

Cette séquence s'appuie sur la notion de **diagramme binaire liquide-vapeur** ($T^{\text{ie}}\text{STL.MP}$) et sur la **distillation simple** ($1^{\text{ère}}\text{STL.C2D}$)

Objectifs :

- Expliquer le principe d'une distillation fractionnée.
- Expliquer le principe d'une hydrodistillation.
- Choisir le solvant d'extraction ou de recristallisation à partir de données tabulées.
- Réaliser une hydrodistillation, une distillation fractionnée.

1. Extraction et purification

• Lors du déroulement d'une synthèse organique, il est fréquent que l'on soit amené à traiter des mélanges, soit pour en éliminer des espèces indésirables (purification) soit pour en récupérer un composé d'intérêt (extraction)

- ↳ L'extraction peut être réalisée à l'aide d'un solvant ou d'une hydrodistillation.
- ↳ La purification peut se faire par recristallisation dans le cas d'un solide, ou par distillation fractionnée dans le cas d'un liquide.

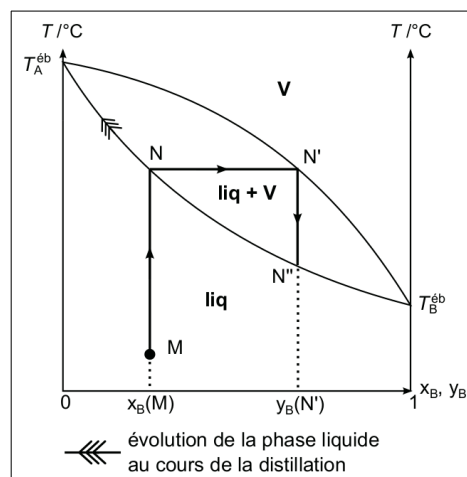
2.1. La distillation simple ([Revoir la distillation simple de 1^{ère}STL.C2D](#))

• Lorsqu'on réalise la distillation simple d'un mélange de deux liquides miscibles, la vapeur produite par l'ébullition du mélange est immédiatement condensée pour former le distillat.

• Le diagramme binaire liquide-vapeur ci-contre montre que la phase vapeur est plus riche en composé le plus volatil (B) que la phase liquide initiale. Le distillat est donc un mélange liquide enrichi en composé le plus volatil.

• Dans le même temps, la phase liquide s'appauvrit en B / s'enrichit en A. Finalement, A reste seul dans le bouilleur tandis que le distillat est plus riche en B que le mélange initial.

Cette méthode ne permet pas d'obtenir le composé le plus volatil B pur.

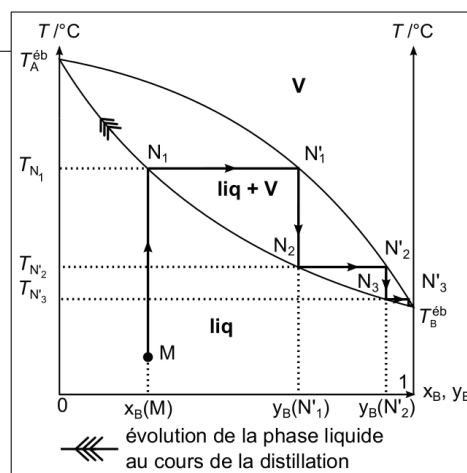


2.2. La distillation fractionnée

• Il est cependant toujours possible de recommencer, en prenant comme mélange initial le distillat obtenu précédemment : c'est le principe de la distillation fractionnée.

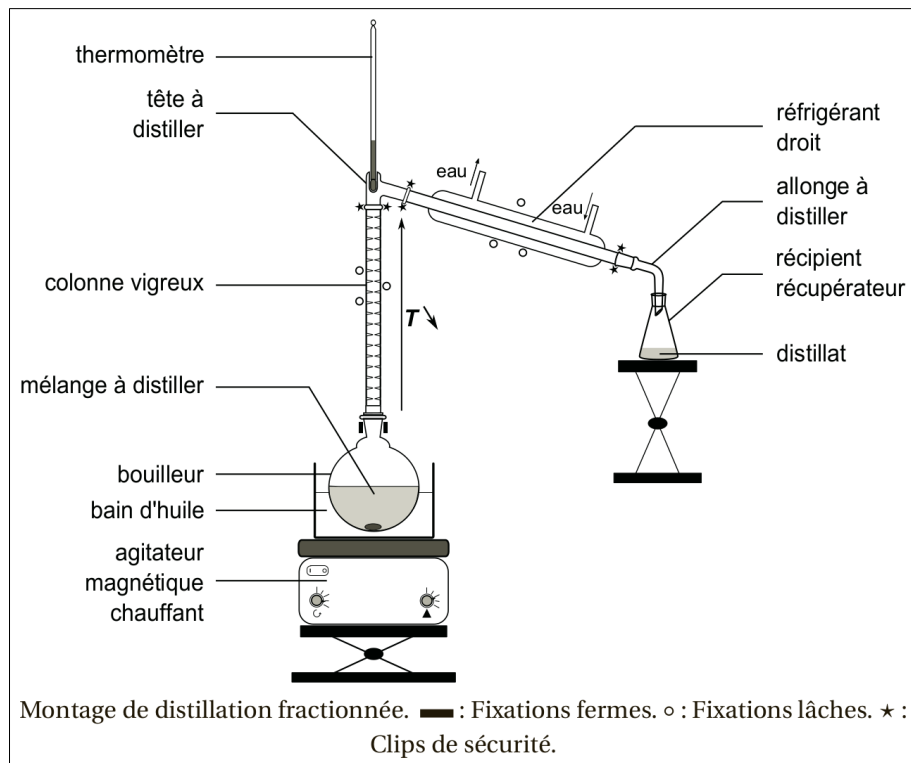
• En effectuant la distillation simple du distillat n°1 obtenu précédemment, la vapeur produite est plus riche en B que le distillat n°1. Le distillat n°2 obtenu est donc un mélange liquide plus riche en B que le distillat n°1.

