

Caractérisation des produits à l'issue d'une synthèse - CORRIGE

1- L'acide benzoïque obtenu à l'issue du traitement de la phase aqueuse est solide. On aurait pu le prévoir car la température ambiante (environ 20 °C) est inférieure à la température de fusion de l'acide benzoïque qui est de 122 °C.

2- L'alcool benzylique obtenu à l'issue du traitement de la phase organique est liquide. En effet, la température ambiante de la salle de TP est comprise entre la température de fusion de l'alcool benzylique (- 15 °C) et de sa température d'ébullition (205 °C).

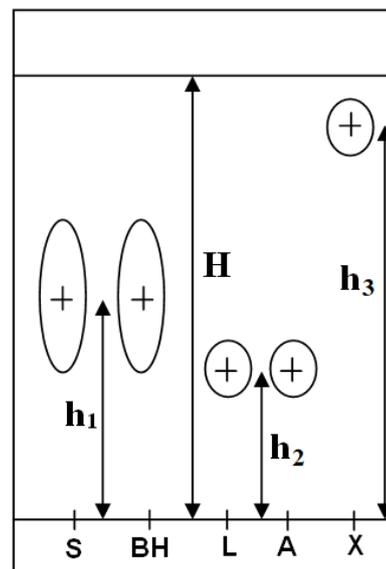
3- Les dépôts réalisés sur la CCM sont de deux natures :
 # Les espèces à analyser : il s'agit du solide **S** obtenu à l'issue du traitement de la phase aqueuse et le liquide **L** obtenu à l'issue du traitement de la phase organique ;
 # Les espèces témoins, c'est-à-dire celles susceptibles d'être présentes dans les espèces à analyser : on dépose donc de l'acide benzoïque **BH** (susceptible de constituer le solide **S**), de l'alcool benzylique **A** (susceptible de constituer le liquide **L**) et du benzaldéhyde **X** qui est le réactif qui a été utilisé pour synthétiser **A** et **BH** (voir équation au début du TP de Chimie 02).

4- La lampe UV permet de faire apparaître les taches sur la plaque de chromatographie.

5- Le chromatogramme obtenu a l'allure suivante :

S- Solide issu du traitement de la phase aqueuse
BH- Acide benzoïque commercial
L- Liquide issu du traitement de la phase organique
A- Alcool benzylique commercial
X- Benzaldéhyde

- On constate que le produit analysé **S** :
- Est pur car on ne voit qu'une seule tache sur le chromatogramme.
 - Contient une espèce chimique identique à l'espèce chimique **BH** puisque les taches correspondantes sont situées à la même hauteur sur la plaque. C'est donc cohérent avec le fait que notre produit est de l'acide benzoïque.
 - Ne contient pas les espèces chimiques **A** et **X** puisque les taches des composés **A** et **X** sont situées à une hauteur différente de l'espèce chimique **S** : notre produit S ne contient donc pas d'alcool benzylique ni de benzaldéhyde.



On constate d'autre part que le produit analysé **L** :

- Est pur car on ne voit qu'une seule tache sur le chromatogramme.
- Contient une espèce chimique identique à l'espèce chimique **A** puisque les taches correspondantes sont situées à la même hauteur sur la plaque. C'est donc cohérent avec le fait que notre produit est de l'alcool benzylique.
- Ne contient pas les espèces chimiques **BH** et **X** puisque les taches des composés **BH** et **X** sont situées à une hauteur différente de l'espèce chimique **L** : notre produit L ne contient donc pas d'acide benzoïque ni de benzaldéhyde.

6- • Rapport frontal de l'acide benzoïque :

On le calcule en divisant la distance h_1 entre la ligne de dépôt et le centre de la tache de **BH** par la distance **H** entre la ligne de dépôt et la ligne de front de l'éluant.

On obtient ici $R_f(\text{BH}) = h_1 / H$, soit $R_f(\text{BH}) = 3,9 / 7,9$, ce qui donne $R_f(\text{BH}) = 0,49$.

• Rapport frontal de l'alcool benzylique :

On le calcule en divisant la distance h_2 entre la ligne de dépôt et le centre de la tache de **A** par la distance **H** entre la ligne de dépôt et la ligne de front de l'éluant.

