

1

Extraction liquide - liquide - ampoule à décanter
 • phase d'1 phase aqueuse
 • se'chage d'1 phase organique
 Compté rendu TP 1 de Chimie

Jules
MOREAU

Enva

Schwanitz ** Partie A:

Q1) Pour éliminer un acide de la phase organique on fait un lavage avec une base. (cela ionise l'acide)

Pour éliminer un oxydant de la phase organique on fait un lavage avec un réducteur. (les p.c.t.s sont plus solubles en phase aqueuse).

Point cours:

Cas réel:

$$\alpha_i = \gamma_i [i]$$

Cas idéal:

$$\alpha_i \approx [i]$$

$[i]$: concentration en i

α_i : activité de i

Il existe des relations qui tiennent compte

γ_i corrigé à déterminer

Limite de validité: - Solution trop concentrée

γ_i : coefficient d'activité

- Trop d'ions

ndamment de la phase

$$Q2) K^0(T) = \frac{\alpha(Y_{COOH})_{org}}{\alpha(Y_{COOH})_{aq}} \Rightarrow K = \frac{[Y_{COOH}]_{org}}{[Y_{COOH}]_{aq}}$$

K constante de partage apparente

$$AH(aq) = AH(org)$$

Mode opératoire:

* Faire manipulation: - mélanger dans une ampoule à décanter V_o et V_{aq}
 - décanter et récupérer la phase aqueuse

* Détermination de $\gamma_{AH, aq}$:

- Dosage par titrage colorimétrique:

Solution titré: toute la phase aqueuse.

Solution titrant: soude à $3,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol.l}^{-1}$

Indicateur coloré: phénolphtaléine.

burette de 25 mL

soude à $3,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol.l}^{-1}$

erlenmeyer

Y aqueux + phénolphtaléine

agitateur magnétique

Point cours:

Pour une décanteration: dissymétrie des volumes $\Rightarrow$ récupérer phase org et phase aq

$$L \rightarrow \frac{V_{q1}}{V_{q2}} \gg 3$$

Point cours :

- Verrerie IV : mesure à l'intérieur un volume très précis (ex : fiole jaugée)
- Verrerie EX : prélève très précisément un volume (ex : pipette jaugée)

Calcul préliminaire à l'établissement du mode opératoire :

$$n_{AH,i} = 1,00 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1} \text{ d'acide benzoïque.}$$

Réaction support du titrage : $AH + OH^- = A^- + H_2O : K_1^0$

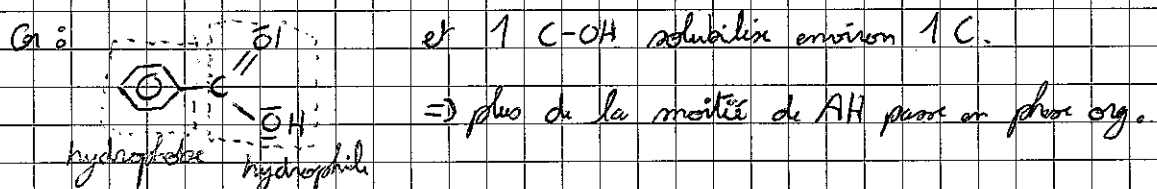
$$\text{Loi de Hess : } \begin{cases} AH = A^- + H^+ : K_A \\ OH^- + H^+ = H_2O : \frac{1}{K_e} \end{cases} \Rightarrow K_1^0 = \frac{K_A}{K_e} = 10^{9,8} > 10^4$$

G, 9,8 € [8,2 ; 10] donc on prend la phénolphthaléine comme indicateur coloré. (Dans ce cas les autres fonctionnent aussi car le saut de pH est très grand)

Détermination V_E et choix C_B :

$$\text{On a : } \frac{n(AH)}{1} = \frac{n(OH^-)}{1} \Rightarrow n(AH) = C_B V_E$$

Si AH était entièrement dans la phase aqueuse, avec $C_B = 3,00 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ on a $V_E \approx 33 \text{ mL}$.



