

Tp Chimie Organique Licence 2^{ème} année S3

*Chapitre 02 Tp Chimie
Organique 2^{ème} année*

Feriel Aouatef Sahki

1.0

14/05/2024

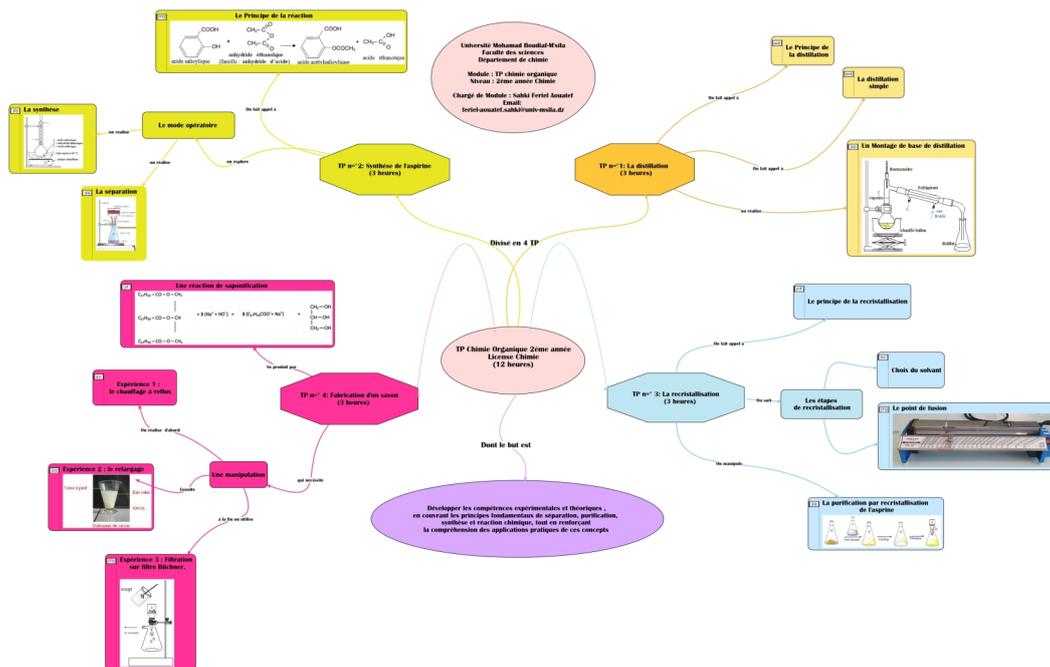
Table des matières

Objectifs	3
Introduction	4
I - Exercice : Test Prérequis	6
II - Exercice : Test Prérequis	7
III - Tp N° 02 : La recristallisation	8
1. Objectifs du TP N°02	8
2. Introduction	9
3. Principe de la recristallisation	9
4. Étapes de la recristallisation	10
4.1. Choix du solvant	10
4.2. Le point de fusion	10
5. Purification par recristallisation de l'aspirine	11
6. Exercice : Questions	11
7. Exercice	11
8. Exercice	12
9. Exercice	12
IV - Test de sortie	13
Solutions des exercices	14
Glossaire	16
Abréviations	17
Références	18
Bibliographie	19
Webographie	20

Objectifs

- Acquérir une compréhension approfondie des principes fondamentaux de la séparation des constituants des mélanges, en utilisant à la fois la distillation et la recristallisation comme techniques de purification.
- Comprendre les différences entre les types de distillation et de recristallisation, ainsi que leurs domaines d'application respectifs.
- Appliquer les techniques de distillation simple et de recristallisation pour séparer et purifier efficacement les substances chimiques.
- Analyser les résultats expérimentaux obtenus lors des deux TPs pour tirer des conclusions sur l'efficacité des techniques utilisées.
- Synthétiser des stratégies pour résoudre des problèmes liés à la séparation et à la purification des substances chimiques, en combinant les concepts appris lors des deux TPs.
- Évaluer la pureté des substances obtenues après distillation et recristallisation, en interprétant les données expérimentales telles que les indices de réfraction et les points de fusion.
- Proposer des méthodes alternatives de purification et de séparation des substances chimiques, en comparant leur efficacité avec les techniques de distillation et de recristallisation.

