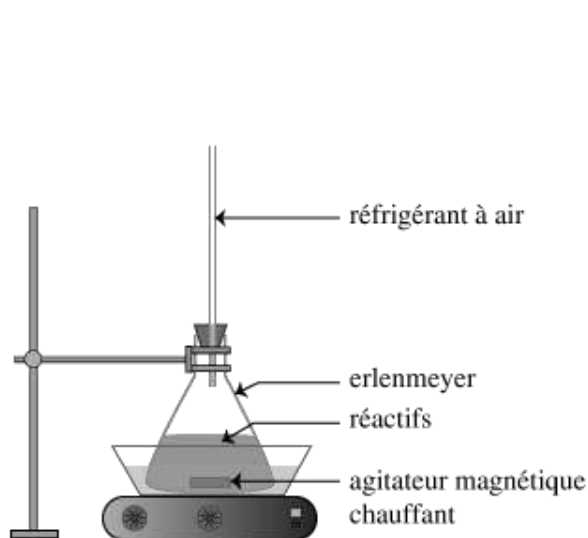
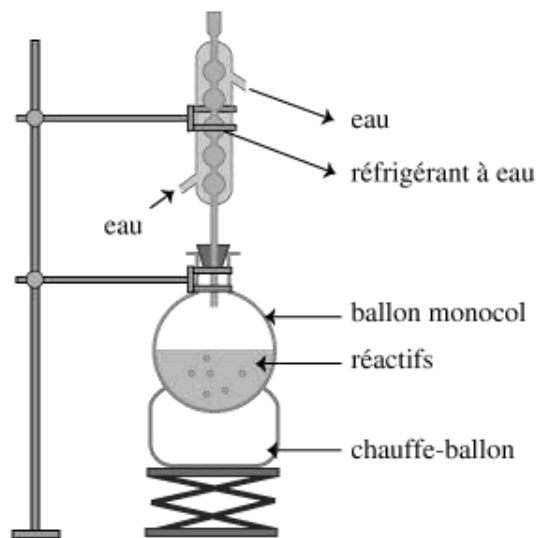


Montage de synthèse : le chauffage à reflux

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



chauffage à reflux avec réfrigérant à air



chauffage à reflux avec réfrigérant à eau

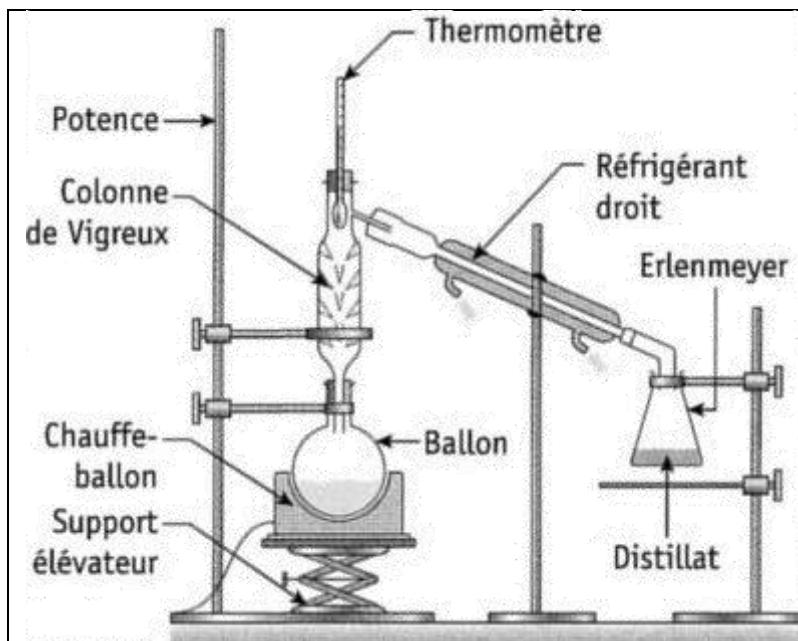
<https://www.youtube.com/watch?v=xSFEG2aINDA>

Rôle du réfrigérant : *empêcher la perte de matière*

Techniques d'extraction

1. Extraction liquide – liquide :

- Montage de distillation :



Principe :

Repose sur la différence de températures d'ébullition des 2 liquides.

