

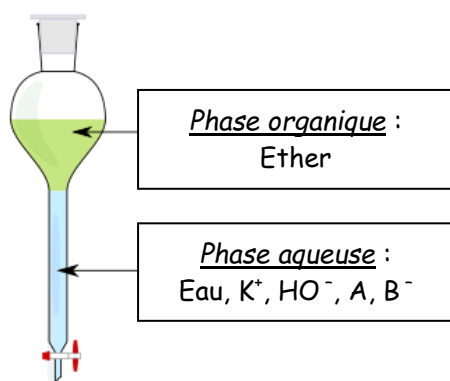
Isolement des produits à l'issue d'une synthèse - CORRIGE

I- EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE

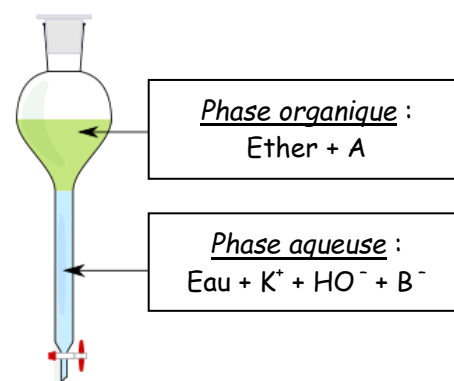
1- L'extraction d'une espèce chimique par un solvant fait intervenir la notion de SOLUBILITE. Plus la solubilité d'une espèce chimique dans un solvant est importante, plus cette espèce chimique aura tendance à vouloir se solubiliser dans le solvant en question. Pour savoir quelle espèce est extraite par l'éther, il faut comparer la solubilité de A et de B⁻ dans l'eau et dans l'éther :

- **A** est plus soluble dans l'éther que dans l'eau : **A** n'a donc aucun intérêt à rester dans la phase aqueuse lors de l'agitation ; **A ira se solubiliser dans l'éther** ;
- **B⁻** est plus soluble dans l'eau que dans l'éther : **B⁻** n'a donc aucun intérêt à aller se solubiliser dans l'éther ; **B⁻ reste donc la phase aqueuse**.

C'est donc l'espèce A qui est extraite par l'éther.



AVANT agitation



APRES agitation

2- Par définition, le solvant de la phase aqueuse est **l'EAU**. Celui de la phase organique est **l'ETHER**.

Ces deux solvants étant non miscibles, **on observe 2 phases distinctes, la phase supérieure étant constituée du solvant le moins dense**. Or, la densité de l'éther ($d_{\text{ether}} = 0,70$) est plus faible que celle de l'eau ($d_{\text{eau}} = 1$). On en déduit donc que **la phase organique constitue la phase supérieure et la phase aqueuse la phase inférieure**.

3- On choisit l'éther comme solvant extracteur car :

- C'est un **solvant non miscible** avec le solvant dans lequel se trouvent initialement les deux espèces A et B⁻ (ici l'eau) ;
- **Une des deux espèces A et B⁻ est plus soluble dans ce solvant extracteur que dans le solvant initial** dans lequel se trouvent ces deux espèces (ici, **A** est plus soluble dans l'éther que dans l'eau) et l'autre y est moins soluble (ici, **B⁻** est moins soluble dans l'éther que dans l'eau).

4- Quand on réalise une extraction, les volumes mentionnés n'ont pas besoin d'être connus avec précision. C'est pourquoi on utilise une éprouvette graduée plutôt qu'une pipette jaugée, la première étant moins précise que la seconde.

5- Les deux manipulations proposées utilisent au final le même volume (20 mL) de solvant extracteur sauf que la 1^{ère} manipulation propose de l'utiliser en une seule fois sur la phase aqueuse alors que la 2^{nde} propose de l'utiliser en deux fois. **Si la 2^{nde} méthode est privilégiée, c'est parce qu'elle permet d'extraire davantage d'espèce A que la 1^{ère} méthode**. En effet, **une extraction multiple est toujours plus efficace qu'une extraction simple**.

