

TP : Extraction et purification

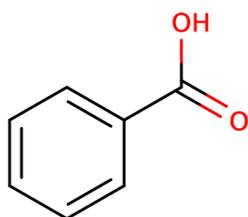
Nom et prénom : _____

Nom et prénom : _____

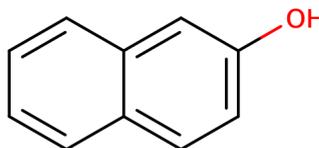
1 Position du problème

On dispose d'un mélange équimassique d'acide benzoïque et de 2-naphtol dans l'acétate d'éthyle. On souhaite séparer ces deux composés et purifier l'un d'entre eux, l'acide benzoïque ($c_m = 40 \text{ g.L}^{-1}$).

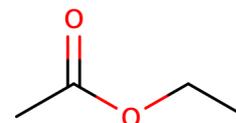
Données



Acide benzoïque



2-naphtol



Acétate d'éthyle

Molécule	pKa	Masse molaire	Changement d'état	Densité	Indice de réfraction
Acide benzoïque	4,2	122,12	Tfus = 122°C	1,3	
2-naphtol	9,5	144,17	Tfus = 123	1,28	
Acétate d'éthyle	(25)		Teb = 77,1°C	0,9245	1,3698

pKa (CO₂) = 6,3; 10,3

Variation de la solubilité de l'acide benzoïque dans l'eau en fonction de la température :

Température (°C)	solubilité (g.L ⁻¹)
0	1,27
20	2,9
30	3,93
36	4,81
100	27

Solubilité du naphtol dans l'eau à 20°C : 0,1 g.L⁻¹

Fiches de données de sécurité

Acétate d'éthyle

Pictogrammes de danger



Mention d'avertissement
Danger

Mentions de danger

H225 Liquide et vapeurs très inflammables.
H319 Provoque une sévère irritation des yeux.
H336 Peut provoquer somnolence ou vertiges.
EUH066 L'exposition répétée peut provoquer dessèchement ou gerçures de la peau.

Conseils de prudence

Prévention
P210 Tenir à l'écart de la chaleur/des étincelles/des flammes nues/des surfaces chaudes.
Ne pas fumer.
P240 Mise à la terre/liaison équipotentielle du récipient et du matériel de réception.
Intervention
P305 + P351 + P338 EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX: Rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer.
Stockage
P403 + P233 Stocker dans un endroit bien ventilé. Maintenir le récipient fermé de manière étanche.

Pictogramme



Mention d'avertissement

Danger

Mention de danger

H318
H372

Provoque de graves lésions des yeux.
Risque avéré d'effets graves pour les organes à la suite d'expositions répétées ou d'une exposition prolongée par inhalation.

Conseils de prudence

P260
Ne pas respirer les poussières/ fumées/ gaz/ brouillards/ vapeurs/ aérosols.
P264
P305 + P351 + P338
Se laver la peau soigneusement après manipulation.
EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX: Rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer.
P314
Consulter un médecin en cas de malaise.

2-naphtol

Pictogramme



Mention d'avertissement

Attention

Mention de danger

H302 + H332
H400

Nocif en cas d'ingestion ou d'inhalation.
Très toxique pour les organismes aquatiques.

Conseils de prudence

P261
Éviter de respirer les poussières/ fumées/ gaz/ brouillards/ vapeurs/ aérosols.
Se laver la peau soigneusement après manipulation.
Ne pas manger, boire ou fumer en manipulant ce produit.
Éviter le rejet dans l'environnement.
P264
P270
P273
P301 + P312
EN CAS D'INGESTION: Appeler un CENTRE ANTIPOISON/ un médecin en cas de malaise.
P304 + P340 + P312
EN CAS D'INHALATION: transporter la personne à l'extérieur et la maintenir dans une position où elle peut confortablement respirer. Appeler un CENTRE ANTIPOISON/ un médecin en cas de malaise.

HCl 1 mol.L⁻¹

Pictogrammes de danger



Mention d'avertissement

Attention

Mentions de danger

H290 Peut être corrosif pour les métaux.

2 Questions préparatoires

Sur une feuille blanche, répondre aux questions suivantes.

1. Sur un axe gradué en pH, situer les différents couples acido-basiques fournis dans les données.
On traite la solution d'acétate d'éthyle initiale avec une solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium Na⁺,HCO₃⁻.
2. Décrire les phénomènes qui se produisent. On discutera en particulier de la solubilité des deux solutés dans chacune des phases.
3. Quel est le gaz qui se dégage lors de cette opération.
Après séparation des phases, on lave la phase organique avec de l'eau.
4. Quel est l'intérêt de ce lavage ?
5. Justifier le fait que l'acide benzoïque soit partiellement soluble dans l'eau.
6. Expliquer pourquoi l'eau est un bon solvant de recristallisation pour l'acide benzoïque.
7. Donner la signification des phrases H319, H302+332, EUH066, H290 ?
8. Quels sont les équipements de sécurité nécessaires pour ce TP ?
9. Pourquoi ne peut-on pas utiliser une spatule pour mélanger les solutions ?

3 Partie expérimentale

3.1 Séparation

— Prélever V_i = 50 mL de solution (S) contenant les constituants à séparer avec une pipette.

- Verser la solution dans une ampoule à décanter et ajouter 15 mL d'une solution aqueuse d'hydrogencarbonate de sodium (NaHCO_3) à 10 %. Agiter en dégazant très fréquemment (attention aux surpressions !), puis laisser décanter.
- Recueillir la phase aqueuse dans un erlenmeyer de 250 mL.
- Procéder alors à deux nouvelles extractions, avec à chaque fois 15 mL de la solution d'hydrogencarbonate de sodium, afin de récupérer le maximum de benzoate de sodium.
- Réunir les phases aqueuses.