Le liquide obtenu en premier est celui dont la température d'ébullition est la plus basse

https://www.youtube.com/watch?v=kn54TfGZF_0

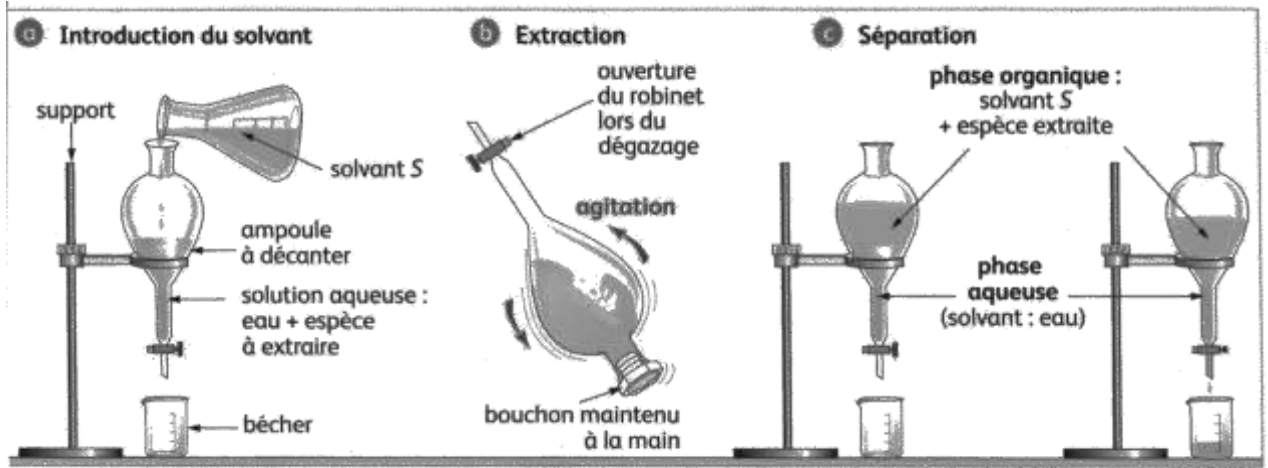
<https://www.youtube.com/watch?v=G274KhUNkuE>

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

Permet d'obtenir un gradient de température du bas en haut de la colonne ; favorise la séparation des vapeurs des 2 espèces chimiques

Rôle du réfrigérant droit : *liquéfier les vapeurs*

- Ampoule à décanter :



<https://www.youtube.com/watch?v=DwOMnJKHleY>

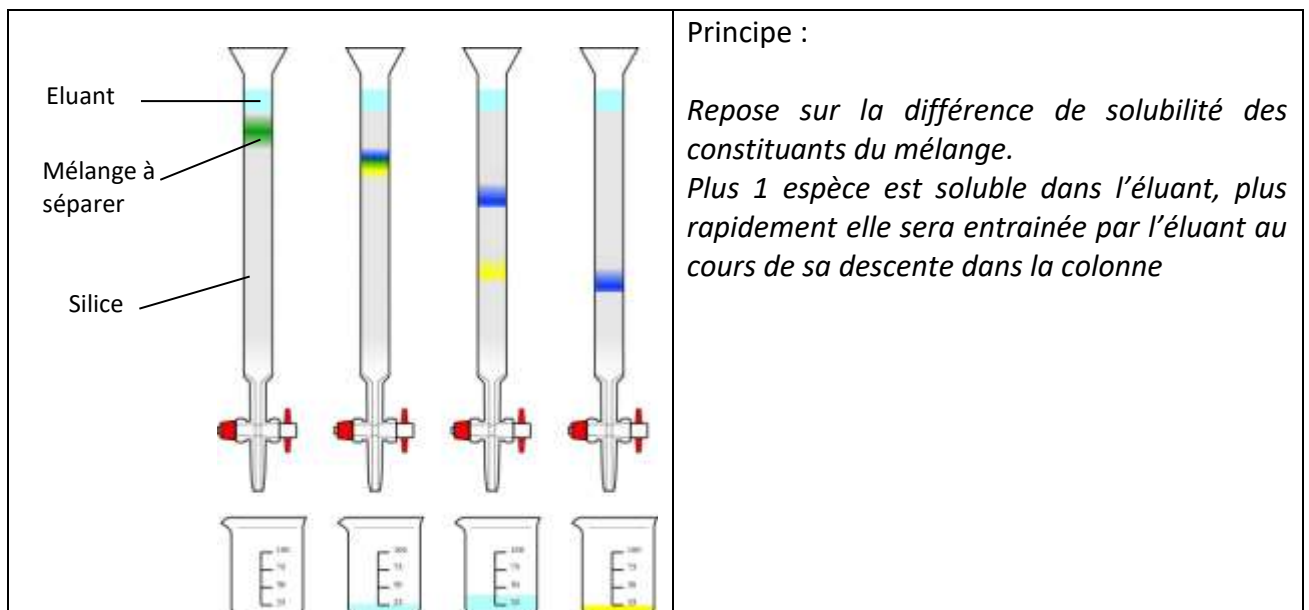
Principe :

- Le soluté doit avoir une plus grande solubilité dans le solvant extracteur que dans la solution aqueuse où il est initialement dissous.
- Le solvant extracteur ne doit pas être miscible à l'eau

Place des deux phases :

La phase supérieure est constituée par le solvant dont la densité est la plus faible.