On obtient ici $R_f(\text{A}) = h_2 / H$, soit $R_f(\text{A}) = 2,6 / 7,9$, ce qui donne $R_f(\text{A}) = 0,33$.

• Rapport frontal du benzaldéhyde :

On le calcule en divisant la distance h_3 entre la ligne de dépôt et le centre de la tache de **X** par la distance **H** entre la ligne de dépôt et la ligne de front de l'éluant.

On obtient ici $R_f(X) = h_3 / H$, soit $R_f(X) = 7,0 / 7,9$, ce qui donne $R_f(X) = 0,89$.

7- On mesure la température de fusion d'un solide à l'aide d'un **banc Köfler**.

8- Parmi les différentes espèces chimiques étalons disponibles au laboratoire, **il faut étalonner l'appareil avec celle dont la température de fusion est la plus proche de celle du produit analysé** par la suite.

Dans notre cas, la température de fusion de l'acide benzoïque valant 122 °C, on choisit d'étalonner le banc Köfler avec l'**acétanilide** dont la température de fusion vaut 114,5 °C.

9- On obtient une température de fusion de 122 °C, identique à celle attendue pour l'acide benzoïque. **Le produit analysé semble donc bien être de l'acide benzoïque.**

NB : si la température de fusion obtenue expérimentalement avait été inférieure à celle attendue, c'est le signe que le produit analysé est impur. En revanche, si la température de fusion obtenue expérimentalement est supérieure à celle attendue, c'est souvent le signe que le produit analysé n'est pas parfaitement sec.

10- On mesure l'indice de réfraction d'un liquide avec un **réfractomètre**.

11- On obtient un indice de réfraction égal à 1,533, au lieu de l'indice 1,5384 mentionné dans les tables. Nous ne sommes pas très éloignés du résultat attendu, signe que **le liquide obtenu est bien de l'alcool benzylique**.

12- • Rendement d'extraction de l'acide benzoïque BH :

Calculons la masse $m_{BH}(0)$ d'acide benzoïque initialement présent dans $V_0 = 35$ mL de mélange réactionnel : par définition, $m_{BH}(0) = n_{BH}(0) \times M_{BH}$, soit $m_{BH}(0) = C \times V_0 \times M_{BH}$.

Le rendement d'extraction η_{BH} de l'acide benzoïque s'obtient en divisant la masse $m_{BH}(exp) = m_4 - m_3$ obtenue expérimentalement après extraction par la masse $m_{BH}(0)$ initialement présent dans le mélange réactionnel, soit $\eta_{BH} = [m_4 - m_3] / [C \times V_0 \times M_{BH}]$.

AN : $\eta_{BH} = [9,04 - 5,16] / [1,20 \times 0,035 \times 122]$ $\eta_{BH} = 0,76$ **soit $\eta_{BH} = 76 \%$**

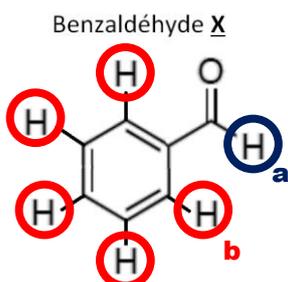
• Rendement d'extraction de l'alcool benzylique A :

Calculons la masse $m_A(0)$ d'alcool benzylique initialement présent dans $V_0 = 35$ mL de mélange réactionnel : par définition, $m_A(0) = n_A(0) \times M_A$, soit $m_A(0) = C \times V_0 \times M_A$.

Le rendement d'extraction η_A de l'alcool benzylique s'obtient en divisant la masse $m_A(exp) = m_2 - m_1$ obtenue expérimentalement après extraction par la masse $m_A(0)$ initialement présent dans le mélange réactionnel, soit $\eta_A = [m_2 - m_1] / [C \times V_0 \times M_A]$.

