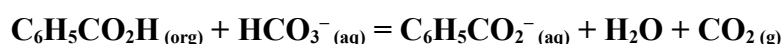


Correction du TP S2PC.1 : Séparation et analyse de produits organiques

a°) Rendement pour l'acide benzoïque : $r_1 = \frac{\frac{m_{\text{sec}}}{122,1}}{1,0} \times 100 = \frac{m_{\text{sec}}}{1,0} \times 100 = 75\%$ si $m_{\text{sec}} = 0,75 \text{ g}$

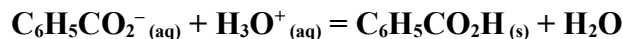
Rendement pour le toluène : $r_2 = \frac{\frac{m_{\text{liquide}}}{92,13}}{10 \times 0,866} \times 100 = \frac{m_{\text{liquide}}}{8,66} \times 100 = 70\%$ si $m_{\text{liquide}} = 6,0 \text{ g}$

b°) On commence par faire passer l'acide benzoïque du mélange sous sa forme basique l'ion benzoate en phase aqueuse, par un échange de proton avec l'ion hydrogénocarbonate contenu dans la solution saturée de NaHCO_3 , selon la réaction :



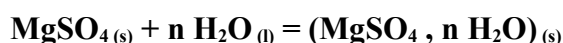
Après décantation et séparation des deux phases liquides à l'aide d'une ampoule à décanter, on ajoute du chlorure de sodium solide NaCl dans la phase aqueuse qui se dissout pour libérer les ions sodium et chlorure, cela contribue à saturer la solution aqueuse afin de faire diminuer la solubilité des produits organiques, ce phénomène porte le nom de relargage.

Enfin, on acidifie la phase aqueuse pour protoner l'ion benzoate en phase aqueuse et reformer l'acide benzoïque très peu soluble à froid qui cristallise selon la réaction :



Il ne reste plus qu'à opérer une filtration du solide sur Büchner pour récupérer le solide.

c°) Pour sécher la phase organique liquide, on piège l'eau à la surface d'un solide ionique très hydrophile ; les molécules d'eau ainsi fixées ont tendance à agglomérer les fines particules de solides :



Il ne reste plus qu'à opérer une filtration avec un filtre plissé pour récupérer la phase organique liquide sèche (le filtrat) séparée du solide ionique hydraté.

