TP Chimie 02 BCPST 1C

Isolement des produits à l'issue d'une synthèse – FICHE REPONSE (Corrigé)

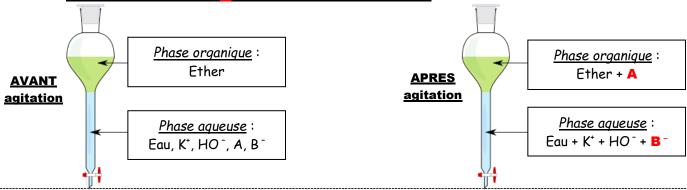
I- EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE

29.1-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 grande, plus cette espèce chimique aura tendance à vouloir se dissoudre dans le solvant en question.

Dans le mélange réactionnel traité, les espèces A et B sont en phase aqueuse ; le solvant choisi pour réaliser l'extraction est l'éther. Pour savoir quelle espèce sera extraite, il faut donc 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 se solubilisera dans la phase organique ;
- B est plus soluble dans l'eau que dans l'éther : B n'a donc aucun intérêt à aller se solubiliser dans la phase organique; B - reste donc la phase aqueuse;

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



×2-Par définition, le solvant de la phase aqueuse est <u>l'eau</u> alors que celui de la phase organique est l'éther.

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 (déther = 0,70) est plus faible que celle de l'eau (d_{eau} = 1). On en déduit donc que <u>la phase organique</u> constitue la phase supérieure et que la phase aqueuse constitue la phase inférieure.

- On choisit l'éther comme solvant extracteur car : **3-**
 - 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.
- Les deux manipulations proposées utilisent au final le même volume (20 mL) de solvant ≥5extracteur sauf que la 1^{ère} manipulation propose de l'utiliser en **une** 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 1ère méthode. En effet, une extraction multiple est toujours plus efficace qu'une extraction simple.

II- Traitement de la phase organique

Pour « estimer » le pH de la phase aqueuse, on utilise du papier-pH. On obtient un pH ≥.6proche de 12. Cette valeur 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, <u>il reste donc une grosse quantité d'ions hydroxyde HO</u> responsables de la forte basicité du milieu.

- On rajoute du <u>sulfate de magnésium anhydre</u> 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 que celui-ci est présent sous forme de **poudre fine**.
- Lors de l'utilisation de l'évaporateur rotatif, <u>on élimine le liquide le plus volatile</u>, c'est-àdire celui qui a la *température d'ébullition la plus petite*. Or, ici, deux liquides sont susceptibles d'être présents : l'alcool benzylique (T_{éb} = 205 °C) et l'éther (T_{éb} = 35 °C). Ici, c'est donc l'éther qui est éliminé.

L'éliminer sous pression réduite permet d'avoir une température d'ébullition **plus petite** que celle mentionnée dans les tables (donnée pour une pression de 1 bar) : par conséquent, il n'y a pas besoin de **beaucoup** chauffer le mélange pour procéder à l'évaporation, chauffage qui peut parfois **dégrader** les molécules organiques qu'on cherche à isoler car celles-ci sont parfois sensibles à la chaleur. De plus, l'évaporation est **plus** rapide.

III- TRAITEMENT DE LA PHASE AQUEUSE

Ea seule espèce solide qui apparaît en tant que produit dans les équations de ces réactions est l'espèce BH (s) . C'est donc la réaction « B ⁻ (aq) + H₃O⁺ (aq) → BH (s) + H₂O (l) » qui est responsable de la formation d'un solide blanc.

Il s'agit donc de <u>l'acide benzoïque</u>. Il apparaît sous forme solide car <u>il est très peu</u> soluble dans l'eau et que sa température de <u>fusion</u> est inférieure à la température ambiante.

On réalise l'ajout d'acide chlorhydrique à froid tout d'abord pour des <u>raisons de sécurité</u>: 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 dans l'eau que le mélange est froid. Travailler à froid permet donc de <u>faire</u> <u>apparaître davantage d'acide benzoïque solide</u> lors de l'opération.

- D'après le diagramme de distribution du couple BH/B , on constate que pour un pH proche de 1, il n'y a **quasiment que l'espèce BH qui existe**. Se placer à ce pH permet donc de récupérer la **majorité** de cette espèce.
- ▶12- Par rapport à une filtration classique, la filtration sous vide est <u>plus rapide</u> et permet d'obtenir un <u>produit solide plus sec</u>.
- 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 <u>perdre le moins possible d'acide</u> <u>benzoïque</u>. En effet, l'acide benzoïque étant <u>plus</u> soluble dans l'eau chaude que dans l'eau froide, une partie plus importante de cet acide se solubiliserait donc dans l'eau <u>chaude</u> que dans l'eau <u>froide</u> et on obtiendrait alors <u>moins</u> de solide à la fin.

L'étuve est un appareil qui permet de chauffer le produit solide afin de le débarasser 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 <u>température de l'ordre de 60 °C</u> (en tout cas, <u>inférieure</u> à 100 °C).