

Chapitre 7

Séparation et purification

1. Extraction d'espèces chimiques

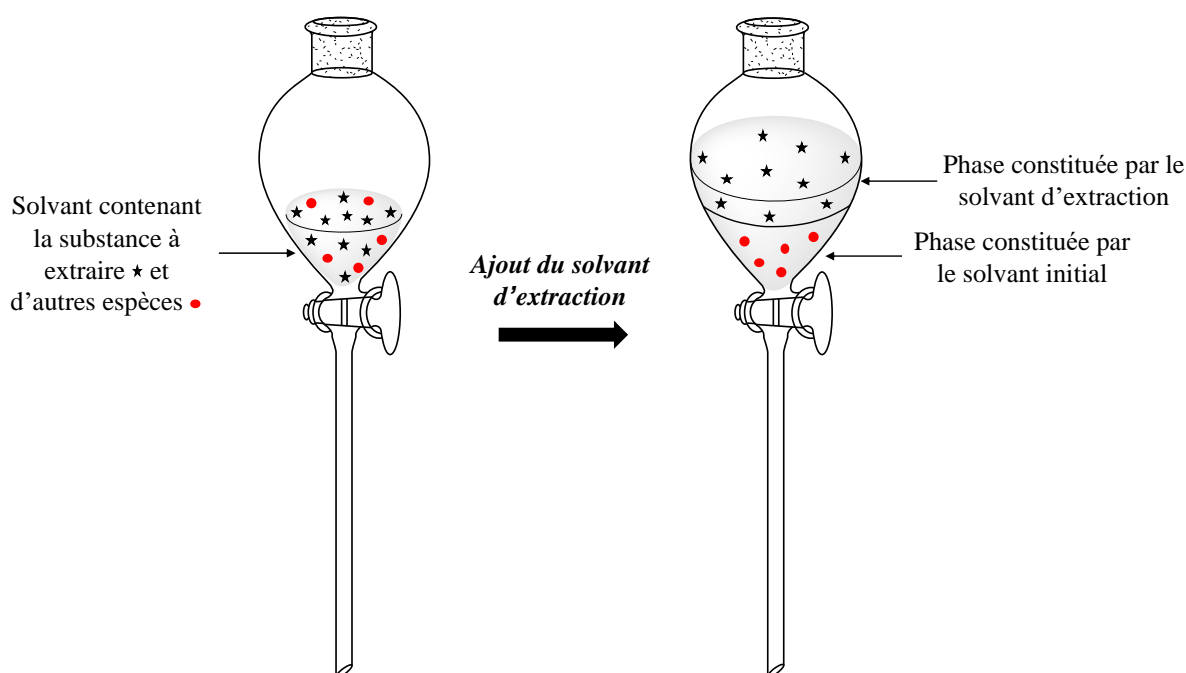
1.1. Extraction liquide – liquide

L'**extraction liquide – liquide** consiste à faire passer une substance d'un solvant dont elle est difficilement séparable à un autre dont elle sera isolable.

Choix du solvant d'extraction :

- les deux solvants (celui dans lequel se situe initialement l'espèce à extraire et celui dans laquelle on souhaite la faire passer) doivent être non miscibles ;
- l'espèce à extraire doit être beaucoup plus soluble dans le solvant d'extraction que dans celui dans laquelle elle se situe initialement ;
- le solvant d'extraction sera, si possible, non toxique et suffisamment volatil pour pouvoir être éliminé par évaporation.

Illustration du principe de l'extraction liquide – liquide :



