

Synthèse d'un composé organique: extraction, séparation, purification

Niveau 1^{ère} STL-SPCL

- Prérequis:
- ① Familles fonctionnelles
 - ② Solubilité, dissolutions...
 - ③ Exp de la synthèse d'un composé, Montage à reflux...
 - ④ ~~Exp de l'acide~~

I | Fin de Synthèse de l'aspirine

- ① Séparation (filtration et essorage sur gazeuse)
- ② Lavage à l'eau (Extraction)
- ③ Test Koffler et recristallisation (Purification)

II | Techniques de séparation / purification

- ① Mélanges hétérogènes
 - ② Mélanges homogènes
- ⊕ Séchage

III | Techniques d'extraction

- ① Liquide-liquide
- ② Solide-liquide

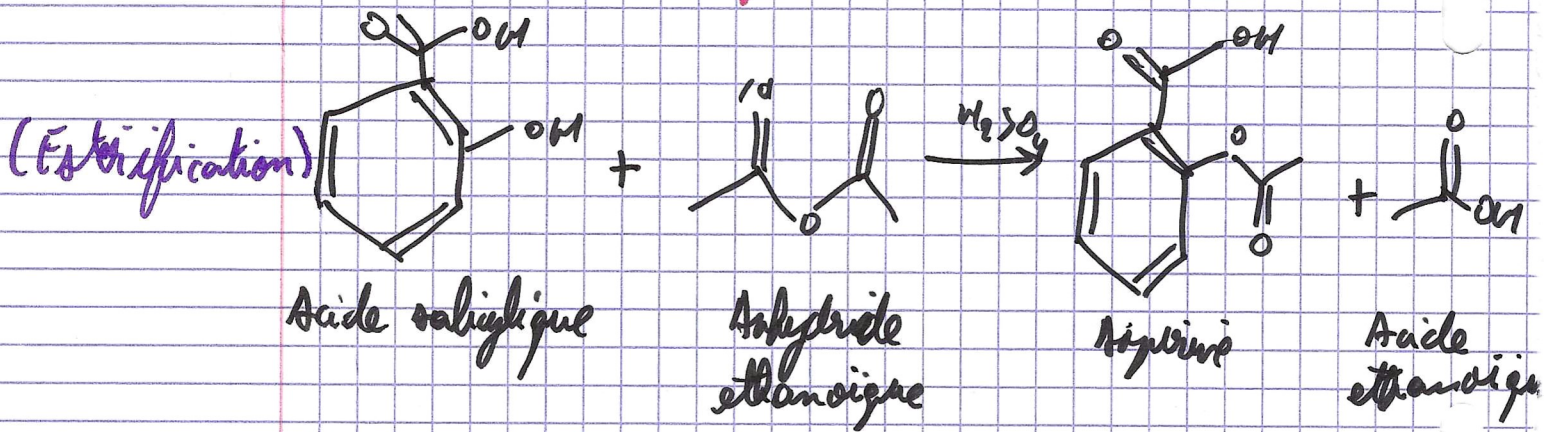
Intro pédago:

⊕ Pas approfondi
Partie Analytique
Physico-chimique
Rôle
seulement mentionné.
⊕ Pas rendent

- ① Règle technique (peu d'aides techniques)
→ Illustration de certains "en fin de la synthèse"
puis développement ⊕ précises / Repris.
- ② L'accent n'est pas mis sur l'identification ici.

Intro: L'aspirine; antalgique et analgésique: des l'école de l'autre part et.
on peut la synthétiser facilement mais pas bon!
Important en chimie de purifier, recrifier, sécher.

I] Fin de synthèse de l'aspirine



① Séparation

Estérage / filtration sur Büchner (aussi / press

Venturi

Aspirine à

Pompe à eau : $P \approx 30 \text{ mbar}$ @ 25° (Part H_2O)
 Pompe : $P < 30 \text{ mbar}$
 on récupère le filtrat. \oplus trituration. \rightarrow petite base

② Extraction

Hydrolyse anhydride éthanoïque.

Lavage à l'eau glacée.

Δ Eau distillée dans 1 bain de glace.

\Rightarrow Solubilité à 25° :

$3,3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ (Aspirine)
 miscible (Acide éthanoïque)
 miscible (Acide sulfurique)

\Rightarrow Aussi pour hydrolyses!

