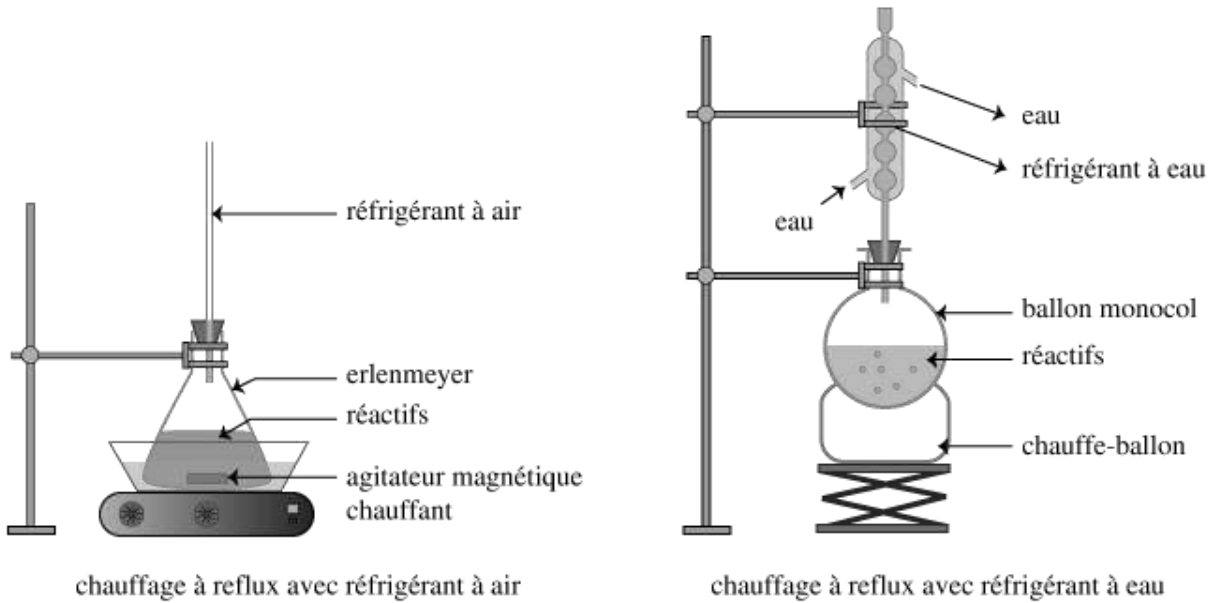


Montage de synthèse : le chauffage à reflux

Le **chauffage à reflux** est utilisé pour accélérer ou permettre une réaction chimique sans perte de réactifs ou de produits.

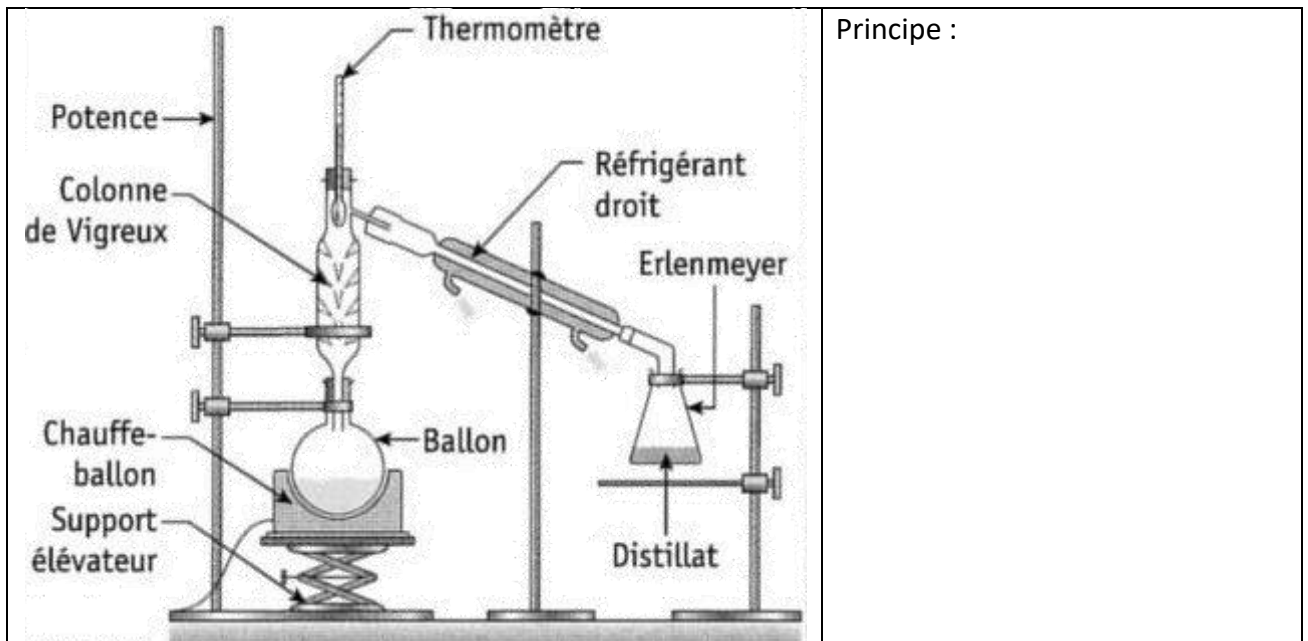


Rôle du réfrigérant :

