

0063267

TECHNOSUP

Les FILIÈRES TECHNOLOGIQUES des ENSEIGNEMENTS SUPÉRIEURS

CHIMIE

Les techniques de laboratoire

Purification et analyse
des composés organiques

Erika BOURGUET

Christophe AUGÉ

ellipses

TECHNOSUP

Les FILIÈRES TECHNOLOGIQUES des ENSEIGNEMENTS SUPÉRIEURS

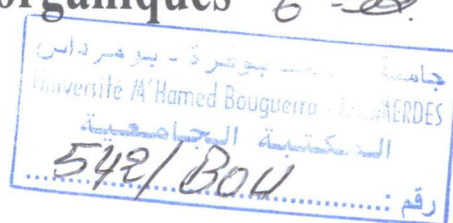
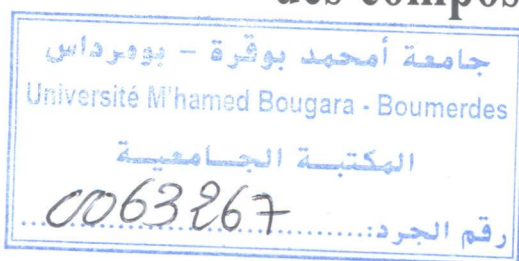


CHIMIE

Les techniques de laboratoire

Purification et analyse
des composés organiques

6^{ad}



Erika BOURGUET

Maître de conférences
Université de Reims

Christophe AUGÉ

Enseignant-chercheur
Université de Sherbrooke (Canada)



Table des matières

LA RECRISTALLISATION.....	9
1. PRINCIPE.....	9
2. EN THEORIE	9
2.1. <i>Stabilité des produits à haute température</i>	9
2.2. <i>Instabilité des produits à haute température</i>	10
3. CHOIX DU SOLVANT DE CRISTALLISATION	11
4. TECHNIQUES DE LA RECRISTALLISATION	11
4.1. <i>Recristallisation à chaud à un solvant</i>	11
4.2. <i>Recristallisation à chaud à deux solvants</i>	14
4.3. <i>Recristallisation à température ambiante ou à froid</i>	16
L'EXTRACTION.....	19
1. PRINCIPE.....	19
2. COEFFICIENT DE PARTAGE	20
3. L'EXTRACTION LIQUIDE - LIQUIDE	22
4. SOLVANTS D'EXTRACTION.....	22
4.1. <i>Propriétés des solvants d'extraction</i>	22
4.2. <i>Quelques solvants d'extraction</i>	22
5. L'EXTRACTION LIQUIDE - LIQUIDE DISCONTINUE.....	23
6. L'EXTRACTION LIQUIDE - LIQUIDE CONTINUE.....	24
7. PROBLEMES RENCONTRES.....	24
7.1. <i>Émulsions</i>	24
7.2. <i>Produits d'interface</i>	25
8. L'EXTRACTION SOLIDE - LIQUIDE	25
8.1. <i>Méthodes d'extraction continue</i>	25
8.2. <i>Montages</i>	25
9. RECUPERATION DU SOLUTE	26
9.1. <i>Lavage de la phase organique</i>	26
9.2. <i>Séchage de la phase organique</i>	26
9.3. <i>Évaporation du solvant d'extraction</i>	27
10. EXEMPLES	27
LA DISTILLATION.....	31
1. PRINCIPE.....	31
2. ÉQUILIBRE LIQUIDE - VAPEUR D'UN CORPS PUR	31
2.1. <i>Équilibre liquide - vapeur en vase clos : courbe de tension de vapeur</i>	31
2.2. <i>Vaporisation à l'air libre à température constante : évaporation</i>	32
2.3. <i>Vaporisation totale à l'air libre par élévation de température : ébullition</i>	32
2.4. <i>Condensation à l'air libre par abaissement de température : condensation</i>	33
3. ÉQUILIBRE LIQUIDE - VAPEUR D'UN MELANGE BINAIRE IDEAL.....	33
4. PRINCIPE DE LA DISTILLATION FRACTIONNEE D'UN MELANGE BINAIRE IDEAL	34
5. CARACTERISTIQUES D'UN APPAREIL A DISTILLER	37
5.1. <i>Pouvoir séparateur</i>	37
5.2. <i>La retenue</i>	39
6. ÉTUDE DES COURBES A DISTILLER	39