Donc : $V_E \approx 10-15 \text{ mL}$ avec $C_B = 3,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$

Détermination $n_{AH,aq}$; $n_{AH,org}$; f_1 ; K_1 :

$$n_{AH,aq} = C_B V_E$$

$$n_{AH,org} = n_{A,i} - n_{AH,aq} = n_{A,i} - C_B V_E$$

$$f_1 = \frac{n_{AH,org}}{n_{AH,aq}} = \frac{n_{A,i} - C_B V_E}{C_B V_E}$$

$$K_1 = \frac{n_{AH,org}}{V_S} \times \frac{V_{aq}}{n_{AH,aq}} = \frac{(n_{A,i} - n_{AH,aq}) V_{aq}}{n_{AH,aq} \times V_S}$$

Q3) Résultats expérimentaux:

$$V_{Eq1} = 12,9 \text{ ml}$$

$$n_{AH, aq} = 3,9 \times 10^{-4} \text{ mol}$$

$$n_{AH, org} = 6,1 \times 10^{-4} \text{ mol}$$

$$p = 0,61$$

$$K_1 = 7,8$$

Q4) Incertitudes de Type A:

K_1	8,158	6,9	7,7	7,81	7,53	7,34	7,82	7,9	8,12	7,72	7,53
-------	-------	-----	-----	------	------	------	------	-----	------	------	------

D'où : $K_1 = \bar{K}_1 = 7,7$

$$u(K_1) = \frac{s}{\sqrt{N}}$$

on $s = 0,4$ et $N = 11$

$$\Rightarrow u(K_1) = 0,1$$

↳ écart-type

Ainsi : $K_1 = (7,7 \pm 0,1)$

(on di' d'ap' son protocole de garder 2 chiffres significatifs)

* Double extraction:

Q5) On s'attend à ce que le rendement augmente.

Voq. ↓

Q6) On a : $V_{Eq2} = 10,1 \text{ ml}$

Donc $p_2 = 0,70$

Le rendement a bien augmenté.

ou

Point cours: Dans un protocole, si V ml de solvant extracteur,

TOUJOURS faire 2 extractions avec $\frac{V}{2}$ ml de solvant extracteur.

Q7) Par extraction simple: $n_{AH, aq} = \frac{V_{aq}}{V_r} \cdot \frac{n_{AH, org}}{K_1}$

(! En TP on a calculé $n_{AH, aq}$)

G) $n_{AH, i} = n_{AH, aq} + n_{AH, org} \Rightarrow$

$$n_{AH, org} = \frac{n_{AH, i}}{1 + \frac{V_{aq}}{V_r K_1}}$$

A.N: $n_{AH, org} = 6,33 \times 10^{-4} \text{ mol}$

Par double extraction :

Après une extraction: $n_{AH,org,1} = n_{AH,i} \times \frac{1}{1 + \frac{2V_{aq}}{V_f K}}$

Après la deuxième extraction :

$$n_{\text{AH,org},2} = n_{\text{AH,org},1} \times \frac{1}{1 + \frac{2V_{\text{aq}}}{V_{\text{K}}}}$$

$$n_{\text{AH}, \text{org}, 2} = n_{\text{AH}, 1} \times \left(\frac{1}{1 + \frac{2 V_{\text{org}}}{V_{\text{f}} K}} \right)^2 \quad \left(\Delta E_{\text{m TP on a calcite } n_{\text{AH}, \text{aq}, 2}} \right)$$

A.N: $n_{\text{AH}, \text{org}, 2} = 7,12 \times 10^{-4} \text{ mol}$

Q8) Gn aurat system :

