

# 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  $n_{\text{exp}}^{20}$  (à 20°C) est comparée à la valeur tabulée  $n_{\text{tab}}^{20}$  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.