AN : $\eta_2 = [124,96 - 121,11] / [1,20 \times 0,035 \times 108]$ $\eta_A = 0,85$ **soit $\eta_A = 85 \%$**

13-



Infrarouge :

Bande forte ① autour de $\sigma \approx 1650-1730 \text{ cm}^{-1}$ caractéristique de la liaison **C=O** de la famille des **ALDEHYDES**

Bande moyenne ② à $\sigma \approx 2750-2900 \text{ cm}^{-1}$ caractéristique de la liaison **C-H** de la famille des **ALDEHYDES** ;

RMN 1H : (on considère que les protons du cycle appartiennent au même GPE)

Cette molécule présente **2 GPE** différents (les entourer et les identifier par une lettre). On s'attend donc à un spectre contenant **2 signaux**.

Le **H_a** n'a pas de H voisin. Le signal ① de ce GPE sera donc un **SINGULET** d'intégration **1** pour un déplacement chimique aux alentours de $\delta \approx 8,5-10,5 \text{ ppm}$ car c'est un H de type R-CH=O.

Le signal ② concernant les **H_b** admettra un déplacement chimique $\delta \approx 6,5-8,2 \text{ ppm}$ (car ce sont des H de type Ar-H) et il sera d'intégration **5**. Ces H n'étant pas strictement **équivalents**, le signal observé est un massif (signal avec un nombre de pics non déterminable).

Infrarouge :

Bande forte ❶ autour de $\sigma \approx 1680-1710 \text{ cm}^{-1}$ caractéristique de la liaison **C=O** de la famille des **ACIDES CARBOXYLIQUES** ;

Bande moyenne et large ❷ entre $\sigma \approx 2500 \text{ cm}^{-1}$ et $\sigma \approx 3200 \text{ cm}^{-1}$ caractéristique de la liaison **O-H** de la famille des **ACIDES CARBOXYLIQUES** ;

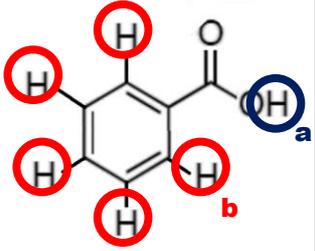
RMN ^1H : (on considère que les protons du cycle appartiennent au même GPE)

Cette molécule présente **2 GPE** différents (les entourer et les identifier par une lettre). On s'attend donc à un spectre contenant **2 signaux**.

Le **H_a** est lié à un hétéroatome. Le signal ❶ de ce GPE sera donc un **SINGULET** d'intégration **1** pour un déplacement chimique aux alentours de $\delta \approx 10,5-12,5 \text{ ppm}$ car c'est un H de type R-COOH.

De même que pour le benzaldéhyde **X**, le signal ❷ concernant les **H_b** admettra un déplacement chimique $\delta \approx 6,5-8,2 \text{ ppm}$, sera d'intégration **5** et ce sera un massif.

Acide benzoïque **BH**



Infrarouge :

Bande forte et large ❶ entre $\sigma \approx 3200 \text{ cm}^{-1}$ et $\sigma \approx 3400 \text{ cm}^{-1}$ caractéristique de la liaison **O-H** de la famille des **ALCOOLS** ;

RMN ^1H : (on considère que les protons du cycle appartiennent au même GPE)

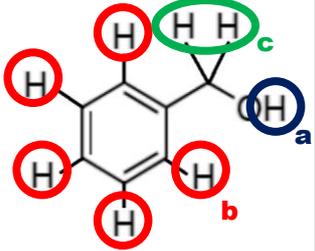
Cette molécule présente **3 GPE** différents (les entourer et les identifier par une lettre). On s'attend donc à un spectre contenant **3 signaux**.

Le **H_a** est lié à un hétéroatome. Le signal ❶ de ce GPE sera donc un **SINGULET** d'intégration **1**.