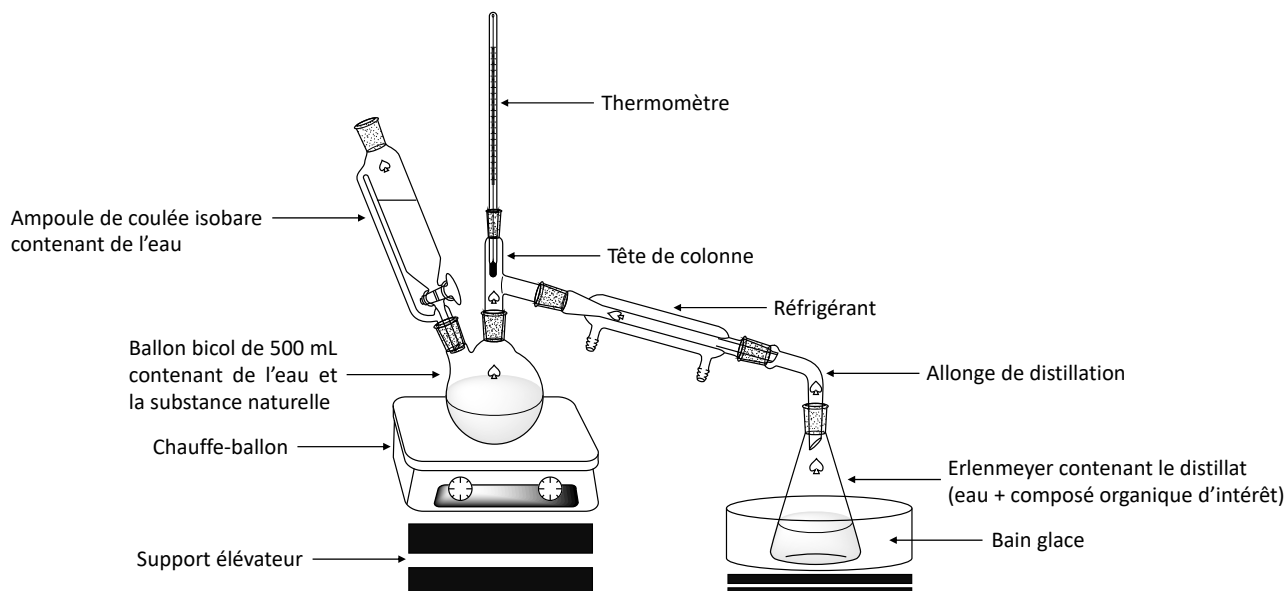
Remarques :

- Dans l'exemple ci-dessus, le solvant d'extraction est moins dense que le solvant initial. Ce n'est pas toujours le cas.
- Après décantation, on récupère les deux phases dans deux erlenmeyers différents. En l'absence de lavage, la substance à extraire est récupérée après évaporation du solvant.

1.2. Hydrodistillation

L'**hydrodistillation** est une technique particulièrement employée pour extraire une molécule organique peu volatile d'une substance naturelle. Elle est basée sur la distillation (voir 2.2) d'un mélange hétérogène eau – composé organique. En passant à l'état gazeux, l'eau entraîne avec elle le composé organique d'intérêt.

Schéma du montage de l'hydrodistillation :



Remarques :

- Pour réguler la température d'ébullition de l'eau, il est nécessaire d'introduire de la pierre ponce qui favorise la création de bulles d'air au sein du mélange réactionnel. On peut aussi utiliser des billes de verre.
- Une fois le distillat obtenu, on isole le composé d'intérêt en réalisant une extraction liquide – liquide.