Techniques d'extraction

1. Extraction liquide – liquide :

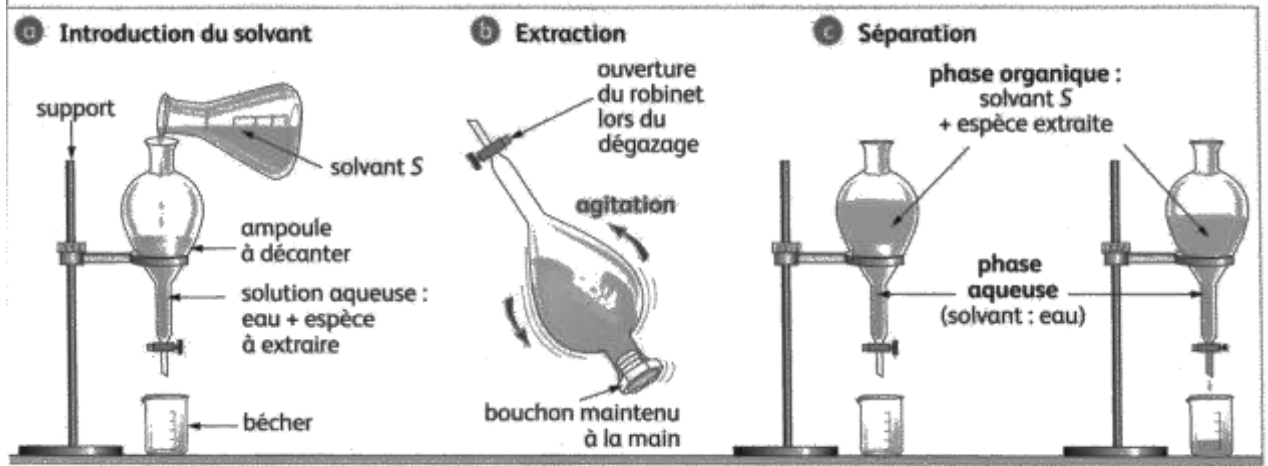
- Montage de distillation :



Rôle de la colonne de vigreux (colonne de distillation) :

Rôle du réfrigérant droit :

- Ampoule à décanter :

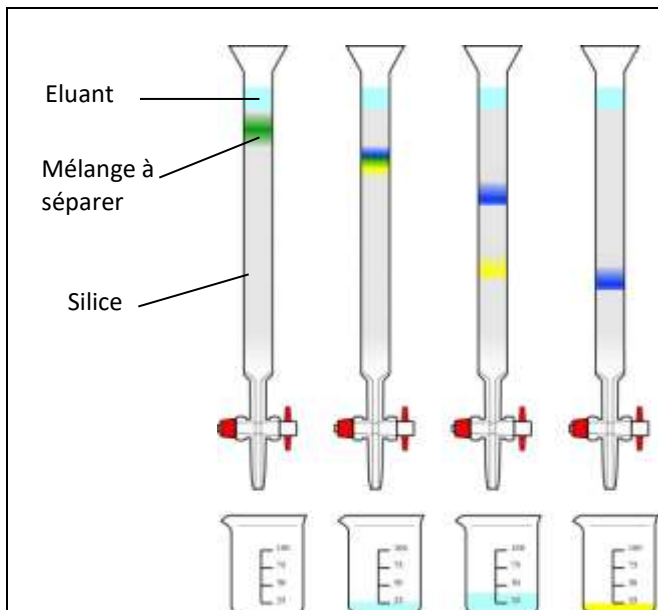


Les étapes de l'extraction liquide-liquide. Dans ce cas, le solvant S est moins dense que l'eau.

Principe :

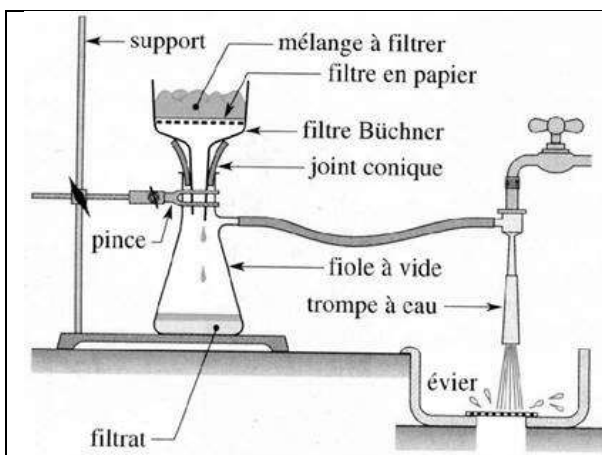
Place des deux phases :

- Chromatographie sur colonne :



Principe :

2. Extraction liquide – solide : filtration sous pression réduite (filtration Büchner)



Rôle de la trompe à eau : Créer une aspiration

Techniques de purification : recristallisation

Principe :

La technique repose sur la différence de solubilité des espèces chimiques dans un solvant donné en fonction de la température.

