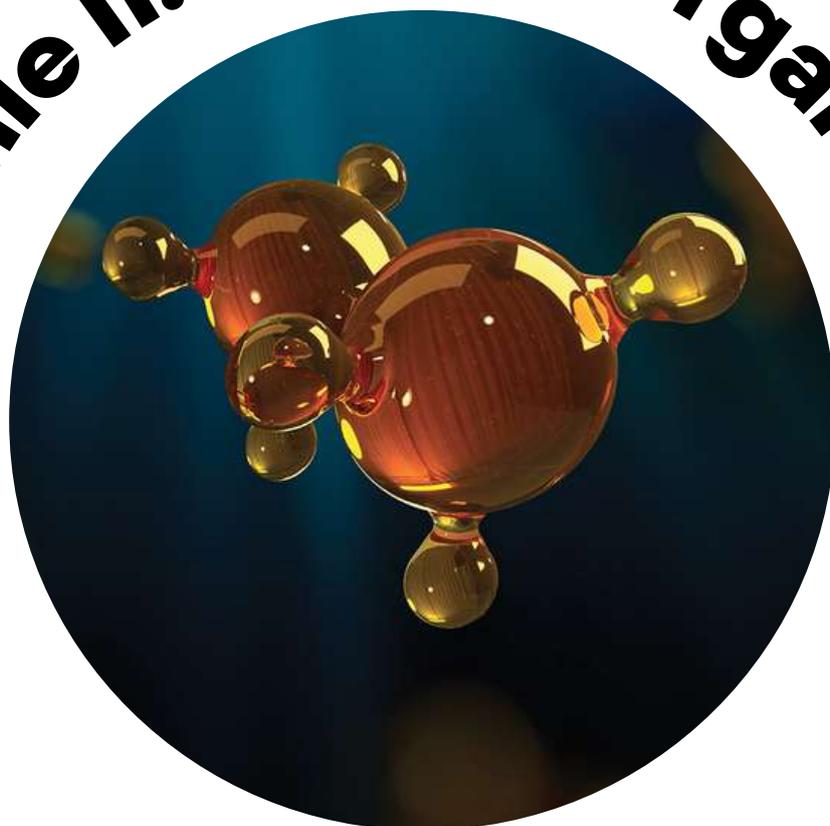


Chimie II: Chimie Organique



SCIENCES DE LA
VIE ET DE LA TERRE



Shop



- Cahiers de Biologie + Lexique
- Accessoires de Biologie



Etudier



Visiter [Biologie Maroc](http://www.biologie-maroc.com) pour étudier et passer des QUIZ et QCM en ligne et Télécharger TD, TP et Examens résolus.



Emploi



- CV • Lettres de motivation • Demandes...
- Offres d'emploi
- Offres de stage & PFE

Séparation

Ou Comment Isoler Des Produits A L'issue D'une Synthèse

Objectif: Le but de ce TP est d'appliquer les notions acquises sur les forces moléculaires aux phénomènes de solubilité et de miscibilité afin d'imaginer un protocole de séparation.

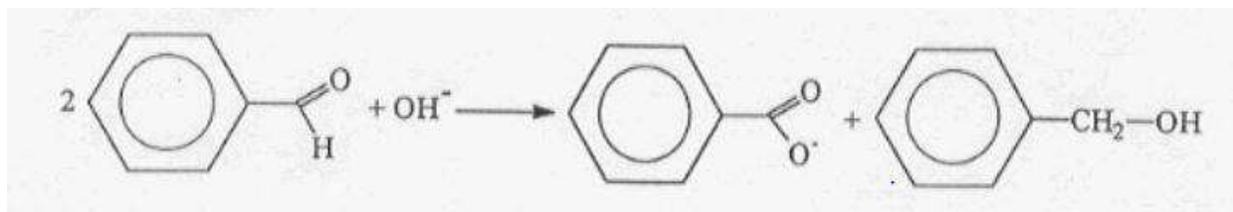


CANNIZZARO Stanislao (1826-1910)

Stanislao Cannizzaro fut un chimiste italien né à Palerme (Sicile). Après avoir participé en 1848 à la révolution sicilienne, Cannizzaro travailla de 1849 à 1851 à Paris. Il fut nommé professeur de chimie à l'institut d'Alexandrie en 1851 et aux universités de Gênes en 1855, de Pise en 1861 et de Rome en 1871. À Alexandrie, il découvrit la réaction qui porte son nom. La réaction de Cannizzaro prouve que les aldéhydes, lorsqu'ils sont en présence d'alcali concentré, se réduisent à un mélange de leur alcool et de leur acide correspondants. Cannizzaro contribua grandement à la théorie de l'atome en clarifiant en 1858 la distinction entre la masse atomique et la masse moléculaire.