Introduction



Carte Conceptuelle : TP chimie organique

Pré-requis: Avant de se lancer dans les travaux pratiques de distillation et de recristallisation, il est impératif de posséder une compréhension solide des concepts de base de la chimie organique et de la chimie physique. Les étudiants doivent avoir une connaissance approfondie des principes de la séparation des mélanges, y compris les facteurs qui influent sur les températures d'ébullition et de fusion des substances. Une compréhension des interactions moléculaires telles que les forces intermoléculaires, la solubilité et la polarité est également essentielle pour interpréter les résultats expérimentaux. De plus, une maîtrise des techniques de manipulation de base en laboratoire est nécessaire, y compris la sécurité et le bon usage du matériel de laboratoire. Enfin, une capacité à analyser et à interpréter les données expérimentales de manière critique est indispensable pour tirer des conclusions significatives des expériences de distillation et de recristallisation.

Dans le domaine de la chimie organique, diverses techniques expérimentales sont utilisées pour la séparation, la purification et la synthèse des composés organiques. Ces techniques sont essentielles pour isoler des substances pures et pour préparer de nouveaux composés. Parmi les méthodes de séparation et de purification les plus couramment employées, on retrouve la distillation, la recristallisation, la décantation, la filtration, l'extraction et la chromatographie. Chacune de ces méthodes offre des avantages spécifiques en fonction des propriétés des composés à traiter.

D'autre part, la synthèse organique est une discipline centrale de la chimie organique, impliquant la création de nouvelles molécules à partir de réactions chimiques contrôlées. Deux exemples de synthèses organiques couramment étudiées sont la préparation de l'aspirine et la fabrication de savon. Ces deux processus mettent en œuvre des réactions spécifiques et des étapes de purification pour obtenir les produits finaux souhaités.

En combinant ces techniques expérimentales, les chimistes organiciens peuvent non seulement isoler et purifier des composés existants, mais aussi créer de nouvelles molécules avec des applications potentiellement vastes dans les domaines de la pharmacie, de la cosmétique et de la chimie des matériaux, entre autres.

I Exercice : Test Prérequis

[solution n°1 p.14]

Quelle est la différence fondamentale entre la distillation simple et la distillation fractionnée?

La distillation simple utilise un seul composé, tandis que la distillation fractionnée utilise plusieurs composés.

La distillation simple est utilisée pour des mélanges avec des températures d'ébullition très différentes, tandis que la distillation fractionnée est utilisée pour des mélanges avec des températures d'ébullition proches.

La distillation simple nécessite un vide, tandis que la distillation fractionnée n'en nécessite pas.

La distillation simple produit une seule fraction, tandis que la distillation fractionnée produit plusieurs fractions.

II Exercice : Test Prérequis

[solution n°2 p.14]

Quelles sont les étapes principales de la recristallisation pour purifier une substance solide?

III Tp N°02 : La recristallisation

1. Objectifs du TP N°02

- Identifier la recristallisation comme une technique de purification des solides.
- Reconnaître que la solubilité des composés solides varie en fonction de la température.
- Connaître les critères de choix du solvant pour la recristallisation.
- Comprendre le principe de mesure du point de fusion d'un solide.
- Expliquer pourquoi la recristallisation est utilisée pour purifier les solides.
- Comprendre comment les impuretés sont éliminées lors du processus de recristallisation.
- Interpréter le point de fusion comme une caractéristique physique des solides.
- Sélectionner un solvant approprié pour la recristallisation en fonction des propriétés physico-chimiques du solide à purifier.
- Utiliser un KOFLER pour mesurer le point de fusion d'un solide.
- Mettre en œuvre les étapes de la recristallisation pour purifier une substance solide.
- Analyser les critères de choix du solvant pour la recristallisation et justifier leur importance.
- Comparer la masse d'aspirine avant et après la recristallisation pour évaluer l'efficacité du processus.
- Interpréter les résultats de la mesure du point de fusion pour évaluer la pureté de l'aspirine.
- Évaluer la fiabilité du processus de recristallisation pour purifier les substances solides.
- Proposer d'autres méthodes de purification de l'aspirine et comparer leur efficacité avec la recristallisation.
- Évaluer les sources d'erreur possibles dans la mesure du point de fusion et proposer des solutions pour les minimiser.

Prérequis :

- Compréhension des concepts de solubilité et de purification des solides.
- Connaissance des propriétés des solvants et de leur choix approprié pour la recristallisation.
- Capacité à réaliser des manipulations de laboratoire en toute sécurité.
- Maîtrise des techniques de filtration et de pesée.