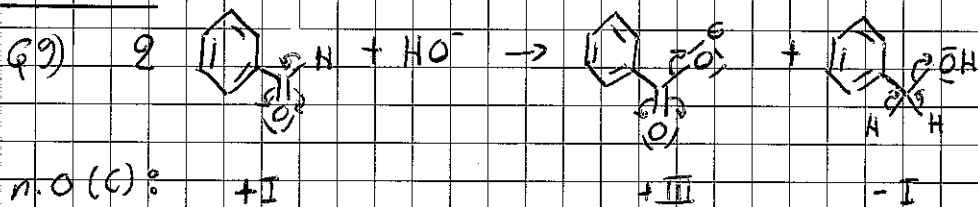
$e_3 > e_1$ con n_{AH}, aq est plus facile

$$K_3 > K_1$$

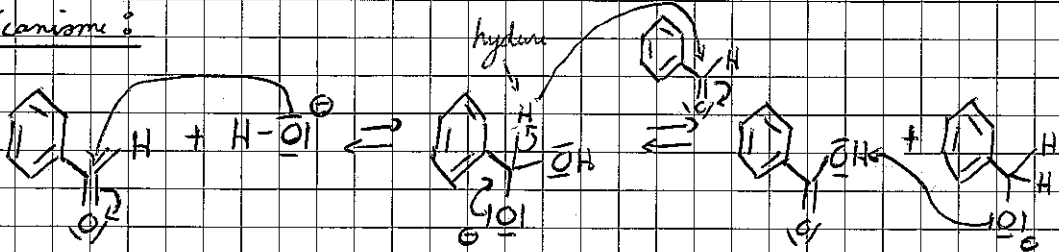
$$V_{Eg3} < V_{Eg1}$$

car on tire la poutre aqueux

**** Partie B:**



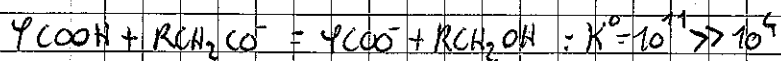
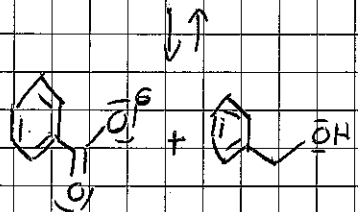
Mécanisme :



Dernière étape :

$$pK_A(\text{Y}(\text{COOH})/\text{Y}(\text{COO}^-)) = 5$$

$$pK_A(RCH_2OH/RCH_2O^-) = 16$$



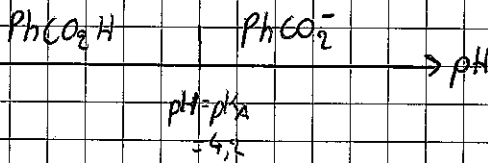
Jules
Moreau

Compte rendu TP1 de chimie

Eva

Schwartz Q10) La même espèce réagit avec elle-même et donne deux autres molécules qui ont un degré d'oxydation différent du degré d'oxydation du réactif.
C'est une réaction de dismutation.