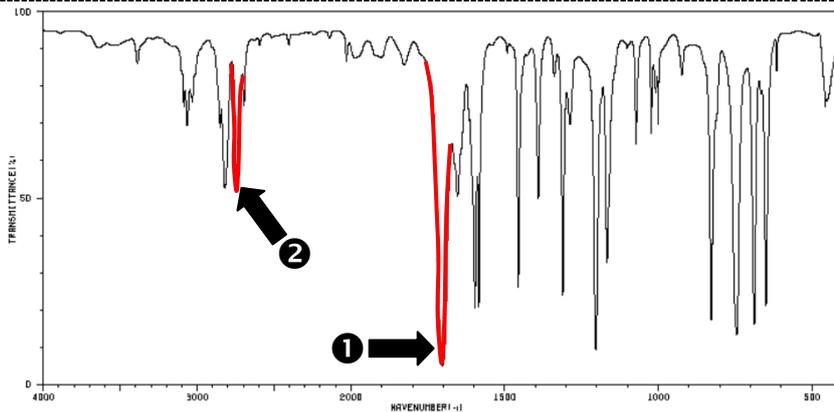
Les **H_c** n'ont pas de H voisin. Le signal ❷ de ce GPE sera donc un **SINGULET** d'intégration **2**.

De même que pour le benzaldéhyde **X** et l'acide benzoïque, le signal ❷ concernant les **H_b** admettra un déplacement chimique $\delta \approx 6,5-8,2 \text{ ppm}$, sera d'intégration **5** et ce sera un massif.

