

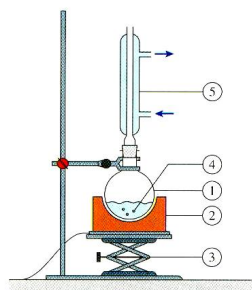
## TECHNIQUES OPÉRATOIRES EN CHIMIE ORGANIQUE

D'après *Chimie*, Terminale S, Hatier  
ISBN 2-218-73810-4

AVEC L'AUTORISATION DU C.F.C.

### Chauffage à reflux

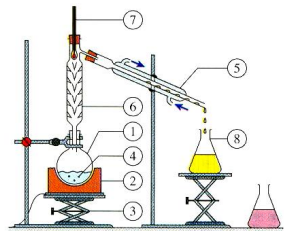
Le chauffage à reflux permet de chauffer un liquide sans perdre d'espèces chimiques volatiles.



- Introduire le liquide dans le ballon avec quelques grains de pierre ponce.
  - Fixer le ballon.
  - Surmonter le ballon d'un réfrigérant.
  - Alimenter en eau le réfrigérant par le bas.
  - Chauffer avec un chauffe-ballon posé sur un support élévateur.
- ① Ballon
  - ② Chauffe-ballon : le chauffage électrique évite la présence d'une flamme.
  - ③ Support élévateur : il permet d'écarter rapidement la source de chaleur.
  - ④ Pierre-ponce : ces grains permettent la régulation de l'ébullition.
  - ⑤ Réfrigérant : il condense les vapeurs. L'eau du robinet doit arriver par le bas pour assurer un bon remplissage du réfrigérant.

### Distillation fractionnée

La distillation fractionnée permet la séparation des constituants d'un mélange liquide.



- Introduire le mélange dans le ballon avec quelques grains de pierre ponce.
  - Fixer le ballon.
  - Surmonter le ballon, d'une colonne à distiller.
  - Ajouter un thermomètre.
  - Alimenter le réfrigérant en eau par le bas.
  - Placer un récipient pour récupérer le distillat.
  - Chauffer avec un chauffe-ballon posé sur un support élévateur.
- ① à ⑤ voir chauffage à reflux.
  - ⑥ Colonne à distiller : elle permet la séparation des espèces chimiques en utilisant les différences entre les températures d'ébullition.
  - ⑦ Thermomètre : grâce auquel, on peut suivre la température des vapeurs passant de la colonne à distiller vers le réfrigérant.
  - ⑧ Erlenmeyer : il est changé dès qu'une nouvelle espèce chimique atteint le haut de la colonne à distiller (repérage grâce au thermomètre).

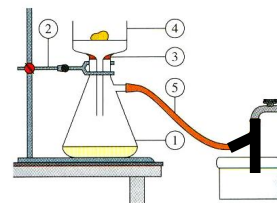
### Cristallisation

La cristallisation consiste à obtenir un solide à partir d'une solution.

- Si la solution est chaude, la refroidir car certains solutés sont moins solubles à froid qu'à chaud.
- Si la solution est froide, évaporer le solvant.

### Filtration sous vide

La filtration sous vide permet de séparer un solide d'un liquide.

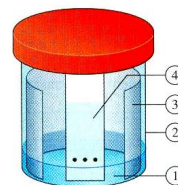


- Fixer une fiole à vide et la relier à un dispositif d'aspiration.
  - Adapter un joint conique au col de la fiole.
  - Mettre en place un entonnoir Büchner recouvert d'un papier filtre adapté.
  - Humidifier le papier filtre et ouvrir l'arrivée d'eau.
  - Verser lentement le mélange hétérogène dans l'entonnoir. Rincer le récipient d'origine avec le solvant pour récupérer tout le solide.
  - À la fin de la filtration casser le vide en ôtant le tuyau de la fiole.
- ① Fiole à vide : il permet le branchement d'un dispositif d'aspiration.
  - ② Fixation de la fiole à vide : elle stabilise l'ensemble.
  - ③ Joint conique : il assure l'étanchéité du dispositif.
  - ④ Entonnoir Büchner et papier filtre : c'est l'élément filtrant
  - ⑤ Tuyau d'aspiration : il provoque une dépression dans la fiole et une augmentation de la vitesse de filtration.

### Chromatographie sur couche mince (CCM)

La CCM permet la séparation d'espèces chimiques en solution, en vue d'une analyse.

- Préparer le mélange de solvant servant de phase mobile (appelé éluant) en respectant les proportions du mode opératoire.
- Placer un demi-centimètre d'éluant dans la cuve à chromatographie.
- Tapisser la moitié de la surface latérale de la cuve avec un papier filtre. Fermer la cuve.
- Sur une plaque de chromatographie, tracer un trait au crayon à 1 cm du bas.
- Déposer sur le trait à l'aide de capillaires, les échantillons à étudier et les produits de référence. Les espacer d'au moins 1 cm.
- Placer la plaque dans la cuve en vérifiant que les dépôts ne trempent pas dans l'éluant. Laisser éluer jusqu'à ce que le niveau du liquide atteigne 80 % de la hauteur de la plaque.
- Retirer la plaque de la cuve et marquer aussitôt au crayon le niveau atteint par le liquide.
- Si les taches ne sont pas visibles, les révéler (diode ou UV).



- ① Cuve à chromatographie.
- ② Papier filtre : il permet de saturer la cuve avec les vapeurs d'éluant.
- ③ Plaque de chromatographie : c'est la phase fixe.
- ④ Éluant : il constitue la phase mobile capable d'entraîner les constituants d'un échantillon. Si ces constituants migrent à des vitesses différentes, alors leur séparation a lieu.
- ⑤ Couvercle : il permet la saturation en vapeurs d'éluant.