La distillation fractionnée consiste donc en une succession de distillations simples dans une pièce de verrerie appelée colonne à distiller.



• La colonne la plus couramment utilisée au laboratoire est une colonne Vigreux qui possède des pointes sur sa paroi interne sur lesquelles les vapeurs se condensent puis le liquide obtenu se vaporise à nouveau.

- À mesure que la vapeur monte dans la colonne, une succession de cycles vaporisation-liquéfaction se produit, durant laquelle la vapeur est à chaque fois enrichie en composé le plus volatil. Si la colonne est suffisamment haute, la vapeur obtenue en tête de colonne ne contient plus que B.
- La colonne Vigreux s'insère dans le montage de distillation simple, entre le bouilleur et la tête à distiller comme illustré par la figure ci-dessous.



3. L'hydrodistillation

• L'hydrodistillation est la distillation d'un mélange contenant de l'eau et un ou plusieurs composés organiques non miscibles, ou peu miscibles, à l'eau. Le plus souvent les composés ciblés sont piégés dans une substance végétale.

• **Dans le cas du chauffage d'un mélange de liquides non miscibles, quelle que soit la composition du mélange initial, la vapeur émise possède la même composition (dite de l'hétéroazéotrope)**

↳ La colonne à distiller est donc inutile.

• **En outre, l'extraction est réalisée à la température d'ébullition du mélange, qui est inférieure à la température d'ébullition du composé à extraire, noté A, et à la température d'ébullition de l'eau.**

• Lorsque la composition initiale est plus riche en eau, la vapeur émise est alors plus riche en A que le mélange initial :

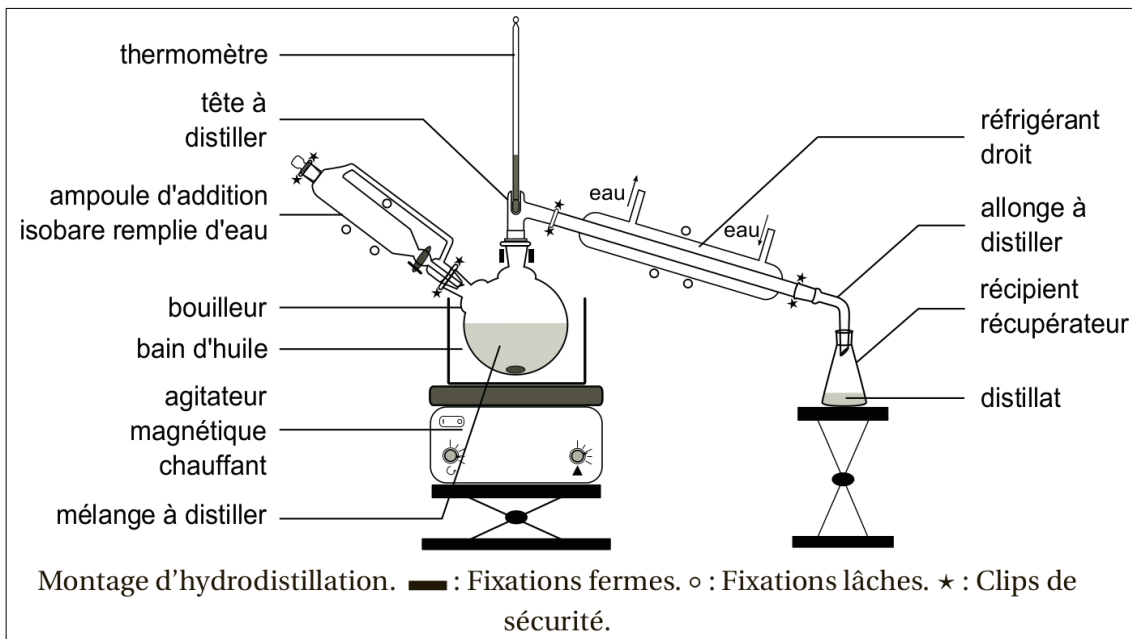
↳ Au fur et à mesure de l'extraction, le mélange initial s'appauvrit en composé A. Une fois tout le composé A extrait, le « mélange » ne contient plus que de l'eau pure.