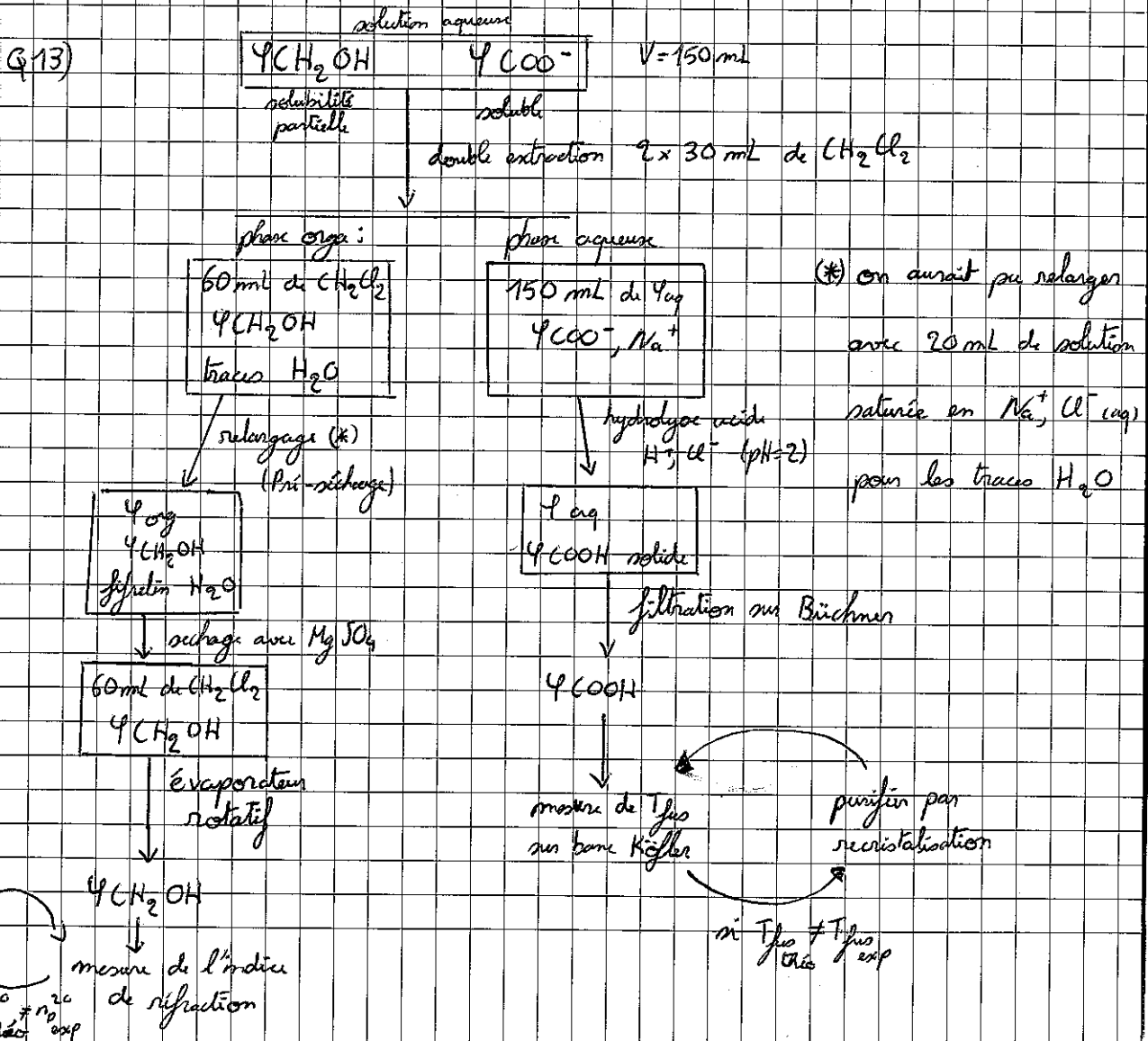
Q11) D'après l'énomé : $pK_A (PhCO_2H / PhCO_2^-) = 4,2$



Q12) ion benzoate $PhCO_2^-$: c'est un ion $\Rightarrow$ hydrophile

$PhCO_2H$: amphiphile (mais plus hydrophobe que hydrophile, voir Q2)

$PhCH_2OH$: hydrophobe, 1 COH soluble 1 C.



Q14) Mesure de la température de fusion avec un banc Röfler

$$T_{\text{fus, théo}} = 121,7^{\circ}\text{C}$$

Q15) $\emptyset$

Q16) Recristallisation permet de purifier le solide.

Q17) Le séchage se fait dans un arlemmeyer. On peut aussi utiliser Na_2SO_4 .
On estime le séchage lorsque le sel reste sous forme pulvérulente.

Q18) On récupère le filtrat dans un ballon pyrex à 1 col car on va utiliser l'évaporateur rotatif ensuite.

Il ne faut pas mettre trop de coton dans l'entonnoir.

Q19) On utilise un évaporateur rotatif et on se place à basse pression afin de diminuer la température d'ébullition du CH_2Cl_2 .

Q20) $\emptyset$

Q21) On mesure l'indice de réfraction du produit d'intérêt avec un réfractomètre.
 $n_D^{20} = 1,5396$ d'après l'énoncé

Q22) La distillation fractionnée permet de purifier le liquide.