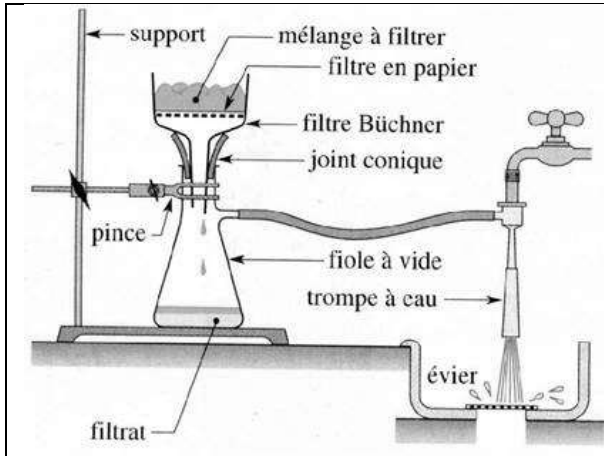
- Chromatographie sur colonne :



<https://www.youtube.com/watch?v=9drQBaYTPrw>

<https://www.youtube.com/watch?v=kzN9g7-JSIA>

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



Rôle de la trompe à eau : Créer une aspiration

<https://www.youtube.com/watch?v=1cFcCluCbL8>

Techniques de purification : recristallisation

<https://www.youtube.com/watch?v=2ShPhUtNcus>

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

Etapes de la recristallisation

- 1 – Dissolution du mélange (produit brut) dans un minimum de solvant chaud jusqu'à dissolution complète (utilisation d'un montage à reflux éventuel, si le produit à récupérer est volatil)
- 2 – Refroidissement lent de la solution (dans un mélange d'eau et de glace) et attendre la cristallisation du produit
- 3 – Filtration sous pression réduite (Büchner)
- 4 – Lavage du solide en utilisant le minimum de solvant refroidi
- 5 – Séchage du produit

<https://www.youtube.com/watch?v=gjrnyY1rL-M>

1. Chromatographie sur couche mince :

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

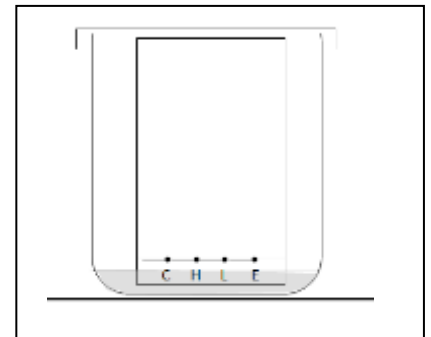
Comme pour la chromatographie sur colonne, l'éluant va entraîner plus ou moins les constituants du mélange au cours de sa migration vers le haut de la plaque.

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 :

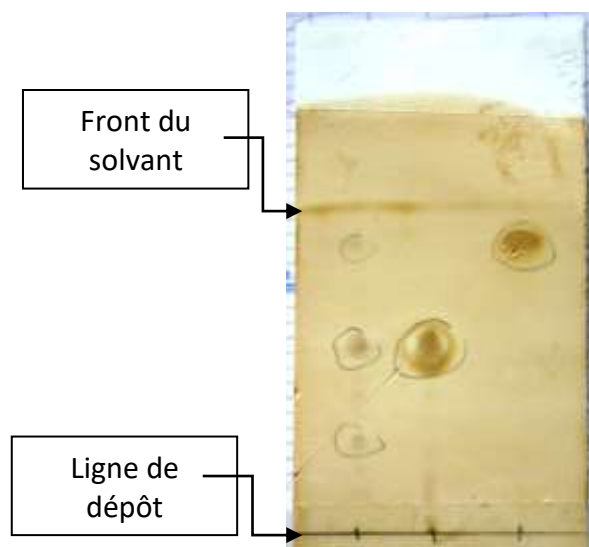
$$R_f = \frac{h}{H}$$

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 <https://www.youtube.com/watch?v=5UKnz8klOJ4>

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.

