

Chauffage à reflux :
intérêt et schématisation

Distillation fractionnée
Schéma du montage
expérimental

Filtration par gravité ;
Filtration sous vide (Büchner) ;
Schémas

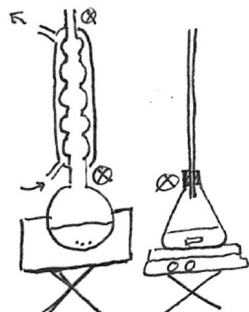
Schéma d'une ampoule à
décanner

Chauffage à reflux:

Objectif : Porter le mélange réactionnel à ébullition (augmentation de la cinétique) sans perte de matière (en particulier sans perte de solvant) ;

Les vapeurs chauffées montent dans le réfrigérant et se recondensent au contact des parois froides.

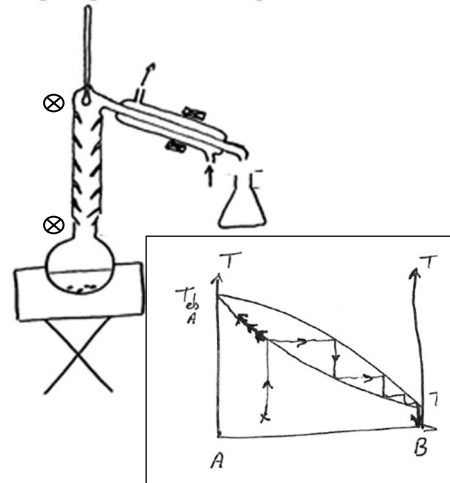
Schéma avec réfrigérant :
à boules / à air



Distillation fractionnée :

Les vapeurs montent dans le vigreux (présentant un gradient de température) et s'enrichissent en constituant le plus volatil, qui se recondense dans le réfrigérant oblique

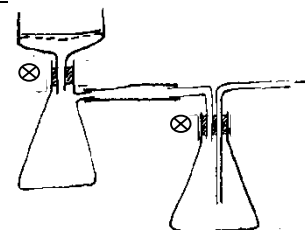
Montage de distillation sous pression atmosphérique : colonne de Vigreux



Filtration par gravité:



Filtration sous vide (Büchner) :
ATTACHER en premier la fiole à vide !
+ fiole de garde pour éviter les retour
d'eau, ou débrancher la fiole avant
d'arrêter l'aspiration ;
! arrêter l'aspiration durant le lavage !
Essorage : remettre l'aspiration, et
utiliser une spatule pour écraser les
cristaux



Ampoule à décanner : L'extraction d'un composé soluble S dissout dans un solvant A, par un solvant B non miscible à A, se fait par différence d'affinité de S entre A et B.

Le coefficient de partage K (constante d'équilibre associée à la transformation $S_A = S_B$) doit être si possible grand devant 1.

On rappelle que : Il vaut mieux extraire 2 fois avec 20 mL de B qu'une fois avec 40 mL de B

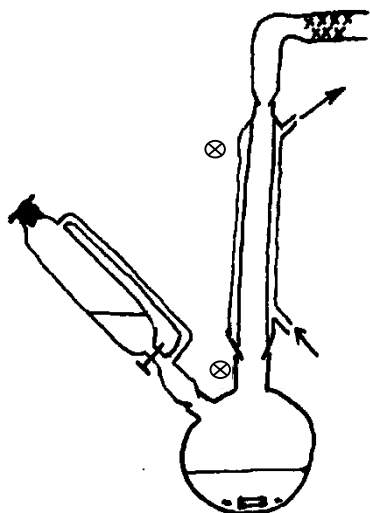
Pour identifier la phase aqueuse : par différence de densité (solvants halogénés souvent + denses que l'eau, non halogénés moins denses) ; ou par ajout d'1 goutte d'eau distillée ; facile à voir lorsque l'interface est au niveau du col fin.

Un **relargage** consiste à saturer une phase aqueuse avec un sel (NaCl) pour enlever une partie d'eau de la phase orga (l'eau préfère solvater le sel), et ainsi augmenter la solubilité de S dans la phase orga qui renferme moins d'eau, augmenter la densité d'une phase aqueuse, et diminuer les émulsions.

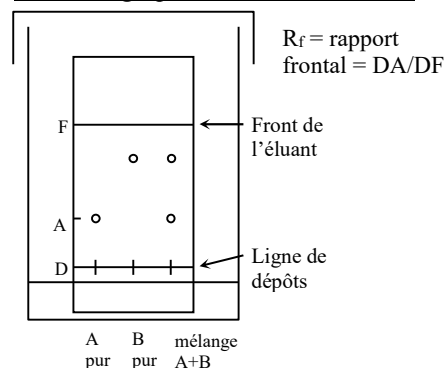


Synthèse d'un organomagnésien :**Schéma du montage simple****Principe de la chromatographie****Schéma d'une ccm****Principe de la recristallisation****Prise d'un point de fusion au banc Kofler**

Synthèse d'un organomagnésien : montage simple : à annoter !! (et compléter)

Chromatographie:

Méthode physique (ou physicochimique) de séparation basée sur la différence d'affinité des molécules à séparer entre une phase fixe (ou "stationnaire") et une phase mobile.

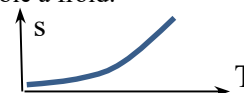
Chromatographie sur couche mince :Recristallisation :

Objectif : purifier un solide.

Principe : méthode basée sur les différences de solubilités à chaud et à froid, dans un solvant convenablement choisi, du composé à purifier et des impuretés.

Choix du solvant : solvant dans lequel l'espèce solide à purifier est très soluble à chaud, peu soluble à froid.

Méthode :



On dissout le solide à cristalliser dans un minimum de solvant chaud (à ébullition), on laisse refroidir lentement et on récupère le solide recristallisé par filtration sous vide (Büchner).

Les impuretés, en faibles quantités, sont restées dissoutes dans le solvant judicieusement choisi.

(rem : s'il reste des impuretés insolubles à chaud, rajouter 20% de solvant proche de l'ébullition et filtrer à chaud)

Principe du banc Kofler : il s'agit d'une plaque métallique présentant un gradient de température relativement régulier, les hautes températures étant à gauche du banc.

Étalonnage du banc : on prend un solide étalon (une référence) dont on connaît exactement la température de fusion, que l'on choisi proche du domaine de température de la mesure que l'on compte réaliser ultérieurement.

On étalonne le banc en plaçant une pointe de spatule de cette référence du côté droit du banc (basse température), et on la déplace vers la gauche jusqu'à observer la fusion du solide. On étalonne le banc en positionnant la pointe du curseur au niveau de la limite de fusion, et on déplace le repère du curseur au niveau des graduation sur la valeur de la température de fusion de l'étalon.

Après nettoyage du banc, on procède alors à la lecture en procédant de manière identique avec le solide étudié.