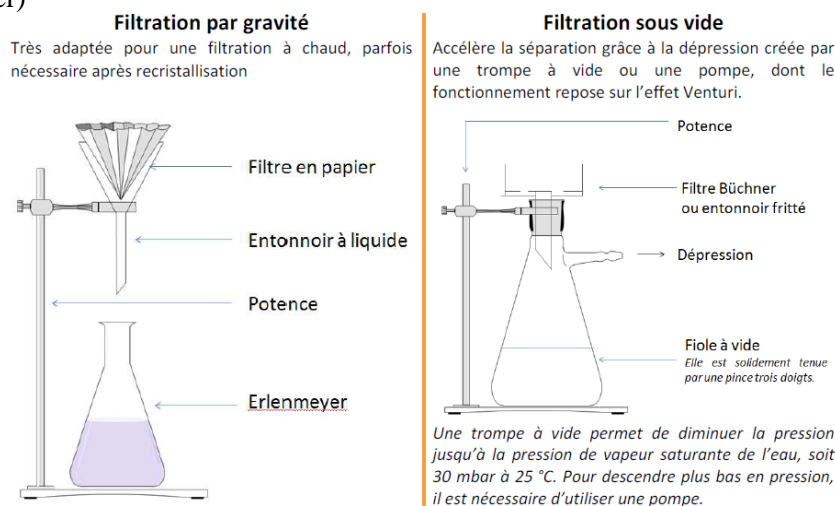


1. Isolement par filtration

Lorsqu'à l'issue d'une transformation chimique le brut réactionnel est un mélange hétérogène solide-liquide, il convient de réaliser une séparation solide-liquide au moyen :

- d'une filtration si le produit d'intérêt est dans une phase liquide
- d'un **essorage** si le produit d'intérêt est dans une phase solide.

La filtration peut être une filtration simple (sous gravité) ou sous pression réduite (aussi dite « filtration à vide » ou « filtration sous Büchner »)



Après un premier essorage, le solide d'intérêt est **lavé** en ajoutant à froid un solvant. Après **trituration**, le solide est de nouveau **essoré** puis **séché** à l'étuve pour éliminer toute trace de solvant.

2. Purification par recristallisation

La recristallisation repose sur la différence de solubilité à chaud et à froid, dans un solvant, du composé et des impuretés présentes. On choisit le solvant de telle sorte que le produit à recristalliser soit soluble à chaud mais pas à froid, les impuretés étant solubles à froid. Pour éliminer ces impuretés on dissout le solide dans un minimum de solvant à chaud (montage à reflux). Si des impuretés sont insolubles à chaud, on filtre avant de laisser recristalliser la solution par refroidissement (on peut aider cette recristallisation avec un bain eau-glace). Il reste à isoler le produit désiré par filtration sous vide.

Étape 1 : Dissolution

- On dissout A (et ses impuretés) en chauffant le solide brut dans un **minimum de solvant** de recristallisation. Le montage utilisé est un **montage de chauffage à reflux**. En général on recouvre à peine le solide de solvant. Si au reflux du solvant tout le solide n'est pas dissout, ajouter un peu de solvant par l'ampoule de coulée.
- Le but du chauffage est d'**augmenter la solubilité** du solide (s augmente avec T).

Étape 2 : Cristallisation

- Laisser **refroidir progressivement** (pour ne pas emprisonner d'impuretés) puis plonger dans un bain de glace (pour que tout le solide précipite : s diminue si T diminue).
- Si la recristallisation ne démarre pas spontanément, on peut gratter le fond du ballon avec une baguette en verre ou ajouter un peu de produit pur.

Étape 3 : Filtration à froid

- On filtre sous pression réduite le mélange réactionnel à froid pour éliminer les impuretés solubles à froid dans le solvant de recristallisation
- Même à froid, le produit est toujours un peu soluble dans le solvant de recristallisation, c'est pour cette raison que le minimum de solvant a été introduit.
- On lavera le produit avec du solvant de recristallisation à froid (pour ne pas redissoudre du produit).
- Après la filtration de la solution, récupérer le produit et le sécher jusqu'à masse constante pour éliminer toute trace de solvant de recristallisation.

3. Caractérisation

- Chromatographie sur couche mince (CCM) : voir fiche sur la caractérisation d'un liquide
- Mesure de la température de fusion



Une fois le solide séché à l'étuve on mesure son point de fusion à l'aide d'un **banc Köfeler** gradué tous les 2°C. Celui-ci doit être au préalable **étalonné** avec un produit de référence dont la température de fusion se rapproche le plus possible de celle du composé étudié. Le banc Köfeler a besoin d'être allumé 30mn avant la mesure de manière à atteindre l'équilibre thermique. Par ailleurs, il se manipule sans gant et sans produit inflammable à proximité.

Questions possibles :

Quelles sont les précautions à prendre lors du lavage d'un solide pendant la filtration sous vide ?

Lors du lavage d'un solide pour éliminer les traces d'eaux-mères, il faut fragmenter le solide pour faciliter le lavage, (le séchage sera lui aussi favorisé par passage de l'air). Le liquide de rinçage doit être froid et utilisé en petites quantités pour éviter les pertes de produits qui s'y solubilisent. Lors du lavage il faut casser le vide pour permettre un temps de contact suffisant entre le solvant de lavage et le produit.

Expliquer brièvement le principe de la technique de recristallisation. Comment choisit-on le solvant de recristallisation ? Pourquoi doit-on introduire un minimum de solvant de recristallisation ?

La recristallisation est basée sur la différence de solubilité à chaud et à froid du produit et des impuretés dans un solvant de recristallisation. Le solvant de recristallisation doit être un bon solvant à chaud et mauvais solvant à froid pour le solide à purifier. Les impuretés doivent être solubles à froid dans le solvant. On introduit un minimum de solvant de recristallisation pour limiter les pertes de produit dans les eaux-mères à froid, puisque celles-ci sont nécessairement saturées en produit.

Comment caractériser un produit solide ?

Mesure du point de fusion au banc Köfeler, CCM, spectroscopies (IR ou RMN), etc.

Quelle est l'influence de la présence d'impuretés sur la température de fusion d'un solide ?

La présence d'impuretés abaisse le plus souvent la température de fusion d'un solide.

Citer plusieurs précautions à prendre lors de la manipulation du banc Köfeler.

Quelle est la précision du banc Köfeler ?