

TPO-02 Séparation par extraction des constituants d'un mélange de molécules organiques

Principe : Le mélange préparé en phase liquide est constitué d'acide benzoïque (2,0 g), de β -naphtol (2,0 g), et d'acétate d'éthyle (50 mL). L'objectif de la séance est de séparer et de caractériser ces trois produits. Cette séparation est fondée sur l'exploitation de leur différence de réactivité du point de vue acido-basique. En effet, dans les conditions utilisées, l'acétate d'éthyle n'est ni un acide ni une base, et le β -naphtol est un acide plus faible que l'acide benzoïque.

Données sur les produits :

Acide benzoïque : C_6H_5-COOH . $pK_A = 4,1$; $M = 122,12 \text{ g.mol}^{-1}$; $\rho = 1,321 \text{ g.cm}^{-3}$ (20°C) ; $T_f = 122,4^\circ\text{C}$. CAS-No.: 65-85-0 ; Phrases R: R 22-36 ; Phrases S: S 24 ; Nocif, irritant (Xn). Peu soluble dans l'eau ($2,1 \text{ g.L}^{-1}$ à $17,5^\circ\text{C}$, $\text{pH} = 7$) soluble dans l'éther diéthylique et dans l'acétate d'éthyle. Ion benzoate : fortement soluble dans l'eau. Peu soluble dans les solvants organiques.

β -naphtol : $C_{10}H_8O$. $pK_A = 9,5$; $M = 144,17 \text{ g.mol}^{-1}$; $\rho = 1,27 \text{ g.cm}^{-3}$ (20°C) ; $T_f = 122-123^\circ\text{C}$. CAS-No.: 135-19-3 ; Phrases H: 302, 332, 400; Phrases P: 273. Nocif (Xn), dangereux pour l'environnement (N). Peu soluble dans l'eau (1 g.L^{-1} à froid), soluble dans l'éthanol, l'éther diéthylique et dans l'acétate d'éthyle. Ion naphtolate : fortement soluble dans l'eau. Peu soluble dans les solvants organiques.

Acétate d'éthyle : $CH_3-CO-O-C_2H_5$. $M = 88,11 \text{ g.mol}^{-1}$; $d = 0,901$ (20°C) ; $T_{eb} = 77,2^\circ\text{C}$; CAS-No.: 141-78-6. Phrases H: 225, 319, 336; Phrases P: 205, 500, 4.; Facilement inflammable (F), irritant (Xi). Légèrement soluble dans l'eau (85 g.L^{-1} à 15°C). Bon solvant des produits organiques : dissout le β -naphtol et l'acide benzoïque.

Hydrogénocarbonate de sodium : $NaHCO_3$. $M = 105,99 \text{ g.mol}^{-1}$; $pK_{A1} = 6,4$; $pK_{A2} = 10,3$.

Hydroxyde de sodium concentré: $NaOH$. $M = 40,00 \text{ g.mol}^{-1}$; $T_f = 318^\circ\text{C}$; $\rho = 2,13 \text{ g.cm}^{-3}$ (20°C) ; CAS-No.: 1310-73-2. Phrases H 290,314; Phrases P: 101,103,260,280,310,405,406,303,361,353,305,351,338,501. Corrosif (C). Très soluble dans l'eau, provoque de graves brûlures.

Acide chlorhydrique concentré : HCl . $M = 36,5 \text{ g.mol}^{-1}$; pureté en masse 37% ; $d = 1,19$ (20°C). Phrases H 290,314,335 ; Phrases P 102,260,280,303,361,353,305,351,338,304,340,301,330,331,403,233,501 Corrosif (C). Provoque des brûlures, irritant pour les voies respiratoires.

MANIPULATIONS ET QUESTIONS :

1) Séparation de l'acide benzoïque

Prélever 50 mL du mélange et les verser dans une ampoule à décanter. Ajouter 10 mL d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium (à faire éventuellement avant dans un erlenmeyer), agiter plusieurs fois, renverser l'ampoule, diriger le robinet vers une paroi et ouvrir doucement pour dégazer, ceci afin d'éviter les surpressions produites par la libération d'un gaz.

Q01. Justifier l'emploi d'une solution de d'hydrogénocarbonate de sodium (on pourra s'aider d'un graphique montrant les domaines de prédominance.) Ecrire l'équation de la réaction chimique se produisant à cette étape.

Q02. Que se serait-il passé si on avait utilisé une solution de carbonate de sodium ?

Q03. Comment vérifier que la solution d'hydrogénocarbonate de sodium est saturée ?

Q04. Quel est le gaz qui se dégage ?

Q05. Est-ce dangereux ?

Q06. Dessiner l'ampoule à décanter et la légèrer en précisant la constitution précise des deux phases non miscibles.

Laisser reposer et après décantation, recueillir la phase aqueuse dans un erlenmeyer.

Q07. Qu'appelle-t-on décantation ?

On réalise cette extraction 3 fois.

Q08. Pourquoi recommence-t-on trois fois l'opération ?

La troisième fraction est recueillie séparément et en additionnant un peu d'acide chlorhydrique concentré, on vérifie qu'il ne précipite plus d'acide benzoïque au sein de la phase aqueuse.

Q09. Pourquoi l'acide benzoïque ne doit pas précipiter ?