2. Purification

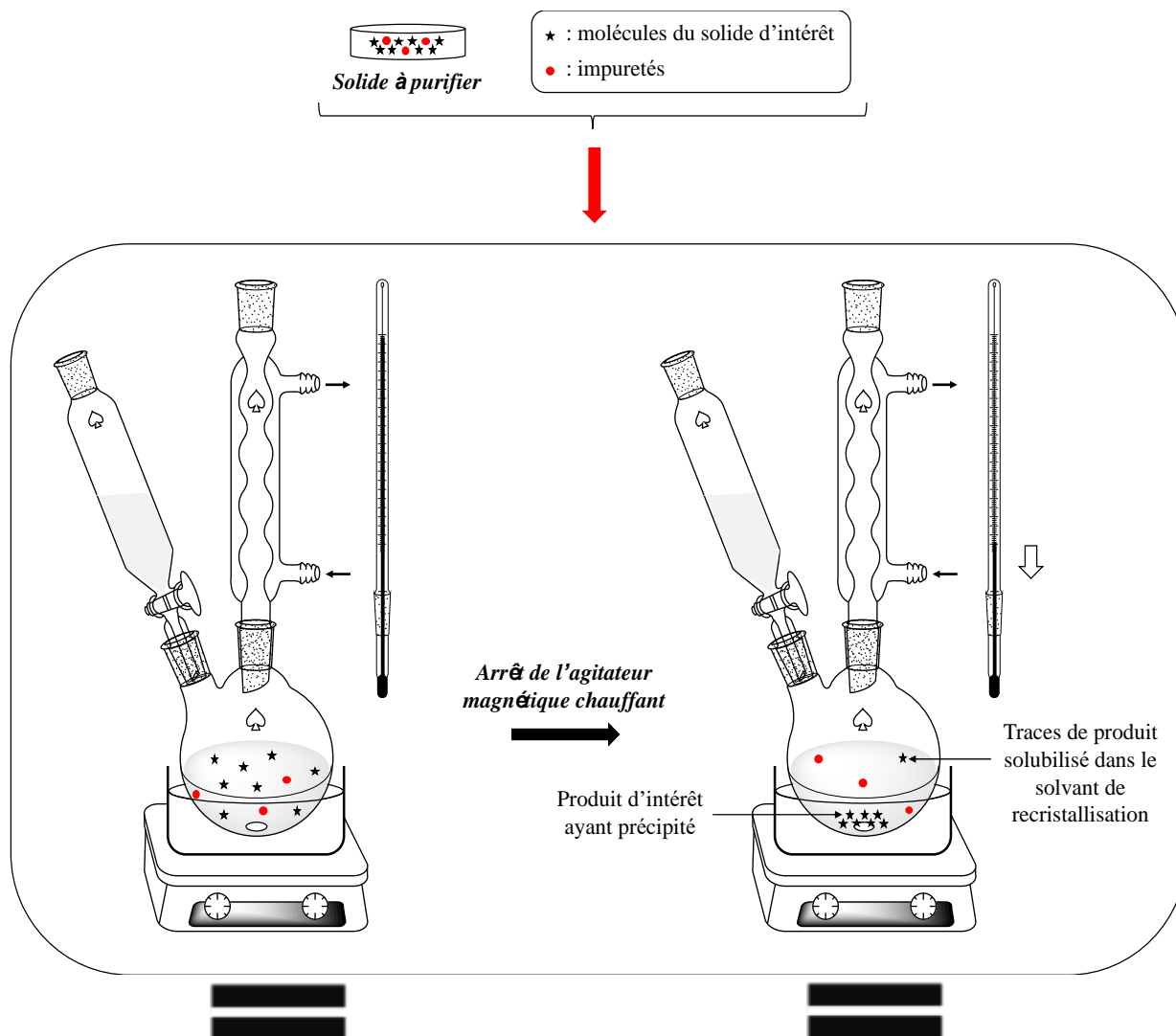
2.1. Recristallisation

La **recristallisation** est une méthode de purification des solides. Elle est basée sur la différence de solubilité du produit d'intérêt et des impuretés dans un solvant.

Choix du solvant de recristallisation :

Pour mettre en œuvre la purification d'un solide par recristallisation, on choisit un solvant dans lequel les impuretés sont solubles à chaud et à froid, et dans lequel le produit d'intérêt est soluble à chaud mais peu soluble à froid.

À l'aide d'un montage à reflux, on dissout à chaud le solide que l'on souhaite purifier dans le solvant de recristallisation, puis on laisse refroidir le mélange. À froid, on observe la précipitation du produit d'intérêt exclusivement.

Illustration du principe de la recristallisation :**Remarques :**

- Un produit n'étant jamais complètement insoluble dans un solvant donné, on dissout le produit brut dans le minimum de solvant à chaud. Cela nous permet de minimiser la quantité de produit d'intérêt dissous dans le solvant à froid et par conséquent de maximiser la quantité de solide pur récupéré.
- Le solide d'intérêt est ensuite récupéré par filtration.

