

TP S2PC.1 : Séparation et analyse de produits organiques

1. But du TP

Illustrer des techniques de séparation courantes en chimie : extraction, cristallisation et distillation. On étudie un mélange contenant de l'acide benzoïque $C_6H_5CO_2H$, du toluène $C_6H_5CH_3$ et de l'éther éthylique (ou éthoxyéthane) $H_5C_2-O-C_2H_5$.

2. Extraction de l'acide benzoïque

- Transférer 25 mL du mélange prélevé avec une pipette jaugée dans une ampoule à décanter.
- Extraire trois fois par 10 mL d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium $NaHCO_3$.
- Récupérer les solutions aqueuses et la phase organique dans deux erlenmeyers de 100 mL.
- Ajouter du sulfate de magnésium anhydre $MgSO_4$ (s) dans la solution organique jusqu'à l'apparition d'une suspension fine afin de la sécher. Boucher l'erlenmeyer et reporter vous au **3.**
- Dissoudre 1 g de chlorure de sodium $NaCl$ dans l'erlenmeyer contenant la phase aqueuse.
- Refroidir la solution dans un bain de glace. Verser goutte à goutte une solution d'acide chlorhydrique concentré HCl dans la phase aqueuse jusqu'à $pH \approx 3$ et l'apparition d'un précipité.
- Essorer sur Büchner, laver le précipité avec de l'eau glacée.
- Récupérer le solide dans une coupelle en verre préalablement pesée et sécher le composé obtenu à l'étuve (environ à $60\text{ }^\circ C$).
- Peser la masse de produit sec récupéré (en fin de séance).
- Mesurer sa température de fusion à l'aide d'un banc Köfler.

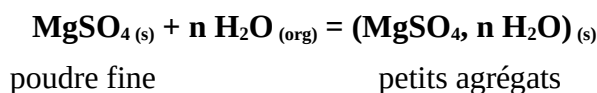
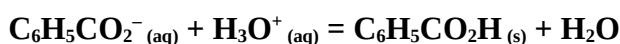
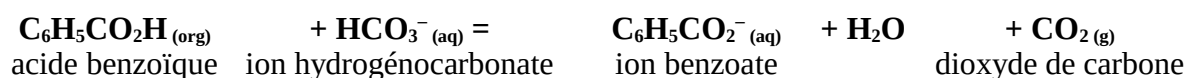
3. Séparation du toluène par distillation

- Peser le ballon **sec et vide avec 2 grains de pierre ponce.**
- Reprendre l'erlenmeyer de la phase organique ; séparer le solide par simple filtration sur papier filtre placé dans un entonnoir directement dans le ballon ; **peser le ballon plein.**
- Après avoir réalisé le montage de distillation (cf. ci-contre) effectuer la distillation fractionnée de la phase organique (ne pas trop chauffer cf. température d'ébullition).
- Noter l'évolution de la température en tête de colonne.
- En fin de distillation et après refroidissement, peser le ballon avec le liquide qui reste.

4. Questions

- a°) Calculer le rendement de séparation pour l'acide benzoïque et le toluène.
- b°) Expliquer le principe d'extraction et de cristallisation de l'acide benzoïque.
- c°) Expliquer le principe de séchage de la phase organique liquide.
- d°) Annoter le schéma du montage de distillation fractionnée.
- e°) Expliquer le principe de la distillation.
- f°) Expliquer le principe de mesure d'une température de fusion d'un solide avec un banc Köfler.
- g°) En vous aidant des spectres IR et RMN dont vous ferez ressortir les caractéristiques, donner des méthodes qui permettraient de vérifier la composition des différentes solutions au cours de la séparation.