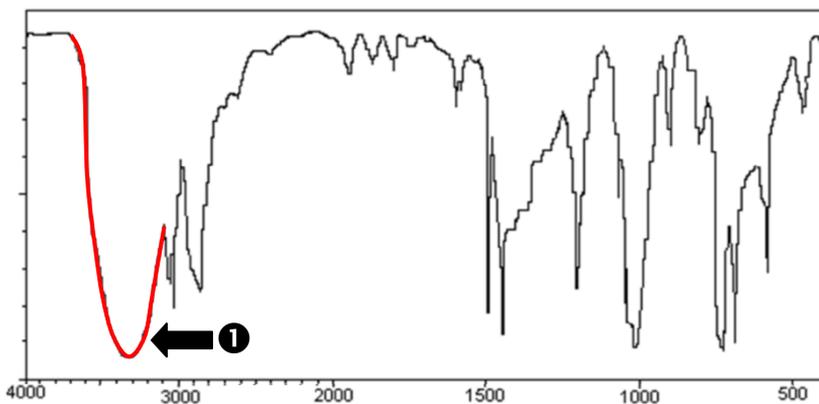
Alcool benzylique **A**



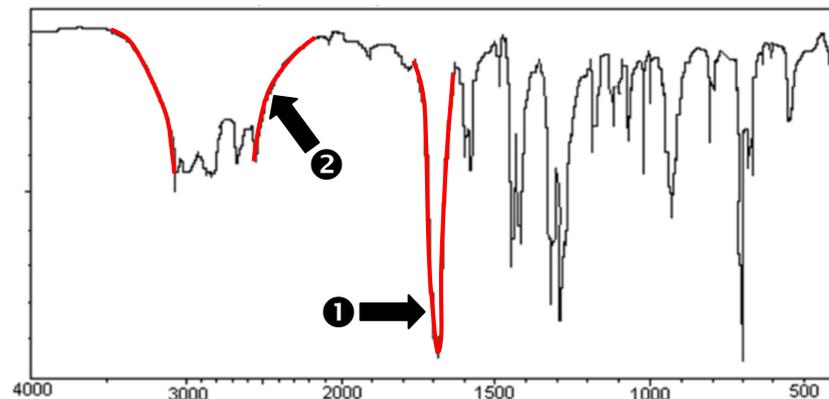
14-



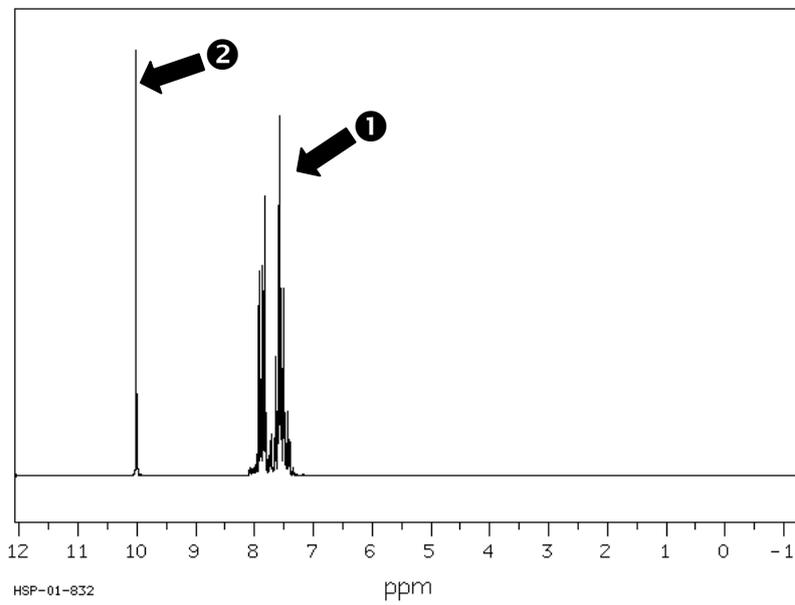
Spectre IR-1 = X



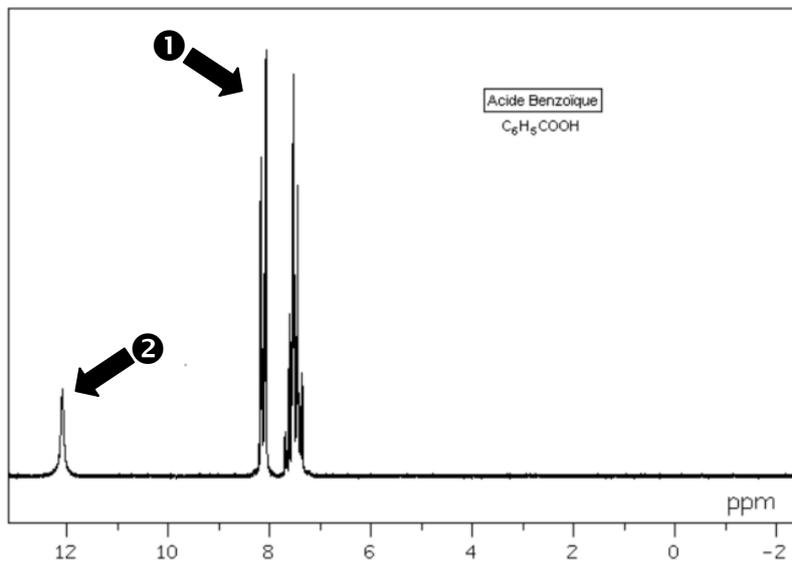
Spectre IR-2 = A



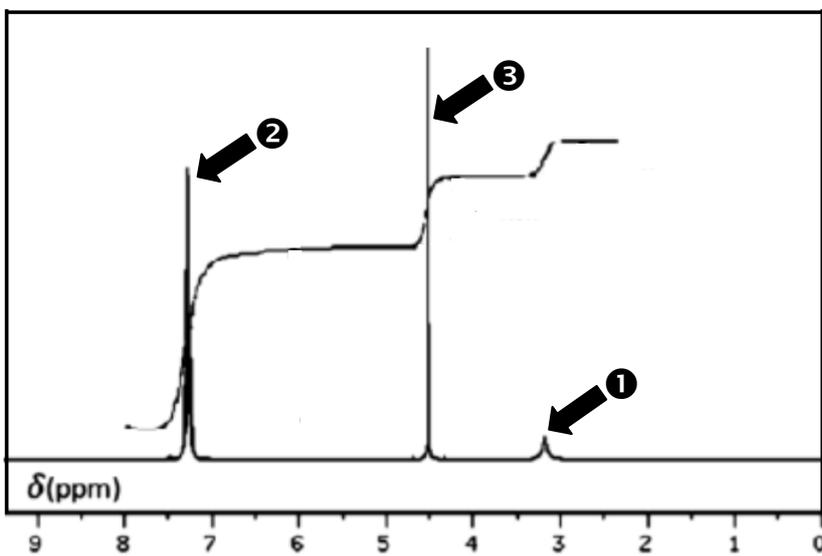
Spectre IR-3 = BH



Spectre RMN-4 = X



Spectre RMN-5 = BH



Spectre RMN-6 = A