6.1. Solution binaire idéale	39
6.2. Solutions binaires non idéales : mélanges azéotropes	40
6.3. Mélange de deux liquides partiellement miscibles	41
6.4. Mélange de deux liquides non miscibles	42
7. TECHNIQUES PRATIQUES DE DISTILLATION	43
7.1. Distillation simple	43
7.2. Rectification	45
7.3. Distillation sous pression réduite	45
7.4. Hydrodistillation et entraînement à la vapeur	51
8. DESCRIPTION D'UNE OPERATION DE DISTILLATION	53
LE TRAVAIL SOUS ATMOSPHERE INERTE	55
1. DEFINITION	55
2. LA RAMPE A AZOTE OU ARGON	55
2.1. Circuit d'azote	56
2.2. Circuit du vide	56
2.3. Régénération	56
3. REGLES GENERALES DE MISE SOUS AZOTE	57
4. OPERATIONS ELEMENTAIRES SOUS AZOTE	59
4.1. Séchage des produits solides	59
4.2. Séchage des produits liquides	61
4.3. Séchage des solvants	62
4.4. Filtration	64
4.5. Extraction	65
4.6. Réactions	68
4.7. Transfert de liquide ou de solide	71
4.8. Recristallisation	75
4.9. Dégazage des liquides	75
4.10. Échantillonnage pour RMN	76
LA CHROMATOGRAPHIE	77
1. DEFINITION ET PRINCIPE GENERAL	77
1.1. Principe	77
1.2. Divers types de chromatographie	77
2. LA CHROMATOGRAPHIE DE PARTAGE : LIQUIDE - LIQUIDE	79
2.1 La chromatographie sur papier	79
2.2 La chromatographie de partage centrifuge	80
3. LA CHROMATOGRAPHIE D'ADSORPTION : LIQUIDE - SOLIDE	83
3.1. Chromatographie d'adsorption sur couche mince (CCM)	84
3.2. Chromatographie d'adsorption sur colonne	87
4. L'ELECTROPHORESE	90
5. LA CHROMATOGRAPHIE PAR ECHANGE D'IONS	91
6. LA CHROMATOGRAPHIE D'EXCLUSION OU TAMISAGE MOLECULAIRE	92
7. LA CHROMATOGRAPHIE D'AFFINITE	93
8. LA CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE	94
9. LA CHROMATOGRAPHIE LIQUIDE HAUTE PRESSION (CLHP)	96
LES MESURES PHYSIQUES	99
1. LE SECHAGE	99

1.1. Principe	99
1.2. Les agents desséchants.....	99
1.3. Les méthodes de séchage.....	100
2. LE POINT DE FUSION.....	100
2.1. Généralités	100
2.2. Appareils à point de fusion.....	101
2.3. Mesure d'un point de fusion.....	101
3. LA MICROANALYSE.....	102
4. LA SPECTROMETRIE D'ABSORPTION.....	102
4.1. La spectroscopie UV	104
4.2. La spectroscopie IR.....	106
4.3. La RMN	108
4.4. La spectrométrie de masse	112
5. LE POUVOIR ROTATOIRE	115
AU LABORATOIRE	117
1. LA SECURITE AU LABORATOIRE	117
1.1. Quelques recommandations de prévention	117
1.2. Quelques recommandations pour la sécurité.....	118
1.3. Dernières recommandations	120
2. PRESENTATION DU CAHIER DE LABORATOIRE	121
2.1. But	121
2.2. Élaboration.....	121
3. LA REDACTION D'UN RAPPORT	123
3.1. Les trois clés pour être lu	123
3.2. Le plan.....	124
3.3. Le style.....	124
3.4. Le titre	125
3.5. Les illustrations	125
3.6. La mise en page.....	126
ANNEXES.....	128
Table 1 : solvants organiques, propriétés et déshydratation.	
Table 2 : les solvants utilisés en chromatographie liquide.	
Table 3 : table de corrélation en spectroscopie infra-rouge.	
Table 4 : table des déplacements chimiques des protons.	
Table 5 : table des déplacements chimiques des carbones.	
GLOSSAIRE.....	133
INDEX	152
BIBLIOGRAPHIE	155

La collection TECHNOSUP dirigée par Claude Chèze est une sélection d'ouvrages dans toutes les disciplines, pour les filières technologiques des enseignements supérieurs.

Niveau **A** **Approche** (éléments, résumés ou travaux dirigés)
Niveau **B** **Bases** (cours avec exercices et problèmes résolus)
Niveau **C** **Compléments** (approfondissement, spécialisation)

IUT - BTS - 1^{er} cycle
IUP - Licence
Écoles d'ingénieurs, Master

L'ouvrage : niveau A (IUT - BTS - 1^{er} cycle)

Manuel pratique pour tous les étudiants scientifiques ou en pharmacie appelés à travailler à la paillasse et pour tous ceux qui y exercent leur activité professionnelle.

Pour leur apporter une aide efficace, il regroupe toutes les informations nécessaires pour une bonne compréhension des techniques de laboratoire, notamment en chimie organique. Les notions les plus importantes sont explicitées dans des chapitres successivement consacrés aux méthodes qui permettent d'isoler, de purifier et de caractériser un composé chimique : recristallisation, extraction, distillation, travail sous atmosphère inerte, chromatographie, mesures physiques. Un dernier chapitre rappelle les règles d'hygiène et de sécurité indispensables dans un laboratoire et aide à la présentation d'un rapport.

L'ouvrage est synthétique, simple et pratique pour guider l'étudiant dans son apprentissage et le technicien dans l'exercice d'une bonne pratique quotidienne.

Les auteurs :

Erika Bourguet est Maître de conférences à la Faculté de pharmacie de l'Université de Reims. Elle participe à des programmes de recherche sur la synthèse totale de produits naturels d'origine marine et la conception d'inhibiteurs d'enzyme à visée antitumorale.

Christophe Augé exerce une double compétence de pharmacien et de scientifique en tant qu'enseignant en chimie organique à l'Université de Sherbrooke au Canada.

Illustration de couverture : Dessin de Léonard de Vinci.

