

Techniques expérimentales en chimie organique

I. Méthode de séparation et purification des composés organiques :

- 1.1- Distillation.
- 1.2- Recristallisation.
- 1.3- Décantation.
- 1.4- Filtration.
- 1.5- Extraction.
- 1.6- Chromatographie.

II. Synthèse organique :

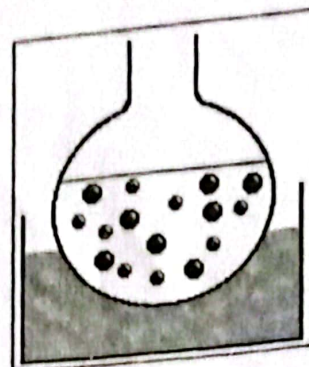
- II. 1- Préparation de l'aspirine.
- II. 2- Préparation d'un savon.

TP N°01 : La distillation

I. Principe de la distillation

La distillation est une méthode de séparation basée sur la différence de température d'ébullition des différents liquides qui composent un mélange. Dans certains cas, mieux qu'une séparation, il s'agit d'une méthode de purification.

Si on chauffe un mélange de liquides, c'est le liquide le plus volatil, celui qui a la température d'ébullition (T_{eb}) la plus basse qui s'échappera le premier. Pour recueillir les vapeurs de ce produit, il faut le condenser. Ceci est fait par un réfrigérant à eau.



Remarque :

- Si les températures d'ébullition des composants à séparer sont très différentes. On utilisera un montage de distillation simple alors que si les températures sont proches. On utilisera un montage de distillation fractionnée

- lors d'une distillation. Comme pour tout chauffage d'un liquide .il convient d'ajouter au mélange quelques grains de pierre ponce afin d'éviter la formation de points chauds »et donc de mieux répartir le chauffage dans tout le mélange

- lors d'une distillation .il faut mesurer la température de vapeur et non la température du mélange. le réservoir du thermomètre est donc situé au niveau de l'embouchure du réfrigérant

- il convient tout de même de refroidir le distillat. Par exemple en plaçant l'éprouvette (vase collecteur) dans un bain d'eau glacée si la température d'ébullition du distillat est proche de la température ambiante.

II. La distillation simple :

- la séparation du composant le plus volatil d'un mélange. Par une évaporation suivie d'une condensation

- les composants (liquides) d'un mélange :

Il faut qu'ils aient leurs points d'ébullition (p.é.) dans l'intervalle de température 40° - 180°C à une température inférieure à 40°C le rendement de la distillation est très réduit. à une température supérieure à 180°C est possible une décomposition thermique des liquides.

- l'appareille à distiller. De type simple (figure 1). Est approprié lorsqu'il s'agit :

- de séparer un liquide d'une solution dans laquelle un composé solide a été dissout. Le liquide est ici le seul composant qui se vaporise .le seul composant volatil.

On chauffe la solution qui se trouve dans le ballon à distillé de manière à amener le liquide à l'ébullition .les vapeurs montent dans le ballon et s'échappent par le réfrigérant.

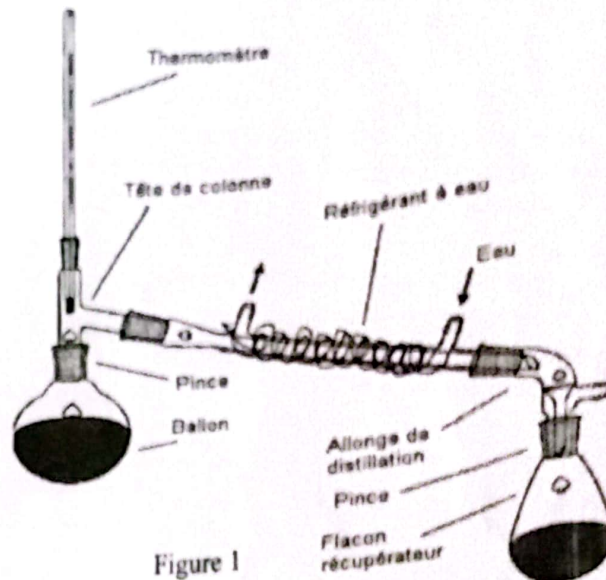
Dans le réfrigérant circule de l'eau(entre les deux tubes) qui permet de refroidir les vapeurs.

C'est-à-dire de les condenser au fur et à mesure qu'elles s'avancent dans le tube interne le liquide ainsi obtenu s'écoule alors. Goutte à goutte. dans le flacon collecteur c'est le **distillat**

Les composés solides qui étaient dissous dans la solution apparaissent enfin sous forme d'un résidu adhérant aux parois du ballon à distillé c'est le **résidu**.

III. Montage de base de distillation

Voici le montage de distillation le plus simple. Il est utilisé pour distiller un produit de faible température d'ébullition (inférieure à 120°C).



IV- Matériel :

- Chauffe Ballon.
- Ballon.
- Réfrigérant.
- Thermomètre.
- Raccord de distillat.
- Support.
- Pince.

V- Mode Opératoire :

- On fixe le montage fermement en au moins deux point.
- On remplira le ballon entre la moitié et les deux tiers de son volume maximal.
- Ajouter le pierre ponce pour uniformiser la température dans le liquide et calmer l'ébullition.
- Mettre en marche le système de refroidissement et de chauffage.
- Noter l'élévation de température sur le thermomètre.

Partie : Séparation d'un mélange (deux liquide miscible) :

Généralités : pour séparer les mélanges :

- Deux liquides non miscibles, on utilise → la décantation.
- Deux liquides miscibles, on utilise → la distillation ou extraction.
- Un liquide et un solide, on utilise → la filtration ou centrifugation.

b) Matériels et produits utilisés :

- ✓ Chauffe ballon.
- ✓ Ballon.
- ✓ Réfrigérant.
- ✓ Thermomètre.
- ✓ Raccord de distillation.
- ✓ Support.
- ✓ Pince.
- ✓ Tuyau.
- ✓ Eau.
- ✓ Ethanol.

c) Mode Opératoire :

- Mettre 100 ml d'un mélange M_1 (Eau + Ethanol) dans le ballon.
- Ajouter la pierre ponce pour uniformiser la température dans le liquide et calmer l'ébullition.
- Mettre en marche le système de refroidissement et de chauffage.
- Chauffer doucement le mélange M_1 .
- Noter l'élévation de température sur le thermomètre.

d) Questions :

- 1) Quelle est le rôle du réfrigérant dans le montage de distillation ?
- 2) Expliquez brièvement la séparation des mélanges suivants :
 M_2 (méthanol ; eau ; huile), M_3 (éthanol ; eau ; CaCO_3). / (poudre)
- 3) Expliquez la miscibilité dans l'eau les solvants suivants :
Ethanol ; acétone ; acide oxalique ; acide acétique ; acide chlorhydrique ? Justifier.