INTRODUCTION :

La réaction de Cannizzaro (1826-1910) est la réaction de dismutation, en milieu très basique, des aldéhydes n'ayant pas d'atome d'hydrogène sur l'atome de carbone lié au groupe carbonyle. Elle conduit à la synthèse de l'alcool et de l'acide correspondants. La réaction étudiée ici, réalisée sur le benzaldéhyde, est longue.



Benzaldéhyde

Ion benzoate

Alcool benzylique

Remarque : Le milieu réactionnel étant très basique, ce n'est pas l'acide qui est directement produit, mais sa base conjuguée : l'ion benzoate.

Même si le bilan de la réaction n'implique pas d'eau, celle-ci est présente du début de la réaction, pour constituer le milieu bi-phasique, à la fin du traitement pour la purification de l'acide benzoïque produit par recristallisation dans l'eau chaude. Il conviendra donc d'analyser le rôle de l'eau à chaque étape de la manipulation.

Données physico-chimiques :

Espèce chimique	Formule brute	Masse molaire en g/mol	Densité	T _F (°C)	T _{EB} (°C) sous pression normale
Benzaldéhyde	C ₇ H ₆ O	106	1,05	-26	179
Acide benzoïque	C ₇ H ₆ O ₂	122		122	241
Alcool benzylique	C ₇ H ₈ O	108	1,04	-15	205
Hydroxyde de potassium	KOH	56		380	
Ether diéthylique	C ₄ H ₁₀ O	74	0,71		34

Espèce chimique	Solubilité dans les solutions aqueuses	Solubilité dans l'éther diéthylique
Benzaldéhyde	Très faible	Très grande
Acide benzoïque	Très faible sous forme acide (pH < 4), très élevée sous forme d'ion benzoate	Faible sous forme acide, très faible sous forme basique
Alcool benzylique	Faible	Très grande
Hydroxyde de potassium	Très grande	Très faible

I. Réaction en milieu bi-phasique :

1) Les composants du montage :

Le matériel nécessaires:

- un chauffe-ballon ou une plaque chauffante, un support élévateur,
- une pince, une noix,
- une olive aimantée (ou à défaut des pierres ponce),
- de la graisse,
- un ballon à fond rond, un valet
- un réfrigérant, une potence et 2 tuyaux en feuille anglaise.



En fonction de la taille du montage à reflux on utilisera une ou deux pinces



2) La construction du montage :

- a) On place la plaque chauffante sur le support élévateur, puis on la branche.
- b) On place l'olive aimantée dans le ballon en la faisant glisser le long de la paroi.
- c) Le ballon est fixé à l'aide de la pince et d'une noix à la potence au niveau de son rodage (partie la plus solide).
- d) Enfin on monte la plaque chauffante jusqu'à ce qu'elle soit à peine en contact avec le ballon.



3) Graissage du rodage :



On graisse d'abord le rodage mâle du réfrigérant. (Éviter d'être trop « généreux » sinon une partie de la graisse risque de se retrouver dans la solution).

On tourne le réfrigérant dans le ballon pour homogénéiser la graisse et assurer l'étanchéité du montage

4) Fixation des tuyaux en feuille anglaise :



Il faut donc placer l'entrée d'eau **EN BAS** du réfrigérant afin que l'eau froide ait un contact maximal avec les vapeurs produites. La sortie est donc évidemment en haut du réfrigérant.

▲ Placer les tuyaux loin du chauffe-ballon ou de la plaque chauffante pour éviter qu'ils ne fondent.

5) Le montage est prêt!!!