Rassembler les trois phases aqueuses et additionner progressivement de l'acide chlorhydrique concentré en excès pour faire précipiter quantitativement l'acide benzoïque. Mesurer le pH.

Q10. Justifier l'emploi d'une solution d'acide chlorhydrique concentré. Ecrire l'équation de la réaction chimique se produisant à cette étape.

Q11. Quel est le pH mesuré ?

Q12. Que peut-on en déduire ?

Filtrer l'acide benzoïque sur Buchner, le laver à l'eau glacée et l'essorer.

Q13. Quel est l'intérêt d'utiliser un Buchner ?

Q14. Quelle est la température de l'eau glacée utilisée ?

Q15. Pourquoi utilise-t-on de l'eau glacée ?

Sécher le solide à l'étuve jusqu'à masse constante.

Q16. A quelle température doit-on régler l'étuve ?

Q17. Pourquoi doit-on sécher jusqu'à masse constante ?

Peser le solide. Mettre quelques cristaux dans un tube à hémolyse (numéro 1).

Q18. Déterminer le rendement de l'extraction en acide benzoïque et interpréter.

2) Séparation du β -naphtol

Dans l'ampoule à décanter il reste le β -naphtol et l'acétate d'éthyle. Mesurer le volume de liquide restant. Mettre quelques gouttes dans un tube à hémolyse (numéro 2).

Q19. Quelle pièce de verrerie utilise-t-on pour mesurer ce volume ?

Q20. Que peut-on déduire du volume de liquide mesuré ? (comparer aux 50 mL initiaux)

Extraire le β -naphtol du mélange par trois extractions de 10 mL de soude à 10% (m/m). Agiter, décanter et recueillir les phases aqueuses dans un erlenmeyer. Vérifier que la dernière fraction ne contient plus de β -naphtol en ajoutant de l'acide chlorhydrique concentré.

Q21. Justifier l'emploi de la soude. Ecrire l'équation de la réaction chimique se produisant à cette étape.

Les trois phases aqueuses sont rassemblées et le β -naphtol précipite par addition progressive d'acide chlorhydrique en excès.

Rassembler les trois phases aqueuses et additionner progressivement de l'acide chlorhydrique concentré en excès pour faire précipiter quantitativement le β -naphtol. Mesurer le pH.

Filtrer sur Buchner, laver le solide à l'eau glacée et l'essorer. Sécher à l'étuve. Peser le solide.

Q22. Déterminer le rendement de l'extraction en β naphtol et interpréter.

Mettre quelques cristaux dans un tube à hémolyse (numéro 3).

3) Récupération de l'acétate d'éthyle

Dans un erlenmeyer, verser l'acétate d'éthyle restant dans l'ampoule. Sécher sur sulfate de magnésium anhydre pendant 15 min environ.

Q23. Expliquer l'intérêt du sulfate de magnésium. Comment agit-il ?

Filtrer sur laine de verre dans un erlenmeyer sec préalablement taré. Peser.

Q24. Déterminer le rendement de l'extraction acétate d'éthyle et interpréter.

Contrôle de pureté

Réaliser une CCM sur gel de silice de façon à vérifier l'évolution de la manipulation. Eluer avec un mélange cyclohexane / acétone 2:1 (V/V). Révéler sous la lampe UV.

Q25. Que signifie cyclohexane / acétone 2:1 (V/V) ?

Q26. Pourquoi révèle-t-on sous lampe UV ?

Q27. Quelles autres techniques aurait-on pu utiliser pour caractériser les différents produits ?

Questions finales

Q28. Proposer une définition d'une étape d'extraction d'une molécule organique.

Q29. A l'aide de vos connaissances sur les interactions intermoléculaires, expliquer :

- la solubilité du β -naphтол et de l'acide benzoïque dans l'acétate d'éthyle
- la non miscibilité de l'acétate d'éthyle et de l'eau
- la solubilité dans l'eau de l'ion benzoate mais la non solubilité de l'acide benzoïque.

NOM :

FEUILLE DE MARCHÉ TPO 02

HORAIRE	MANIPULATION REALISEE	CONSTATS EXPERIMENTAUX
	Pour chaque produit, dessiner les pictogrammes associés et préciser les conditions d'utilisation de ces produits.	
..... -	Séparation de l'acide benzoïque	<i>Volumes utilisés pour l'extraction :</i>
..... -	Extractions	$V_1 =$ $V_2 =$ $V_3 =$
....	Introduction de HCl	$V_{HCl} =$ $pH =$
....	Filtration de l'acide benzoïque et lavage	$V_{\text{eau glacée}} \text{ utilisé} =$
..... -	Séchage	$T^{\circ} \text{étuve} =$ $m \text{ humide} =$ $m \text{ sèche} =$

..... -	Séparation du β-naphtol	<i>V liquide restant =</i>
..... -	Extractions	<i>Volumes utilisés pour l'extraction :</i> $V_1 =$ $V_2 =$ $V_3 =$
....	Introduction de HCl	$V_{HCl} =$ $pH =$
..... -	Filtration du β -naphtol et lavages	$V_{\text{eau glacée}} \text{ utilisé} =$
	Séchage	$T^\circ \text{étuve} =$ $m \text{ humide} =$ $m \text{ sèche} =$
..... -	Récupération de l'acétate d'éthyle	
..... -	Séchage	$m =$
..... -	CCM	
		<i>coller la plaque</i>