

## MONTAGE 7

### Expériences utilisant les techniques de séparation, de purification et de caractérisation, courantes en chimie.

#### Introduction

Les différents constituants de la matière sont la plupart du temps mélangés entre eux, soit dans la nature, soit à la suite d'une réaction chimique. Or on peut avoir besoin de séparer ces constituants, que ce soit pour des analyses ou pour une application pratique pour laquelle on a besoin de se débarrasser des impuretés, et donc purifier les produits.

Quelques définitions :

- filtration : séparation des particules solides d'un liquide
- décantation : séparation des constituants d'un mélange hétérogène lorsqu'on le laisse reposer.
- recristallisation : purification des solides basée sur la différence de solubilité à chaud et à froid, qui existe dans un solvant entre le solide à purifier et l'impureté qui l'accompagne.
- Sublimation : technique de purification qui permet d'isoler un composé situé dans un mélange à condition que les autres produits se subliment à des températures plus élevées.

On part d'un mélange naphthalène, acide benzoïque, sable, limaille de fer et pierre ponce.

#### I – Techniques de séparation

##### 1. Dissolution sélective et filtration

On ajoute de l'éther au mélange. L'éther étant un solvant organique, seuls les produits organiques (naphthalène et acide benzoïque) vont être dissous. Il se forme donc deux phases : une phase liquide et une phase solide. On filtre ensuite sur Büchner le mélange, que l'on lave à l'éther. Dans le bécher, on récupère le solvant et les produits organiques et dans le filtre le reste.

##### 2. Tri des solides

On va trier les solides restant dans le filtre Büchner. Pour séparer la limaille de fer des autres solides, on va utiliser les propriétés intrinsèques du matériau, à savoir les propriétés magnétiques du fer : sous l'effet d'un champ magnétique (aimant), les métaux sont attirés. Pour séparer le sable de la pierre ponce, on utilise soit une pince soit un filtre adapté afin de retenir la pierre ponce dans le filtre. Cette fois, on utilise la différence de taille des matériaux afin de les séparer.

##### 3. Séparation par voie chimique

Afin de séparer le naphthalène et l'acide benzoïque, on va introduire le mélange dans une ampoule à décanter et ajouter de la soude. Agiter violemment l'ampoule et laisser décanter le mélange. En présence de soude, il va se former des ions benzoate, solubles dans la phase aqueuse. On soutire ainsi la phase aqueuse (plus dense que la phase étherée). On répètera l'opération plusieurs fois afin de récupérer l'ensemble de l'acide. La phase étherée sera récupérée dans un erlen.

###### a) précipitation de l'acide benzoïque

On introduit quelques mL d'acide chlorhydrique jusqu'à précipitation de l'acide benzoïque. L'acide benzoïque est insoluble dans l'eau, l'espèce contient un cycle aromatique peu compatible avec un solvant polaire comme l'eau.

###### b) Evaporation du solvant

Avant d'évaporer le solvant à l'aide de l'évaporateur rotatif, sécher la phase étherée à l'aide de sulfate de magnésium et filtrer à l'aide d'un entonnoir en verre et de coton. Le mélange sera placé dans un petit ballon monocol que l'on aura taré au préalable, afin de l'adapter sur l'évaporateur rotatif. L'éther a une température d'ébullition très basse (32°C), le fait de travailler sous pression réduite fait diminuer davantage cette température. Le naphthalène précipite alors sur les parois du ballon.

## II – Techniques de purification

### 1. Recristallisation

Afin de purifier l'acide benzoïque, on va le recristalliser. Pour cela, introduire l'acide benzoïque dans très peu d'eau, juste de quoi le solubiliser et chauffer sur bain de sable jusqu'à dissolution complète. Laisser alors refroidir doucement : l'acide benzoïque débarrassé de ces impuretés précipite. Filtrer sur Büchner.

Le solvant a une grande importance : il ne doit pas réagir avec le composé, le composé doit être plus soluble à chaud dans le solvant, les impuretés doivent être solubles dans le solvant à froid et enfin la température d'ébullition du solvant doit être supérieure à la température d'ébullition du composé solide.

### 2. Sublimation du naphthalène

Dans un grand bécher en pyrex, placer le naphthalène récupéré du ballon, et surmonter le bécher d'un verre de montre : des cristaux se forment alors sous le verre de montre. Le naphthalène s'est sublimé, puis s'est évaporé. Cette technique élimine les impuretés dont la température d'ébullition est supérieure à celle du naphthalène (81°C). Cette technique n'est efficace que dans le cas où la température d'ébullition du composé est relativement basse.

## III – Techniques de caractérisation

### 1. Point de fusion

Le naphthalène étant un composé relativement pur, on peut déterminer son point de fusion à l'aide du banc Koffler. Le point de fusion est caractéristique d'un composé. Pour le naphthalène, la valeur théorique est de 81°C. On peut également (au choix) faire celui de l'acide benzoïque.

### 2. CCM

On réalise la chromatographie sur couche mince de l'acide benzoïque récupéré que l'on compare à celui utilisé au départ. On utilisera des solutions diluées, et comme éluant un mélange éther/hexane 50:50. Révéler la plaque sous UV et calculer le rapport frontal (rapport entre la distance parcourue par le produit et la distance parcourue par le solvant). Ce rapport est caractéristique d'un composé dans un solvant donné.

Cette technique est basée sur la différence d'affinité des produits à l'égard de deux phases : l'éluant (phase mobile) et la plaque (la phase stationnaire). Il s'agit ici d'une chromatographie d'adsorption (la phase stationnaire est un solide, la plaque de silice).

Plus la molécule sera polaire, plus elle sera "retenue" par la plaque de silice, celle-ci étant un composé polaire.

### 3. Test à l'hydrogénocarbonate de sodium

Redissoudre quelques cristaux d'acide benzoïque dans l'eau, introduire quelques millilitres de cette solution dans un tube à essai et y ajouter quelques millilitres de carbonate de sodium. Surmonter le tube à essai d'un tube à boules contenant de l'eau de chaux et montrer la formation de dioxyde de carbone.

## Conclusion

Les moyens de séparer, purifier et caractériser des produits sont très nombreux. Ces moyens sont chimiques ou physiques et concernent autant la chimie organique qu'inorganique. On peut citer les différentes chromatographies sur colonne, en phase gazeuse ; mais aussi toutes les méthodes spectrographiques IR, UV, RMN, spectro de masse...