

Séquence 2

CH4 Séparation et purification

Les techniques d'analyse sont essentielles pour contrôler la pureté d'un produit.

En présence d'impuretés dans un produit brut, il est nécessaire d'effectuer une **séparation** des constituants du mélange afin de le **purifier**.

1. Analyse de mélanges

Il existe deux types de caractérisations d'espèces chimiques : l'identification et l'analyse comparative.

1.1. Identification de produits

a. Point de fusion – Point d'ébullition

Les températures de changement d'état sont des grandeurs caractéristiques d'une espèce chimique. Leurs valeurs sont tabulées à pression fixée.

Le point de **fusion** d'un solide est mesuré avec un **banc Kofler**.

Le point d'**ébullition** d'un liquide est obtenu par **distillation fractionnée** en lisant la température des vapeurs en tête de colonne.

b. Indice de réfraction

L'indice de réfraction d'un liquide est une grandeur sans unité qui dépend de la **température**. Elle est mesurée avec un **réfractomètre**.

La valeur expérimentale n_{exp}^{20} (à 20°C) est comparée à la valeur tabulée n_{tab}^{20} afin d'évaluer la pureté du liquide.

1.2. Analyse comparative - Chromatographie sur Couche Mince (CCM)

La chromatographie sur couche mince est une technique physico-chimique analytique qui permet de séparer et d'identifier les constituants d'un mélange liquide homogène.

L'**éluant** (**phase mobile**) est un solvant ou un mélange de solvants qui migre par capillarité à la surface d'une **phase stationnaire** constituée d'un matériau absorbant. L'éluant entraîne les différents constituants du mélange avec des vitesses différentes : elles dépendent des interactions entre les constituants et les phases mobiles et stationnaires.

2. Séparation de mélanges hétérogènes

2.1. La filtration

La filtration est une technique physico-chimique qui permet de séparer un solide d'un liquide.

- La filtration sur coton s'effectue par **gravité**. Elle permet de récupérer le liquide, appelé « filtrat ».
- La filtration **sous vide** (ou « sur Büchner ») est plus rapide que la filtration par gravité car on crée une différence de pression en aspirant une partie de l'air à l'intérieur de la fiole à vide. On récupère le solide ou le liquide.

2.2. La recristallisation

La recristallisation est une technique physico-chimique qui permet de **purifier** un solide.

On solubilise à chaud le solide dans un **solvant** (ou dans un mélange de solvants) ; puis par refroidissement, il cristallise de nouveau. Le solide à purifier doit donc être soluble à chaud et peu soluble à froid dans le solvant de recristallisation.

De plus, les **impuretés** à éliminer doivent être peu solubles à chaud ou très solubles à froid dans ce solvant.

3. Séparation de mélanges homogènes

3.1. La distillation

La distillation est une technique de **séparation de liquides** dans un **mélange homogène**. Les liquides sont vaporisés les uns à la suite des autres par ordre de température d'ébullition croissante. Ils sont récupérés dans des récepteurs distincts.

a. Distillation simple

L'appareil est monté **sans colonne**. Le distillat est le produit d'une seule séquence vaporisation - condensation.

b. Distillation fractionnée (ou rectification)

L'appareil est monté avec une **colonne à distiller** (colonne de Vigreux). La rectification permet de purifier un liquide en l'isolant des autres constituants d'un mélange.

3.2. La chromatographie sur colonne

La chromatographie sur colonne est une chromatographie préparative qui repose sur le même principe que la CCM. Elle permet de séparer les différentes espèces chimiques d'un mélange et de les isoler.