Vérifier la verticalité du montage !

6) Introduction des réactifs et solvant dans le ballon.



Entonnoir à liquide (à gauche), entonnoir à solide (à droite)



Pour l'introduction d'un solide, il faut utiliser un entonnoir à solide



Pour l'introduction d'un liquide, il faut utiliser un entonnoir à liquide

7) Mise en route du montage à reflux :

Une fois les réactifs et le solvant introduits, on remet le réfrigérant, on ouvre le robinet d'eau.

Attention : le débit d'eau doit être faible ! Un filet d'eau suffit.

- On met en route le chauffage.
- Au bout de quelques minutes, il y aura ébullition du solvant. On commence à voir le solvant se condenser et retomber dans le ballon. Le reflux ne doit pas être trop rapide : une à deux gouttes par seconde !
- Si le reflux est trop important, cela signifie que la température est trop élevée ! Il faut alors abaisser le dispositif de chauffage

8) Fin de l'expérience:



Quand le temps de chauffage est atteint, on l'arrête.

On débranche la plaque chauffante.

On baisse le support élévateur.

On **n'arrête pas** l'eau ! Sinon des vapeurs de solvant risquent de s'échapper !

On attend que le ballon refroidisse avant de le manipuler.

9) Démontage.



On coupe l'eau.

On retire le réfrigérant que l'on pose délicatement sur la paille.

On retire les tuyaux en feuille anglaise en commençant par le bas pour que l'eau puisse s'écouler.

On fait un peu de rangement et de ménage...

➤ **FILTRATION SUR FILTRE BÜCHNER**

PRINCIPE :

La méthode de filtration sur filtre Büchner permet de séparer un liquide d'un solide. On récupère le solide sur le filtre. La filtration est facilitée en réalisant le vide dans la fiole de filtration.



Le matériel :

Fiole de filtration sous vide

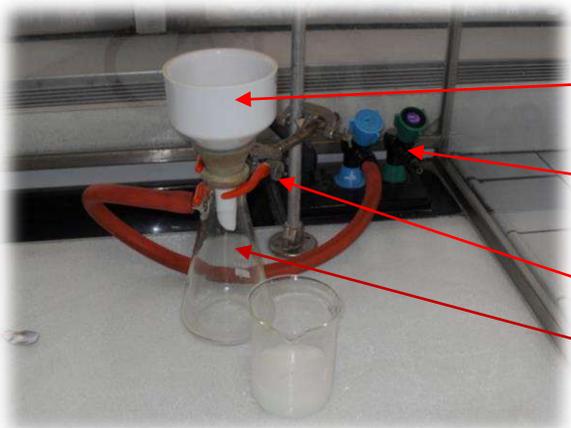
Tuyau à vide

Joint d'étanchéité

Filtre Büchner

Pince et noix de fixation

Dispositif pour faire le « vide » (pression réduite)



Montage

Filtre Buchner + papier filtre humidifié avec le solvant approprié (permet d'obtenir une bonne adhérence des filtres sur l'entonnoir)

Robinet à vide, on peut aussi utiliser une trompe à eau (utiliser une fiole de garde si nécessaire)

Fixation

Fiole de filtration à vide



- Verser le mélange sur le filtre Büchner,
- créer un vide dans la fiole,
- laver le récipient avec un peu de solvant de façon à récupérer la totalité du solide dans le Büchner (dans la fiole, on récupère le liquide appelé filtrat).

➤ LAVAGE DU SOLIDE



« casser le vide » en débranchant le tuyau entre la fiole et la trompe à eau ou le robinet du vide