Quelques réactions observées lors de ce TP :

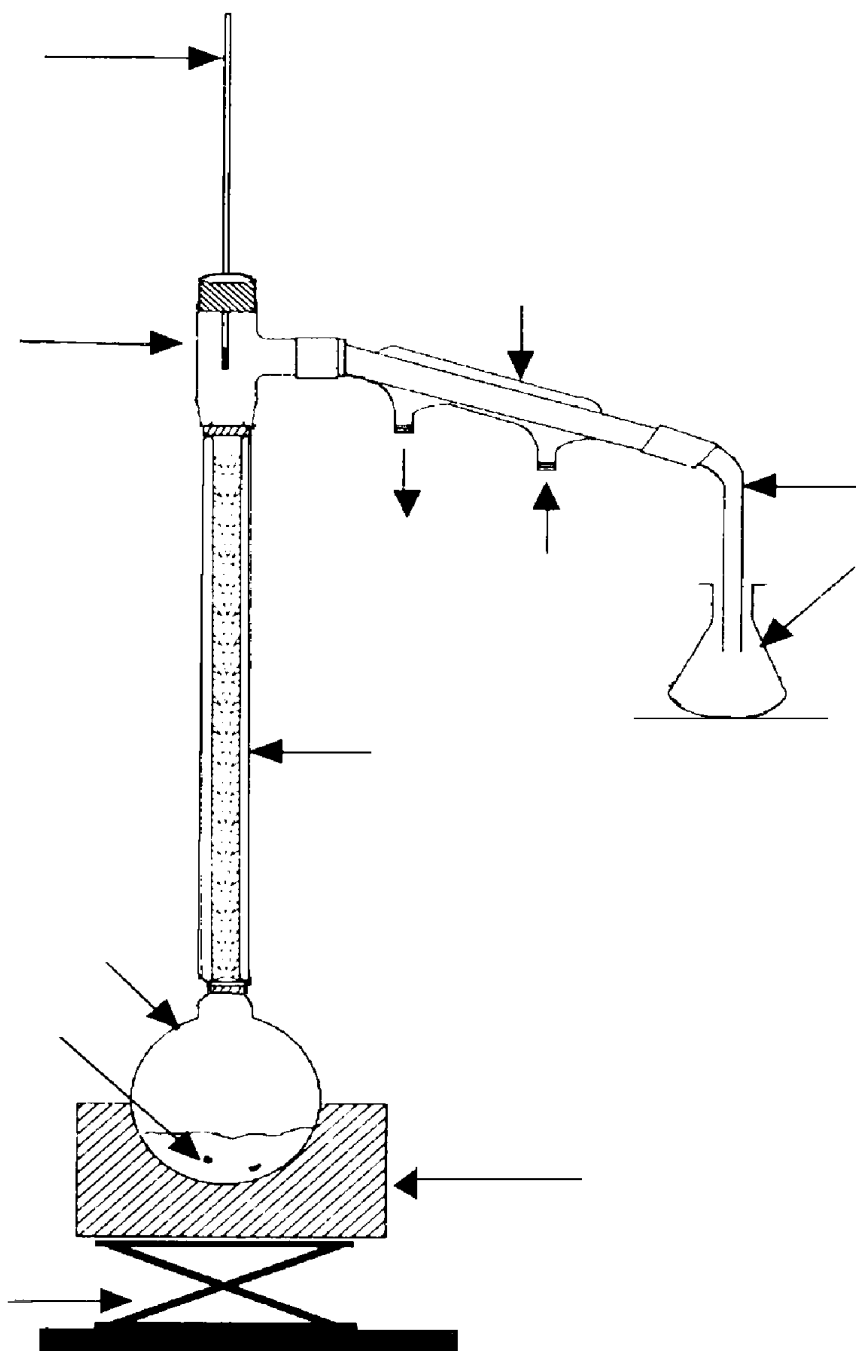


Données relatives aux manipulations :

Produits	pour 25 mL de mélange	M (g.mol ⁻¹)	T _{fus} (°C)	T _{eb} (°C)	Densité à 20 °C	Solubilité à 20 °C dans l'eau (g.L ⁻¹)
Acide benzoïque	1,0 g	122,1	122,1			2,9
Toluène	10 mL	92,13		110,6	0,866	0,53
Éther éthylique	15 mL	74,03		34,5	0,714	69

$\text{pKa}(\text{H}_2\text{CO}_3 / \text{HCO}_3^-) = 6,4$ et $\text{pKa}(\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2\text{H} / \text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2^-) = 4,2$

Solubilité à 20 °C dans l'eau du benzoate de sodium ($\text{Na}^+ ; \text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2^-$) = 630 g.L⁻¹



Montage de distillation fractionnée