUMIQUE DE L'ETHANOL

Expérience 2 :

Proposer un protocole permettant de mesurer la masse volumique de l'éthanol :

Schéma :

Réaliser l'expérience.

Calculer la masse volumique de l'éthanol :

Donnée : densité de l'éthanol à 95° $d = 0,803$

III- PURIFICATION PAR RECRISTALLISATION ET IDENTIFICATION : EXEMPLE DE L'ACIDE SALICYLIQUE

DONNEES :

Tableau de solubilité	Solubilité dans l'eau à 0°C	Solubilité dans l'eau à 20°C	Solubilité dans l'eau à 80°C
Acide salicylique	1,2 g.L ⁻¹	2,0 g.L ⁻¹	22,1 g.L ⁻¹

Expérience 3 : Réaliser le protocole suivant :

- Prélever 1 g d'acide salicylique à 99%.
- Verser le prélèvement dans un erlenmeyer 125 mL
- Rajouter 50 mL d'eau.
- Faire chauffer sur plaque chauffante jusqu'à dissolution du solide.
- Faire refroidir à l'air.

Qu'observe-t-on ?

Pourquoi peut-on réaliser une recristallisation de l'acide salicylique ?

Pourquoi aurait-on souhaité refroidir dans de l'eau glacée ?

Expérience 4 : Séparation par filtration sur Büchner.

Procéder à la filtration sur Büchner l'acide salicylique.

Quel est l'intérêt d'une filtration sur Büchner ?

Schéma :

IV- IDENTIFICATION DE L'ACIDE SALICYLIQUE

Expérience 5 :

1- Par mesure du point de fusion avec banc KOFLER.

Quelle valeur de température de fusion trouve-t-on ? Commenter.

Expérience 6 :

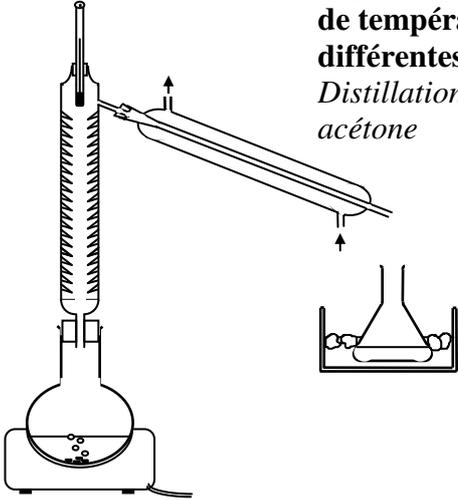
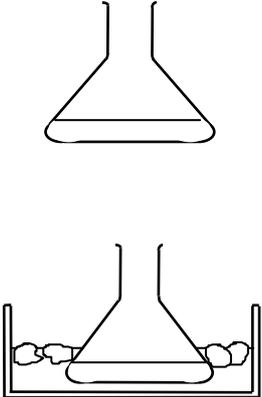
2- Par chromatographie sur couche mince (CCM).

Ecrire ci-dessous le protocole pour réaliser la CCM de l'acide salicylique :

Quel est l'intérêt de la CCM ?

Fiche méthode : Techniques d'isolement, de purification et d'analyse (ou d'identification)

I- METHODES DE PURIFICATION

Méthodes de purification	Montage	Objectifs (exemples)	Principe
<p>Pour un liquide</p> <p>DISTILLATION</p> <p><u>Le distillat contient le constituant le plus volatil (température d'ébullition plus faible)</u></p>		<p>Séparer plusieurs liquides miscibles de température d'ébullition différentes</p> <p><i>Distillation d'un mélange eau-acétone</i></p>	<p>On chauffe le mélange jusqu'à ébullition et on condense la vapeur formée</p>
<p>Pour un solide</p> <p>RECRISTALLISATION</p>		<p>Séparer les impuretés solides ou liquides d'une substance A cristallisée que l'on veut pure</p> <p><i>Recristallisation de l'acide salicylique</i> <i>Recristallisation du paracétamol</i></p>	<p>On doit choisir un solvant dans lequel A est soluble à chaud mais pas à froid Les impuretés doivent avoir une solubilité inverse à chaud ou à froid pour être séparées.</p>