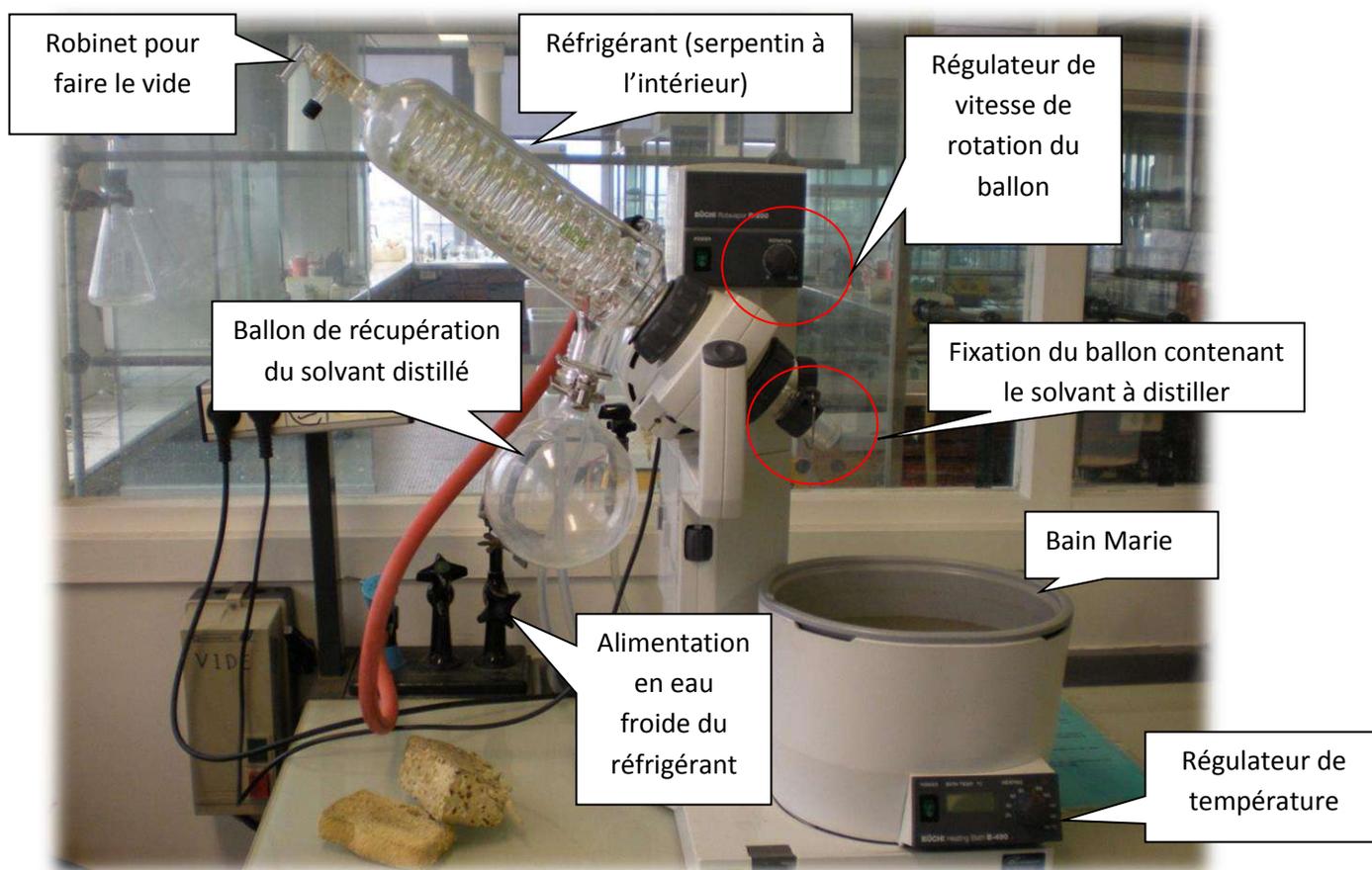
Laver le solide. Pour cela
Ajouter quelques millilitres de solvant « froid »



➤ UTILISATION DE L'ÉVAPORATEUR ROTATIF

PRINCIPE :

Il s'agit d'un appareil permettant de réaliser une distillation simple sous pression réduite. On l'utilise en fin de réaction (après extraction et séchage de la phase organique), lorsque le ou les produit(s) organique(s) souhaité(s) sont dissous dans un solvant organique (dichlorométhane, toluène, éther...). L'objectif est d'éliminer le solvant et de récupérer le ou les constituants de la phase organique. Pour cela on réalise un vide partiel dans l'enceinte de l'appareil. La conséquence est que les températures d'ébullition des constituants et du solvant sont abaissées considérablement (il existe des abaques pour connaître la température d'ébullition d'un produit connaissant cette température à pression atmosphérique et la pression dans l'enceinte).