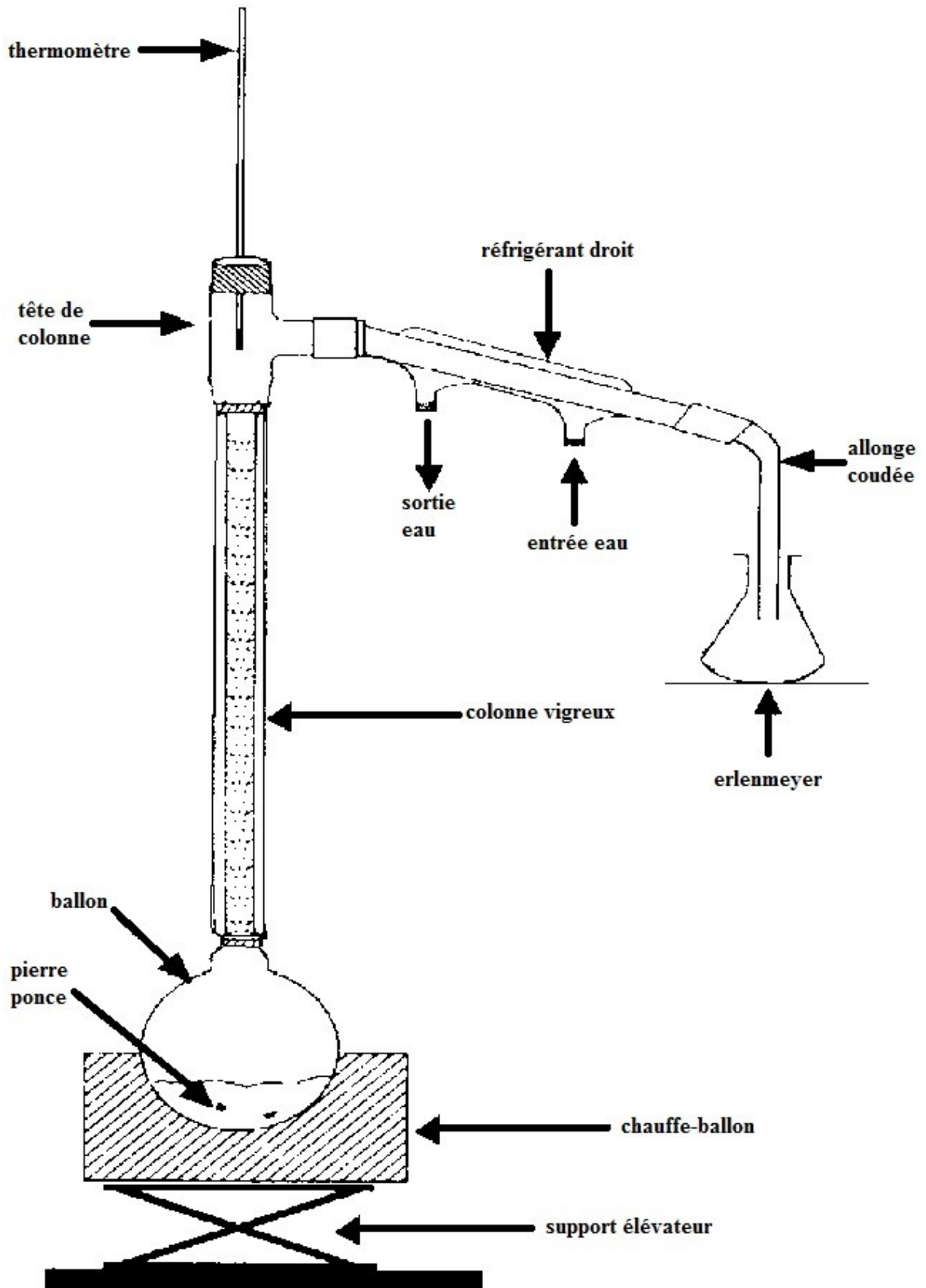
d°) Cf. ci-contre.

e°) La distillation est utilisée ici pour séparer deux liquides miscibles qui ne possèdent pas la même température d'ébullition. On chauffe le mélange qui se met à bouillir à une température comprise entre les deux températures d'ébullition des composés.

Les vapeurs sont constituées d'un mélange gazeux ; elles montent dans la colonne Vigreux et au fur et à mesure, elles se refroidissent ; lors du refroidissement une partie des vapeurs se condensent ; le liquide formé est plus riche en composé le moins volatil (T_{eb} la plus haute).

Si la colonne Vigreux est assez grande, alors les seules vapeurs qui atteignent la tête de colonne sont celles du composé le plus volatil (T_{eb} la plus basse qui est constante et qui est mesurée par le thermomètre) qui sont alors condensées dans le réfrigérant droit et on récupère le composé distillé pur à l'état liquide dans un erlenmeyer à la sortie de l'allonge coudée.

Montage de distillation fractionnée



f°) Mesure d'un point de fusion au banc Köfler

* Étalonnage du banc Köfler :

Avec la spatule, déposer, sur la partie « basse température » du banc, une petite quantité de la substance étalon dont le point de fusion (indiqué sur l'étiquette) se rapproche au plus près du point de fusion théorique du produit que vous avez synthétisé.

Le dépôt est fait suivant une ligne légèrement inclinée par rapport aux grands côtés de la plaque chauffante ce qui permettra ultérieurement d'étalonner avec précision le banc. Ces substances étalons sont très pures et donc très chères, par conséquent la quantité déposée doit être très faible.

Pousser doucement la substance à l'aide de la spatule vers les hautes températures jusqu'à ce qu'une partie de votre substance soit fondue. Régler le curseur le long de l'échelle des températures de telle sorte que l'index se trouve exactement sur la ligne de séparation entre la partie non fondue et la partie fondue de la substance déposée.

Laisser ensuite l'index dans cette position et déplacer vers le haut ou vers le bas le patin mobile de manière à amener son propre index en face de la température de fusion de la substance témoin (graduation tous les 2°C). Le banc est ainsi étalonné ; il ne faudra plus toucher au patin mobile ultérieurement.