2. Introduction

La recristallisation* est une technique de base pour *purifier* les solides. Elle repose sur la différence de *solubilité* entre le composé à purifier et ses impuretés dans le solvant choisi.

Par hypothèse, nous ne supposons que les impuretés en concentration bien plus faible que le produit à purifier.

La *solubilité* d'un composé augmente généralement avec la température. Ainsi, on dissout le composé à purifier dans le minimum de solvant porté à ébullition.

Par *refroidissement*, la solution se sature en composé à purifier (notons que selon l'hypothèse la solution n'est pas saturée en impuretés)

[cf. Tp Recristallisation]

3. Principe de la recristallisation

Les composés *solides* obtenus par synthèse organique ou extraits de substances naturelles sont souvent contaminés par de faibles quantités *d'impuretés*. La technique habituelle de leur purification est *la recristallisation**, basée sur leur différence de solubilité à chaud et à froid dans les solvants.

La solubilité d'un solide *augmente* généralement avec la température; aussi lorsqu'il est solubilisé dans un solvant chaud, sa cristallisation peut être provoquée par le *refroidissement* de la solution jusqu'à sa sursaturation.

La recristallisation consiste donc à dissoudre d'abord le solide à *purifier* dans un mélange de plusieurs solvants chaud, généralement à l'ébullition, puis à refroidir la solution pour provoquer la cristallisation du solide que l'on isole par filtration.

[cf. recristallisation]

4. Étapes de la recristallisation

4.1. Choix du solvant

Les similitudes physico-chimiques du solvant et du produit à purifier constituent le critère le plus général de sélection du solvant de recristallisation. Entre autres leur polarité doit souvent être **voisine**. Le choix s'effectue par des tests de solubilité ou à l'aide des tables de constantes en tenant compte des exigences suivantes :

- Le solvant* ne doit pas réagir **chimiquement** avec le solide à purifier.
- La solubilité* du produit doit être élevée dans le solvant chaud et faible dans le solvant froid; une solubilité cinq fois plus grande dans le solvant chaud est généralement acceptable.
- Les impuretés organiques doivent être solubles dans le solvant froid.
- La température d'ébullition du solvant devrait être **inférieure** au point de fusion du solide; autrement, une phase huileuse risqué de se former.
- Le solvant devrait être **peu toxique** et **peu inflammable**, mais la majorité des liquides organiques possède rarement ces deux caractéristiques à la fois.

4.2. Le point de fusion

Le point de fusion d'un solide constitue une des caractéristiques physiques de ce solide. Dans un laboratoire de travaux pratiques, le point de fusion est généralement mesuré à l'aide d'un **banc KOFLER** : c'est un appareil électrique comprenant une plaque chauffante qui présente un gradient de températures allant de **50 °C* à 260 °C** et sur laquelle on fait glisser lentement, à l'aide d'une spatule, jusqu'à la fusion, quelques grains du solide dont on veut déterminer le point de fusion.

Pour une meilleure précision, on réalise, au moins, **deux fois** la même mesure.



Un Banc Kofler

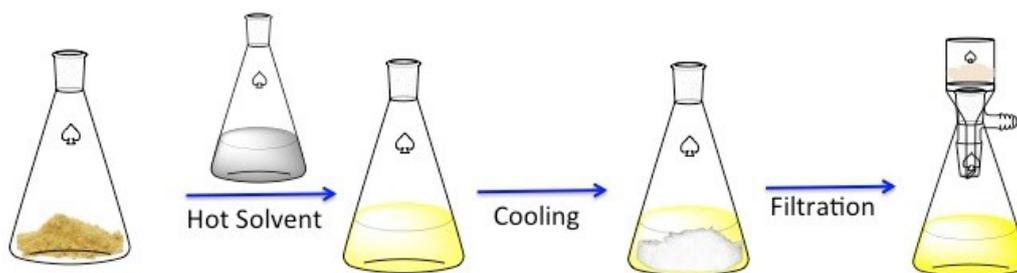
5. Purification par recristallisation de l'aspirine

La recristallisation consiste à purifier une substance solide en la dissolvant à chaud dans un solvant* lequel elle n'est pas soluble à froid.

* Les impuretés sont solubles à chaud et à froid dans le solvant utilisé, et restent dans le solvant lors de la cristallisation de la substance.

