

VOCABULAIRE : REPONDRE AUX QUESTIONS DU JURY EN ORGA

Les mots clés à prononcer impérativement sont soulignés. La mise en forme peut être + personnelle, mais rester concis...

- Quel est le principe d'un reflux ?

« Pour travailler à chaud (pour des raisons cinétiques), c'est-à-dire à l'ébullition du milieu, mais en système fermé, sous 1 bar , on recondense les vapeurs du solvant qui se forment dans le réfrigérant à boules, grâce à la circulation d'eau froide autour des vapeurs qui se sont élevées. Le solvant liquéfié retombe donc dans le ballon, ce qui assure le système fermé. Le haut du réfrigérant à boules est ouvert pour travailler sous 1 bar. »

- Quel est le principe d'une recristallisation ?

« Le BUT d'une recristallisation est de purifier le produit brut.

Le PRINCIPE d'une recristallisation est de dissoudre à chaud (c'est-à-dire à l'ébullition du solvant choisi) le produit et ses impuretés, dans un minimum de solvant , de sorte qu'au refroidissement lent de l'ensemble, le produit va recristalliser lentement, purifié en excluant les impuretés qui restent dissoutes en solution par effet de faible concentration. »

- Quel est le principe d'une chromatographie ?

« Le BUT de la chromatographie en couche mince (CCM) est de vérifier la pureté d'un produit.

Le PRINCIPE repose sur la différence d'affinité entre une phase fixe solide (la silice de la plaque) et une phase liquide mobile (l'éluant de chromatographie) , pour les différentes espèces présentes dans le produit analysé. La phase fixe polaire protique retient les produits polaires protiques , alors que l'éluant a priori moins polaire entraîne les espèces moins polaires et moins protiques . Ainsi les espèces sont séparées par différences entre affinités relatives fixe / mobile . Chaque espèce est identifiée par son rapport frontal , caractéristique du triplet espèce / phase fixe / éluant. $R_f = h / H$ (h = hauteur montée par l'espèce , H = hauteur montée par l'éluant) . »

- Quel est le principe d'un rotavapor ?

« Le BUT d'un passage au rotavapor est d' éliminer le solvant pour récupérer le produit brut, solide ou liquide .

Le PRINCIPE repose sur la mise en ébullition du contenu du ballon, sous vide, donc à faible température . Il est indispensable que le solvant soit le produit le plus volatil : ainsi les vapeurs qui se forment ne contiennent que du solvant . Elles sont recondensées dans un condenseur orienté de telle sorte que le condensat liquide du solvant ne retombe pas dans le ballon . Le produit brut (solide ou huile à haute température d'ébullition) reste dans le ballon. Ce n'est pas une méthode de purification car seul le solvant a été éliminé. La faible température de travail assure que le produit ne risque pas de transformations annexes non souhaitées , ainsi que la rapidité de l'opération. »

- Quelles sont les méthodes de purification d'un produit ?

ATTENTION : Il faut distinguer 2 cas , selon que le produit soit liquide ou solide à température ambiante.

Si liquide : 1) on peut procéder à une distillation fractionnée . Le produit souhaité sera identifié par sa température d'ébullition lue en haut de la colonne. Cela sous-entend que le produit n'a pas une température d'ébullition trop élevée (même pour une distillation sous vide) , et qu'il n'est pas trop fragile chimiquement (peut s'oxyder , ou se détruire par élévation de température) .

2) On peut procéder à une chromatographie séparatrice sur colonne (CC), après des tests en chromatographie sur plaque pour choisir un éluant et juger de la faisabilité.

Si solide : 1) on peut procéder à une recristallisation , à condition de trouver un solvant (ou mélange de solvants) de recristallisation correct, dans lequel il sera soluble à chaud et peu soluble à froid.

2) On peut procéder à une chromatographie séparatrice sur colonne , après dissolution totale du brut dans un solvant , après des tests en chromatographie plaque pour choisir un éluant et juger de la faisabilité.

- Comment vérifiez-vous qu'un produit est pur ?

« On peut procéder à une chromatographie en couche mince (CCM) : les différents composants du produit brut, qu'il soit solide ou liquide, initialement dissous / dilué dans un solvant seront séparés par élution : si on constate une seule tâche à la révélation, c'est que le produit est pur , si au contraire plusieurs tâches apparaissent, c'est qu'il est impur .

Le tracé des spectres IR ou RMN permettraient aussi de vérifier la pureté du produit, par comparaison avec les spectres de référence . »

« Si le produit est solide, on peut après séchage, vérifier sa température de fusion sur le banc Köfler . Toutefois la température de fusion n'est lue qu'à $\pm 2^\circ$ d'où manque de précision de la technique en vue de vérifier la pureté. C'est plutôt une méthode d' identification du produit. »