Nettoyer le banc chauffant à l'aide d'un morceau de coton hydrophile. Il faut éliminer le résidu perpendiculairement aux grands côtés de la plaque chauffante. Ne pas pousser la substance vers les températures supérieures à sa température de fusion (risque de décomposition, ce qui salit le banc davantage, avec éventuellement dégagement de vapeurs toxiques).

* Détermination du point de fusion de la substance synthétisée :

Procéder comme pour la substance témoin : l'index du patin indique directement la température correcte sur l'échelle. Nettoyer le banc.

Remarque sur la précision de la température de fusion :

Températures moyennes (autour de 135°C) : $\pm 1^\circ\text{C}$

Hautes températures : $\pm 2,5^\circ\text{C}$

g°) Analyse des spectres :

Spectre IR de l'acide benzoïque : $\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2\text{H}$

C = O à 1696 cm^{-1} et un signal assez large autour de 3000 cm^{-1} pour O – H lié par liaison hydrogène

Spectre IR du toluène : $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$

C = C à 1605 et 1496 cm^{-1}

=> la comparaison des spectres IR permet de vérifier les signaux caractéristiques des doubles liaisons C = O à 1696 cm^{-1} ou C = C à 1496 cm^{-1} .

Spectre RMN de l'acide benzoïque : $\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2\text{H(A)}$

1 H (A)	2 H (B)	3 H (C et D)
12,09 ppm	8,12 ppm	7,62 ppm
CO ₂ H	CH d'arène en C ₂ , C ₆	CH d'arène en C ₃ , C ₄ , C ₅
Singulet (pas de voisin)	Multiplet	Multiplet

Spectre RMN du toluène : C₆H₅CH₃(B)

5 H (A)	3 H (B)
7,38 ppm	2,34 ppm
CH d'arène	Ph-CH ₃
Multiplet	Singulet (pas de voisin)

=> la comparaison des spectres RMN permet de vérifier les signaux caractéristiques des atomes d'hydrogène de la fonction acide carboxylique à 12,09 ppm ou du substituant méthyle à 2,34 ppm.

N.B. : autre méthode d'identification : la chromatographie sur couche mince CCM

Le principe de la chromatographie sur couche mince CCM est le suivant :

* Préparation de la cuve chromatographique :

c'est un bécher de 250 mL fermé par un verre de montre. Introduire une quantité d'éluant correspondant à environ 1 cm au fond de la cuve. Fermer le récipient.

* Dépôt de l'échantillon sur la plaque :

A 2 cm de l'extrémité inférieure de la plaque ; tracer un léger trait au crayon de papier. Déposer les échantillons des produits sur cette ligne à l'aide d'un cure-dents ou d'un capillaire : le diamètre de la tache doit être au maximum de 5mm ; les taches doivent être espacées d'1cm pour la disposition de plusieurs produits. Sécher ; éventuellement faire de nouvelles applications.

* Développement du chromatogramme :

Placer la plaque dans la cuve en position verticale. Refermer le récipient.

Lorsque le front du solvant se trouve à environ 1 cm de l'extrémité supérieure de la plaque, la retirer et marquer cette position au crayon de papier (le trait peut être tracé à l'avance et servir de repère pour arrêter l'élution).

* Révélation et calcul du rapport frontal :

Laisser sécher la plaque à l'air. Cercler les taches et pointer leur centre.

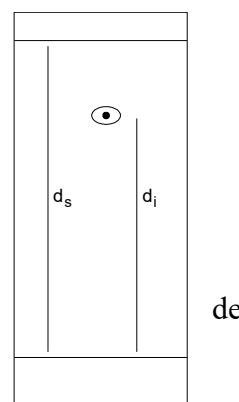
d_i : distance parcourue par le composé (mesuré au centre de la tache)

d_s : distance parcourue par le front du solvant

Calculer les R_f qui sont définis par : $R_f = \frac{d_i}{d_s}$

Pour un couple éluant et support déterminé,

le rapport frontal R_f est une caractéristique de chaque soluté à la température l'expérience. R_f est toujours indépendant de la longueur de bande utilisée.



On en déduit soit par référence à des R_f connus soit par comparaison entre les substances étudiées les ressemblances possibles.