Dans un erlenmeyer :

- redissoudre progressivement *l'aspirine** préparée dans **3mL*** d'éthanol à **95%** en chauffant doucement au bain-marie à **60 °C**.
- Verser ensuite la solution obtenue dans **10mL*** d'eau chaude. Laisser refroidir lentement à l'air sans agiter, puis dans un bain d'eau glacée: l'aspirine précipite. La cristallisation peut éventuellement être amorcée en grattant doucement le fond de l'erlenmeyer avec une tige de verre. Attendre **15 minutes**.
- Filtrer sur büchner, laver avec de l'eau glacée, sécher à l'étuve à **80 °C** sur un verre de montre préalablement pesé.
- Après séchage, peser la masse d'aspirine fabriquée.



Purification par recristallisation de l'aspirine

6. Exercice : Questions

- Expliquer le principe de la recristallisation.
- Donner autre méthode pour la purification de l'aspirine?
- Déterminer le point de fusion l'aspirine avant et après la recristallisation? Expliquer ?

7. Exercice

[solution n°3 p.14]

La recristallisation est

- Un processus de purification des solides basé sur leur solubilité dans des solvants à différentes températures.
- Un processus de mélange des solides.
- Un processus de transformation des solides en liquides.

8. Exercice

[solution n°4 p.14]

Qu'est-ce que le point de fusion d'un solide ?

- La température à laquelle un solide commence à bouillir.
- La température à laquelle un solide commence à fondre.
- La température à laquelle un solide passe de l'état liquide à l'état solide.

9. Exercice

[solution n°5 p.15]

La solubilité d'un solide augmente généralement avec

- La concentration
- La pression
- La température

IV Test de sortie

[cf. examen]

Contrôle de Travaux Pratique : Chimie organique

Solutions des exercices

> **Solution n° 1**

Exercice p. 6

Quelle est la différence fondamentale entre la distillation simple et la distillation fractionnée?

La distillation simple utilise un seul composé, tandis que la distillation fractionnée utilise plusieurs composés.

La distillation simple est utilisée pour des mélanges avec des températures d'ébullition très différentes, tandis que la distillation fractionnée est utilisée pour des mélanges avec des températures d'ébullition proches.

La distillation simple nécessite un vide, tandis que la distillation fractionnée n'en nécessite pas.

La distillation simple produit une seule fraction, tandis que la distillation fractionnée produit plusieurs fractions.

> **Solution n° 2**

Exercice p. 7

Quelles sont les étapes principales de la recristallisation pour purifier une substance solide?

Les étapes principales comprennent la dissolution du solide à purifier dans un solvant chaud, la cristallisation à froid, la filtration du solide cristallisé et le séchage.

> **Solution n° 3**

Exercice p. 11

La recristallisation est

Un processus de purification des solides basé sur leur solubilité dans des solvants à différentes températures.

Un processus de mélange des solides.

Un processus de transformation des solides en liquides.

> **Solution n° 4**

Exercice p. 12

Qu'est-ce que le point de fusion d'un solide ?

La température à laquelle un solide commence à bouillir.

La température à laquelle un solide commence à fondre.

- La température à laquelle un solide passe de l'état liquide à l'état solide.

> **Solution** n°5

Exercice p. 12

La solubilité d'un solide augmente généralement avec

- La concentration
- La pression
- La température

Glossaire

Aspirine

Nom courant de l'acide acétylsalicylique, un médicament anti-inflammatoire et antalgique

Solubilité

Capacité d'une substance à se dissoudre dans un solvant à une température donnée

Solvant

Substance liquide capable de dissoudre d'autres substances pour former une solution homogène

Abréviations

°C : degrés Celsius

ml : millilitre

Références

recrystallisation

https://biocyclopedia.com/index/chem_lab_methods/the_recrySTALLIZATION_process.php

Bibliographie

https://www.editions-ellipses.fr/PDF/9782729838713_extrait.pdf

Webographie

[https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Physical_and_Theoretical_Chemistry_Textbook_Maps/Supplemental_Modules_\(Physical_and_Theoretical_Chemistry\)/Physical_Properties_of_Matter/Solutions_and_Mixtures/Case_Studies/RECRYSTALLIZATION](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Physical_and_Theoretical_Chemistry_Textbook_Maps/Supplemental_Modules_(Physical_and_Theoretical_Chemistry)/Physical_Properties_of_Matter/Solutions_and_Mixtures/Case_Studies/RECRYSTALLIZATION)