II- TRAITEMENT DE LA PHASE ORGANIQUE

6- Pour « estimer » le pH de la phase aqueuse, on utilise du **papier-pH**. On obtient un **pH proche de 12**. Cette valeur de pH étant supérieure à 7, la phase aqueuse est **BASIQUE**.

On pouvait s'y attendre car l'énoncé indique que la réaction de Cannizzaro est préparée en utilisant un excès de solution aqueuse d'hydroxyde de potassium ($K_{(aq)}, HO^-_{(aq)}$). Une fois la réaction terminée, **il reste donc une grosse quantité d'ions hydroxyde $HO^-_{(aq)}$ responsables de la forte basicité du milieu**.

7- On rajoute du **sulfate de magnésium ANHYDRE** dans la phase organique afin d'éliminer toutes les traces d'eau dans celle-ci. On sait qu'on en a mis suffisamment quand une partie du sulfate de magnésium présent dans le mélange est pulvérulent, c'est-à-dire sous forme de poudre fine.

8- Lors de l'utilisation de l'évaporateur rotatif, **on élimine le liquide le plus volatil**, c'est-à-dire celui qui a la **température d'ébullition la plus faible** entre l'alcool benzylique (205 °C) et l'éther (35 °C). Ici, **c'est donc l'éther qui est éliminé**.

L'éliminer sous pression réduite permet d'avoir une température d'ébullition inférieure à celle mentionnée dans les tables qui est donnée pour une pression ambiante. Ainsi, l'évaporation est plus rapide. Cela permet aussi d'éviter de chauffer et permet ainsi d'éviter de dénaturer les molécules organiques qui ne sont pas évaporées car celle-ci sont parfois sensibles à la chaleur.

III- TRAITEMENT DE LA PHASE AQUEUSE

9- La seule espèce solide qui apparaît en tant que produit dans ces réactions est l'espèce $\text{BH}_{(s)}$. C'est donc la réaction « $\text{H}_3\text{O}^+_{(aq)} + \text{B}^-_{(aq)} \rightarrow \text{BH}_{(s)} + \text{H}_2\text{O}_{(l)}$ » qui est responsable de la formation d'un solide blanc.

Il s'agit donc de **l'acide benzoïque**. Elle apparaît sous forme solide car **l'acide benzoïque est très peu soluble dans l'eau**.

10- On réalise l'ajout d'acide chlorhydrique à froid tout d'abord pour des **raisons de sécurité** : en effet, les réactions précédentes sont exothermiques et dégagent de la chaleur. Pour éviter toute projection, on opère donc à froid.

De plus, d'après les données du tableau introductif, **l'acide benzoïque est d'autant moins soluble que le mélange est froid**. Cela permet de **faire apparaître davantage d'acide benzoïque solide** lors de l'opération.

11- On constate que pour un pH proche de 1, **l'intégralité de l'ion benzoate B^- a été transformé en acide benzoïque BH**.

12- Par rapport à une filtration classique, la filtration sous vide est **plus rapide** et permet d'obtenir un **produit solide plus sec**.

13- On rajoute de l'eau sur le solide déjà essoré et on triture ensuite afin d'**éliminer les impuretés** qui pourraient être piégées dans la masse. Cette étape porte le nom de **LAVAGE**.

On réalise cette étape avec de l'eau froide pour **perdre le moins possible d'acide benzoïque**. En effet, l'acide benzoïque étant plus soluble dans l'eau chaude que dans l'eau froide, une partie plus importante de cet acide se solubiliserait donc dans l'eau chaude que dans l'eau froide et on obtiendrait alors moins de solide à la fin.

14- **L'étuve** est un appareil qui permet de **chauffer le produit solide afin de le débarrasser de son eau**. On le règle à une **température inférieure à la température d'ébullition de l'eau qu'on souhaite évaporer** (en effet, inutile de chauffer jusqu'à 100 °C, l'eau s'évapore aussi à des températures inférieures), mais aussi **inférieure à la température de fusion du solide qu'on veut sécher** (ici, il s'agit de l'acide benzoïque, dont la température de fusion à pression atmosphérique vaut 122 °C).

On peut donc régler la température de l'étuve à une **température de l'ordre de 60 ou 70 °C** (en tout cas, inférieure à 100 °C).