II- METHODES D'IDENTIFICATION D'UN CORPS PUR :

→ Par les propriétés physiques (et comparaison aux valeurs tabulées)

*Température d'EBULLITION pour un liquide

* Température de fusion pour un solide

* MASSE VOLUMIQUE pour un liquide



Expérience : Mesure de la température de FUSION sur un Banc KOFLER

→ Par l'analyse spectroscopique (UV, IR, RMN)

→ Par la chromatographie en couche mince (et comparaison à la hauteur de migration de références connues)

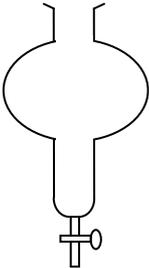
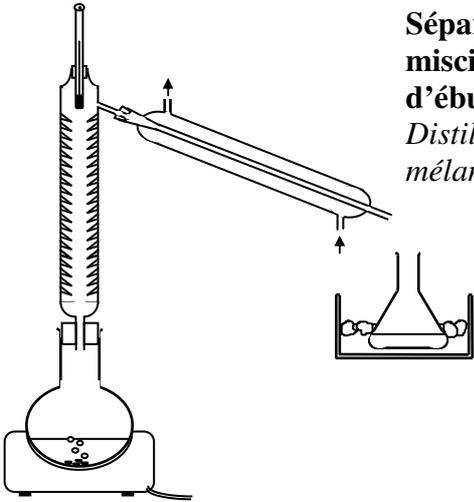
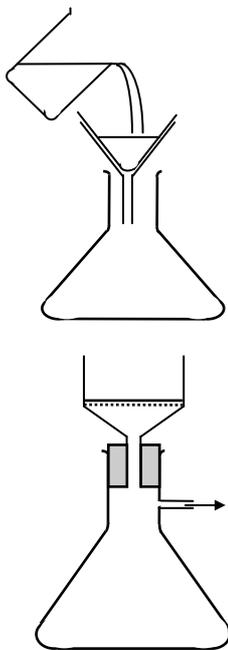
→ Par test d'identification chimique (tests caractéristiques).

CCM (Chromatographie sur Couche Mince):
Le mélange est entraîné par un liquide (la phase mobile est appelé « éluant ») et migre par capillarité sur un support (la phase stationnaire)

Si le chromatogramme de l'espèce synthétisée ne présente qu'une tache alors le produit de synthèse est pur.
Il est nécessaire de déposer sur la plaque des produits de référence pour procéder une identification: en CCM deux substances migrant à la même hauteur sont identiques.



III- TECHNIQUES D'ISOLEMENT (DE SEPARATION)

Méthode de séparation	Montage	Objectifs (exemples)	Principe
<p>DECANTATION</p> <p><u>Le liquide surnageant est celui de plus faible densité</u></p>		<p>Séparer des phases liquides de densité différentes pour extraire A contenue dans l'une d'elles</p> <p><i>Récupération de l'huile essentielle d'orange</i></p>	<p>Les deux liquides doivent être non miscibles</p>
<p>DISTILLATION FRACTIONNEE</p> <p><u>Le distillat contient le constituant le plus volatil (température d'ébullition plus faible)</u></p>		<p>Séparer plusieurs liquides miscibles de température d'ébullition différentes</p> <p><i>Distillation fractionnée d'un mélange eau-acétone</i></p>	<p>On chauffe le mélange jusqu'à ébullition et on condense la vapeur formée</p>
<p>FILTRATION</p>		<p>Séparer un solide d'un mélange liquide</p> <p><i>Cristaux de paracétamol dans le mélange réactionnel</i></p>	<p>On sépare un mélange liquide-solide par retenue du solide sur un filtre</p> <ul style="list-style-type: none"> - Filtration simple - Filtration sous vide (Büchner)