

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).

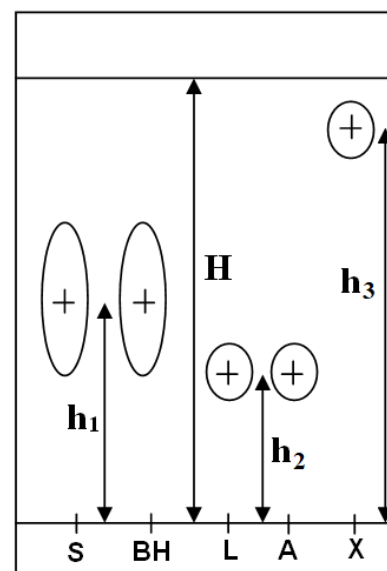
3- Les dépôts réalisés sur la CCM sont de deux natures :
 # Les espèces à analyser : il s'agit du solide S obtenu à l'issue du traitement de la phase aqueuse et le liquide L obtenu à l'issue du traitement de la phase organique ;
 # Les espèces témoins, c'est-à-dire celles susceptibles d'être présentes 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 $R_f(BH) = h_1 / H$, soit $R_f(BH) = 3,9 / 7,9$, ce qui donne $R_f(BH) = 0,49$.

• 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 $R_f(A) = h_2 / H$, soit $R_f(A) = 2,6 / 7,9$, ce qui donne $R_f(A) = 0,33$.

• 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- a) La masse $m(A)_i$ d'alcool benzylique initialement présent dans $V_0 = 35$ mL de mélange réactionnel à la concentration molaire C vaut :

$$m(A)_i = n(A)_i \times M_A \quad (\text{avec } n(A)_i \text{ la quantité de matière associée à } m(A)_i)$$

$$\text{Soit } m(A)_i = C \times V_0 \times M_A.$$

b) La masse d'alcool benzylique obtenue expérimentalement $m(A)_{\text{exp}}$ s'obtient en soustrayant la masse du ballon vide (masse m_1) à la masse du ballon contenant l'alcool benzylique après évaporation du solvant (masse m_2).

$$\text{Soit } m(A)_{\text{exp}} = m_2 - m_1 \quad (\text{résultat à éventuellement diviser par } N \text{ si un ballon contenait la phase organique de } N \text{ binômes})$$

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

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

13- a) La masse $m(BH)_i$ d'acide benzoïque qu'on peut extraire du volume $V_0 = 35$ mL de mélange réactionnel vaut :

$$m(BH)_i = n(BH)_i \times M_{BH} \quad (\text{avec } n(BH)_i \text{ la quantité de matière associée à } m(BH)_i)$$

Or, la totalité de l'acide benzoïque BH est issue de l'ion benzoate B^- qui était à la concentration molaire C dans le volume V_0 ; donc $n(BH)_i = C \times V_0$, et finalement :

$$m(BH)_i = C \times V_0 \times M_{BH}.$$

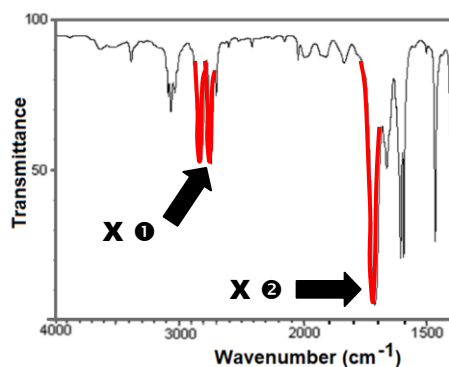
b) La masse d'acide benzoïque obtenue expérimentalement $m(BH)_{\text{exp}}$ s'obtient en soustrayant la masse de l'enveloppe vide (masse m_3) à la masse de l'enveloppe contenant l'acide benzoïque (masse m_4).

$$\text{Soit } m(BH)_{\text{exp}} = m_4 - m_3$$

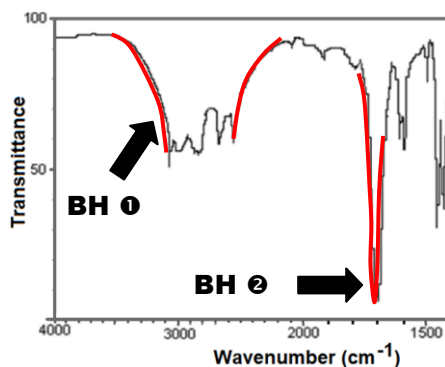
c) Le rendement d'extraction η_{BH} de l'acide benzoïque s'obtient en divisant la masse obtenue expérimentalement après extraction par la masse qu'on pouvait extraire du volume V_0 de mélange réactionnel, soit $\eta_{BH} = [m_4 - m_3] / [C \times V_0 \times M_{BH}]$.