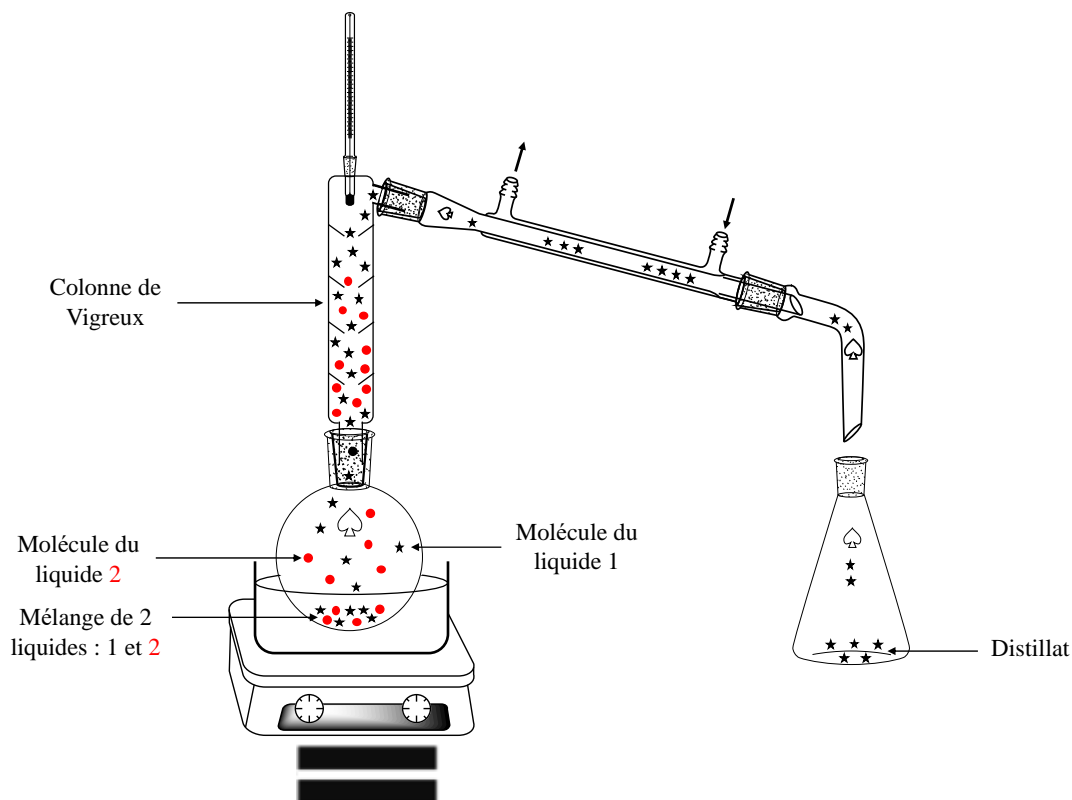
2.2. Distillation fractionnée

La **distillation** est une méthode de purification des liquides et d'isolement des constituants d'un mélange. Elle est basée sur les différences de température d'ébullition du produit et des impuretés. Les liquides sont vaporisés les uns à la suite des autres par ordre de température d'ébullition croissante et sont récupérés dans des récepteurs distincts.

Une distillation simple (voir le cours de 1^{ère}) permet d'éliminer un solvant volatil dans lequel est dissous un solide ou un liquide peu volatil. On lui préfère généralement la distillation fractionnée.

Si les températures d'ébullition des composés diffèrent de moins de 80°C, il faut envisager une **distillation fractionnée**. Au fur et à mesure que la vapeur monte dans la colonne de Vigreux (voir schéma ci-dessous), elle s'enrichit en composé le moins volatil. Cet enrichissement résulte d'une succession d'équilibres liquide-vapeur le long de la colonne.

Illustration du principe de la distillation fractionnée :



Dans l'exemple que l'on considère ici, le composé le moins volatil est le liquide 1. Ici la colonne est suffisamment haute pour obtenir une vapeur qui ne contient plus que ce composé en tête de colonne. Cette dernière se condense ensuite dans le réfrigérant avant de retomber dans le récipient récupérateur.

Remarque :

Afin de réguler l'ébullition, il est là aussi nécessaire d'ajouter des grains de pierre ponce ou des billes de verre.