③ Test et purification

T_{fus} (Aspirine) = 135°C (Banc Koffler)

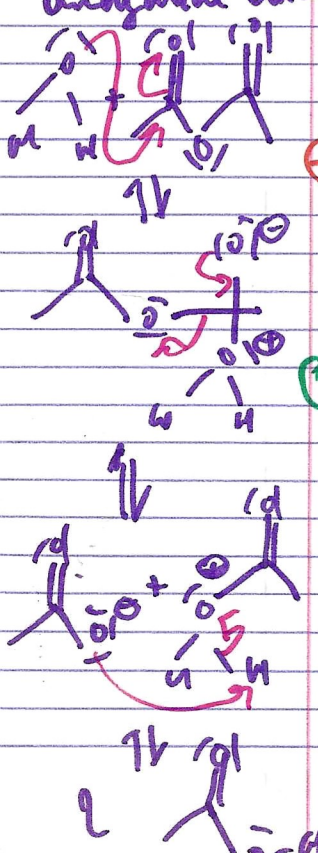
Recristallisation

Solubilité Aspirine

Δ Vraiment très peu de soluble

10 g/L à 27° . $\nearrow T$.

Δ Fusion \neq Dissolution!!!



⚠ Il faut que le solide d'intérêt soit
 très peu soluble \Rightarrow concentrations faibles
 Impuretés très solubles dans l'eau \checkmark T non solubles

II] Techniques de séparation / purification

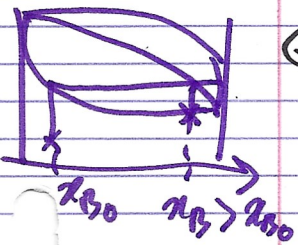
Séparation de constituants d'un mélange.

① Mélanges hétérogènes

- ① Recristallisation: solubilisation à chaud puis recristallisation dans α T de que solubilité faible mais pas pour les impuretés. Δ Ne pas ré-ouvrir \odot T \ll T pas solide \rightarrow + chimie verte...
- ② Filtration: Séparation solide / liquide par poids ou gravité.

② Mélanges homogènes

- ① Distillation: liquides séparés par T de γ Récep. dans des conteneurs distincts. \rightarrow car impossibles de séparer.



Fractionnement: Utilisation d'un colonne Vigreux (à étage) pour séparer le liquide en l'isolant des autres.

(plusieurs cycles condensation-vap.)

- ① CC colonne $\hat{=}$ purifié que CCM.

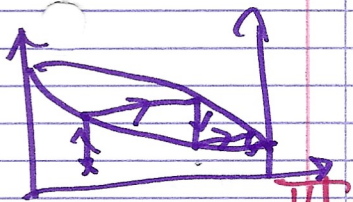
III] Techniques d'extraction: Traiter 1 mélange pour en extraire 1 constituant

① liquide-liquide I_2 / cyclohexane?

- ① 2 solvants non miscibles (2 φ distincts)
- ② Substance à extraire (+ soluble ...)

(+ chimie verte (toxique, ...))

Δ Baguette de verre pour agiter.



(+ Invisiter)

Quantifier:



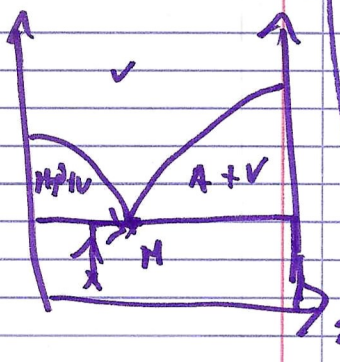
$$K = \frac{[D]_A}{[D]_B} \quad \text{qte! dépend uniquement de T.}$$

coeff. de partage

① Lavage d'un φ organique
eau (ou) ou A/B

② Solide - liquide

Hydrodistillation: extraire 1 huile essentielle;



le ballon va contenir 1 mélange φ organique /
φ aqueuse que l'on va vouloir séparer (non
miscible)
→ Huile essentielle.

Pero fin de synthèse

Conclusion: on a vu l'importance et la
diversité des techniques physico-chimiques
nécessaires pour mener une synthèse à bien.

⇒ Techniques plus poussées pour identifier le produit.
on a vu le banc Köppler mais d'autres...
spectroscopie: étude de la lumière comportant
travaux de composés chimiques.