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

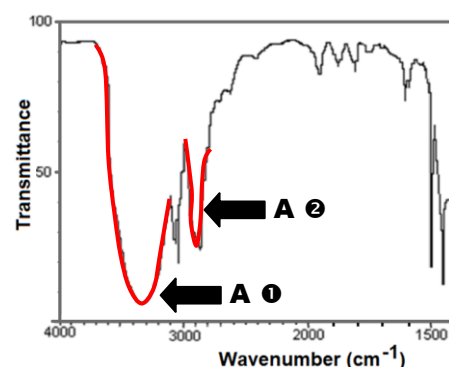
14- Liaison	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Intensité	Molécule concernée
O-H alcool libre	3500 - 3700	forte, fine	A ①
O-H alcool lié	3200 - 3400	forte, large	A ①
O-H acide carboxylique	2500 - 3200	forte à moyenne, large	BH ①
C - H alcane	2800 - 3000	forte	A ②
C - H aldéhyde	2700 - 2900	moyenne, double	X ①
C = O ester	1700 - 1740	forte	/
C = O amide	1650 - 1740	forte	/
C = O aldéhyde et cétone	1650 - 1730	forte	X ②
C = O acide	1680 - 1710	forte	BH ②



Spectre IR-1 = Benzaldéhyde

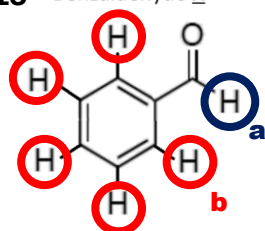


Spectre IR-2 = Acide benzoïque

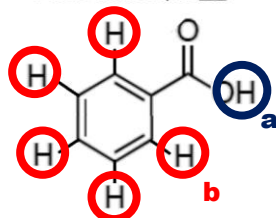


Spectre IR-3 = Alcool benzylique

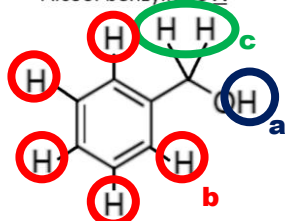
15- Benzaldéhyde X



Acide benzoïque BH



Alcool benzylique A



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 **$\delta \approx 8,5-10,5$ ppm** car c'est un H de type **R-CH=O**.

Le signal **②** concernant les **H_b** admettra un déplacement chimique **$\delta \approx 6,5-8,2$ 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).

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 **①** de ce GPE sera donc un **SINGULET** d'intégration **1** pour un déplacement chimique aux alentours de **$\delta \approx 10,5-12,5$ ppm** car c'est un H de type **R-COOH**.

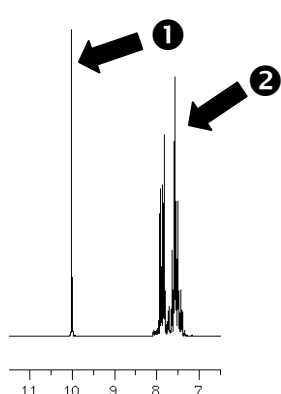
De même que pour le benzaldéhyde X, le signal **②** concernant les **H_b** admettra un déplacement chimique **$\delta \approx 6,5-8,2$ ppm**, sera d'intégration **5** et ce sera un massif.

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

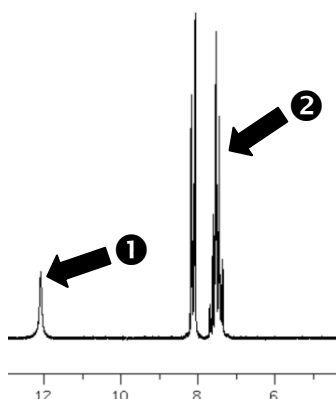
Le **H_a** est lié à un hétéroatome. Le signal **①** de ce GPE sera donc un **SINGULET** d'intégration **1**.

Les **H_c** n'ont pas de H voisin. Le signal **③** de ce GPE sera donc un **SINGULET** d'intégration **2**.

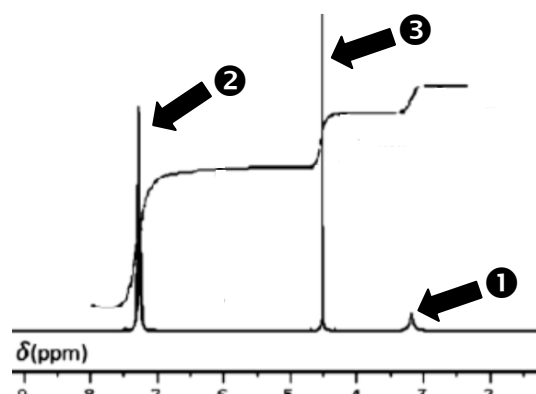
De même que pour le benzaldéhyde X et l'acide benzoïque, le signal **②** concernant les **H_b** admettra un déplacement chimique **$\delta \approx 6,5-8,2$ ppm**, sera d'intégration **5** et ce sera un massif.



Spectre RMN-1 = Benzaldéhyde



Spectre RMN-2 = Acide benzoïque



Spectre RMN-3 = Alcool benzylique