↳ La vapeur est recondensée et le distillat contient les deux liquides non miscibles.

• Le montage utilisé est celui de la distillation simple, en prenant garde de ne pas remplir le ballon au-delà de la moitié et en n'oubliant pas la graisse à roder.

Le ballon bicol permet d'adapter une ampoule de coulée isobare pour maintenir un excès d'eau. L'extraction est terminée lorsque seule de l'eau est extraite, la température atteignant alors 100 °C.

• Le distillat contient essentiellement de l'eau et le composé ciblé. Si les deux liquides sont non miscibles, on peut passer directement à l'ampoule à décantier ; s'ils ne le sont que partiellement, une extraction au solvant est alors nécessaire.



4. L'extraction au solvant (Revoir la trace écrite de 1^{ère} STL.C2D)

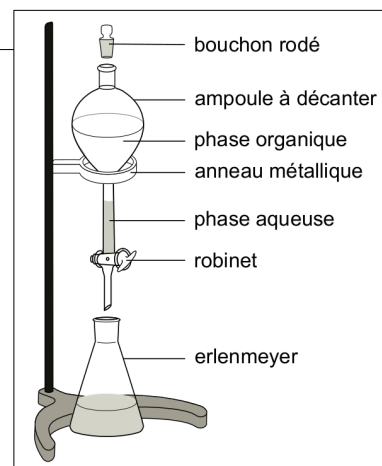
• L'extraction liquide-liquide intervient pour extraire un composé d'intérêt liquide d'un brut réactionnel (ou d'extraction) en le faisant passer dans une nouvelle phase liquide, organique ou aqueuse.

La solubilité d'une espèce polaire ou ionique est plus élevée dans un solvant polaire.

La solubilité d'une espèce apolaire est généralement plus élevée dans un solvant apolaire.

• **Le solvant extracteur doit répondre aux critères suivants :**

- ↳ le composé d'intérêt doit être plus soluble dans le solvant d'extraction que dans le solvant initial.
- ↳ le solvant d'extraction doit être non miscible au solvant initial, et de densité différente.
- ↳ le composé d'intérêt ne doit pas présenter de réactivité avec le solvant d'extraction.
- ↳ la toxicité du solvant d'extraction doit être en accord avec les principes de la chimie verte.

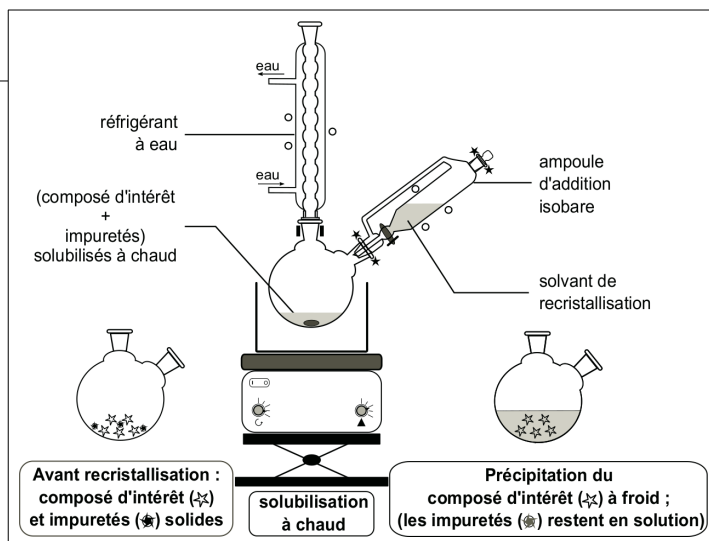


5. La recristallisation (Revoir la trace écrite de 1^{ère} STL.C2D)

• Cette technique est basée sur la différence de solubilité à chaud et à froid, du composé d'intérêt et des impuretés.

• La recristallisation consiste à solubiliser à chaud le composé d'intérêt solide impur dans un **minimum** de solvant. Le solvant est choisi en sorte que ce solide y soit insoluble à froid.

En refroidissant, le solide recristallise, débarrassé d'une grande partie des impuretés qui restent en solution. Un essorage permet enfin d'éliminer le solvant et d'isoler le solide.



• **Un bon solvant de recristallisation est tel que :**

- ↳ Le composé d'intérêt y est soluble à chaud et insoluble à froid.
- ↳ Les impuretés y sont solubles à froid (et donc à chaud sauf exceptions)