On choisit le solvant dans lequel :

- Le produit est peu soluble à froid et relativement soluble à chaud
- Les impuretés sont très solubles à froid comme à chaud

Etapas de la recristallisation

Identifications

1. Chromatographie sur couche mince :

On utilise une plaque de silice sur laquelle on dépose plusieurs échantillons.

Comme pour la chromatographie sur colonne, l'éluant va entraîner plus ou moins les constituants du mélange au cours de sa migration vers le haut de la plaque.

Exemple : pour vérifier qu'une huile essentielle contient du limonène et du citral, mais pas de linalol, on réalise une chromatographie.

| | Linalol | Limonène | Citral |
|--------------------------------|---------|----------|--------|
| Solubilité dans le cyclohexane | + | ++ | ± |
| Solubilité dans l'éthanol | ++ | ++ | ++ |
| Solubilité dans l'eau | - | - | - |

Quel éluant faut-il utiliser pour réaliser la chromatographie ?

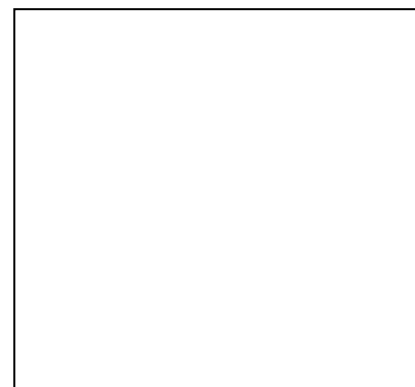
Dessiner la plaque de chromatographie au début de l'expérience qui permettrait de vérifier les hypothèses en indiquant les différents dépôts à réaliser.

Révélation :

Lorsque les constituants sont incolores, on peut utiliser 2 méthodes pour révéler le chromatogramme :

- on l'éclaire à la lampe UV : des taches apparaissent aux endroits où se situent les dépôts.
- on les fait réagir en trempant la plaque dans une solution de permanganate de potassium violette. Il apparaît des taches jaunes à l'endroit où on a des constituants.

Repérer au crayon les endroits où sont situés les constituants après les avoir révélés.



Rapport frontal :

On définit le rapport frontale R_f comme étant :

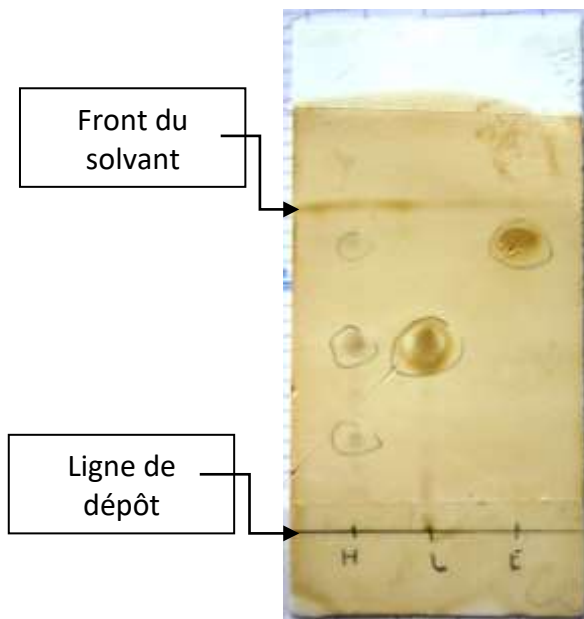
$$R_f = \frac{h}{H}$$

h : distance parcourue par le constituant
H : distance parcourue par le solvant

Exemple :

Calculer le rapport frontal du linalol (L) et de l'éthanoate de linalyle (E) sur le chromatogramme ci-dessous.

Des tables officielles donnent les rapports frontaux du linalol et de l'éthanoate de linalyle dans différents éluants :



| | <i>dichlorométhane</i> | <i>1 vol acétate d'éthyle + 5 vol toluène</i> |
|-----------------------|------------------------|---|
| Linalol | 0,58 | 0,25 |
| Ethanoate de linalyle | 0,91 | 0,55 |

Vos résultats concordent-ils avec les valeurs annoncées dans les tables ?

2. Température de fusion : banc Koffler

Le banc Koffler est une plaque chauffante présentant un gradient de température sur lequel on déplace un échantillon. Lorsque le solide fond, on relève la graduation qui correspond à cette température ; si cette graduation correspond à la température de fusion du produit attendu, on peut considérer que le produit est bien identifié.

Cette technique est précise à 1°C près.