Faire un schéma de l'ampoule à décanter en indiquant soigneusement la position de chacune des phases et ce qu'elles contiennent principalement.

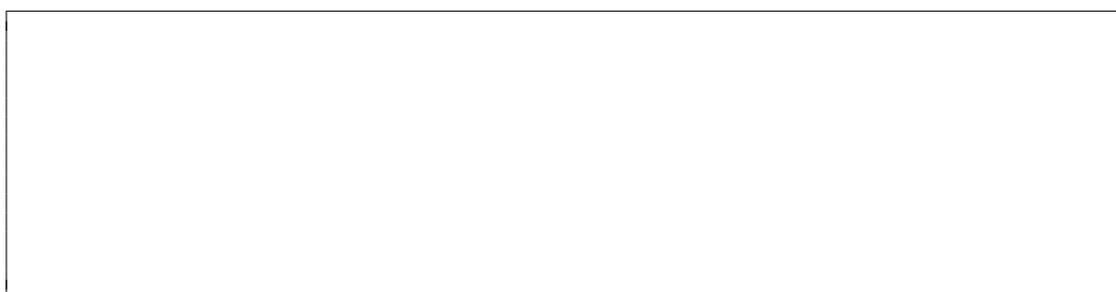


3.2 Traitement de la phase organique : 2-naphtol

- Laver la phase organique avec 15 mL d'eau.
- Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre.
- Filtrer sur un ballon pour évaporateur rotatif préalablement pesé vide.
- Évaporer le solvant à l'évaporateur rotatif.
- Peser le produit obtenu. En déduire le rendement d'extraction.



- Après avoir noté l'étalon choisi, mesurer la température de fusion du produit obtenu et conclure.



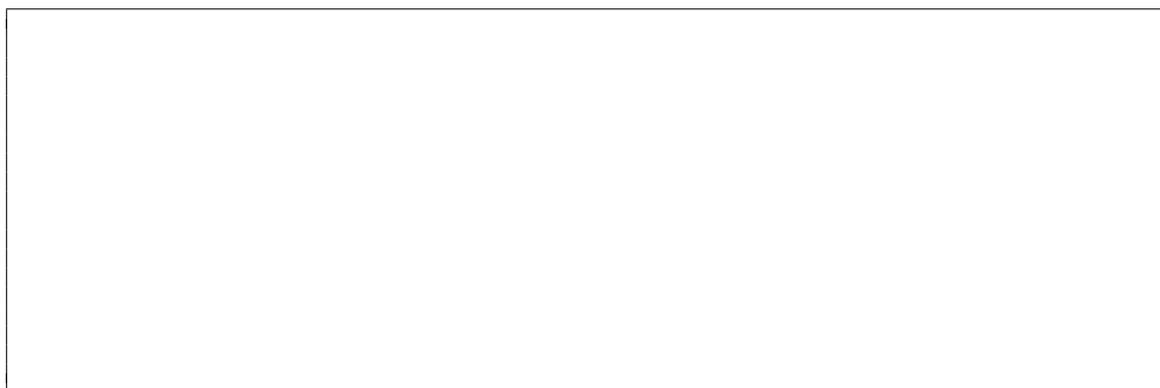
3.3 Traitement de la phase aqueuse : acide benzoïque

- Reprendre l'erenmeyer contenant la solution aqueuse et acidifier avec de l'acide chlorhydrique à 1 mol.L^{-1} jusqu'à pH voisin de 1.
- Filtrer le contenu sur verre fritté.
- Récupérer le solide obtenu dans un cristalliseur de pesée.
- Après avoir noté l'étalon choisi, mesurer la température de fusion du produit obtenu et conclure.



3.4 Purification

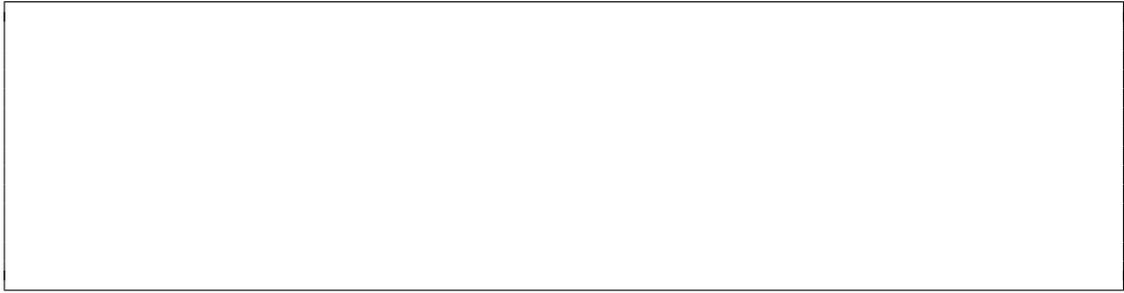
On va purifier l'acide benzoïque obtenu par recristallisation dans l'eau.
Représenter le montage nécessaire à une recristallisation.



- Réaliser le montage de recristallisation.
- Introduire dans l'ampoule de coulée environ 100 mL d'eau.
- Ajouter le solide à purifier et quelques mL d'eau dans le ballon et porter à ébullition.
- Recommencer jusqu'à dissolution complète du solide.
- Laisser refroidir lentement jusqu'à température ambiante, puis terminer la cristallisation dans un bain de glace.
- Filtrer sur verre fritté.
- Peser le solide obtenu. En déduire le rendement d'extraction.



- Mesurer sa température de fusion.



3.5 Solvant

Montrer, à l'aide d'une mesure physique, que le solvant évaporé est bien de l'acétate d'éthyle.