Mise en route :

- Mettre le bain Marie à la température souhaitée
- Mettre en route la circulation d'eau froide
- Allumer la pompe à vide (ou la trompe à eau)



Vérifier l'état de propreté du réfrigérant.
Le nettoyer si nécessaire.

Graisser le rodage.



Fixer le ballon contenant le solvant à distiller.

Attention : le ballon ne doit pas contenir un volume de liquide supérieur à la moitié de la contenance du ballon utilisé.



Mettre en marche le dispositif de rotation du ballon et régler la vitesse.



Fermer le robinet pour créer le vide dans le dispositif.



Abaisser le ballon pour qu'il soit en contact avec le bain Marie (pas plus d'un centimètre)
Distiller jusqu'à ce que tout le solvant soit évaporé.



Remonter le ballon.
Casser le vide en ouvrant le robinet.



Arrêter la rotation du ballon.



Déclipser le ballon.

- Vérifier la propreté du réfrigérant
- Vider dans un bidon spécial le solvant évaporé.
- Arrêter la circulation d'eau dans le réfrigérant
- Arrêter le dispositif de vide.

ET APRES... ?

Une fois le solvant évaporé, on obtient un produit brut.

On réalise une analyse pour apprécier sa pureté.

On met en œuvre une méthode de purification éventuellement (distillation fractionnée, chromatographie sur colonne,...)

ET TOUJOURS... NETTOYAGE ET RANGEMENT DU MATERIEL

Compte-rendu

❶ Répondez aux questions pose dans le texte.

i) Calculer le rendement ?

Masse du solide blanc / 2 grammes d'alcool benzylique

Masse du solide blanc = Masse du ballon contenant le solide blanc - Masse du ballon vide
= 101,68 - 99,97
= 1,71 grammes.

Rendement de l'extraction = $1.71 / 2$
= $0.855 \times 100 \%$
= 85.5 %

ii) Comparer les deux points de fusions. Qu'en déduisez-vous ?



iii) Pourquoi acidifie-t-on phase aqueuse ? Quelle réaction se produit ?

- Le produit de phase aqueuse c'est : l'alcool benzylique (liquide)
- L'acidification de la phase aqueuse conduit à la protonation du carboxylate et à la précipitation de l'acide benzoïque (solide blanc)

iv) Quel produit a-t-on ainsi éliminé ?

- Le produit de la phase aqueuse qui complexe

v) Comment réagit-il avec le bisulfite de sodium

✚ Agiter Fortement

vi) Quelle est la différence entre précipitation et recristallisation ?

✚ La précipitation est une cristallisation rapide: elle abouti à des cristaux de forme moyenne et dont la pureté n'est pas à son maximum. La recristallisation est une cristallisation plus lente. Elle abouti à la formation de cristaux plus grands et dont la pureté est beaucoup plus importante que lors d'une précipitation.

vii) Quels sont les composés présents dans les différentes phases et sous quelles formes ?

✚ Suite à l'extraction nous obtenons deux phases différentes: l'une organique et l'autre aqueuse. La phase organique contient une solution acide carboxylique. La phase aqueuse contient une base très forte : (alcool) Benzoate de potassium. (cependant, dans un forum j'ai lu: acide carboxylate ionique en phase aqueuse (nous sommes en milieu basique) et la base n'est pas ionisé et reste dans la phase organique)

viii) Prendre l'indice de réfraction du produit obtenu par évaporation de la phase organique de la partie 1.

✚ Afin de déterminer expérimentalement l'indice de réfraction du produit liquide, nous avons utilisé un réfractomètre qui est un outil présentant trois prismes dont deux mobiles. C'est donc l'indice de réfraction de l'alcool benzylique

Bon courage



LIENS UTILES 🙌

Visiter :

1. <https://biologie-maroc.com>

- Télécharger des cours, TD, TP et examens résolus (PDF Gratuit)

2. <https://biologie-maroc.com/shop/>

- Acheter des cahiers personnalisés + Lexiques et notions.
- Trouver des cadeaux et accessoires pour biologistes et géologues.
- Trouver des bourses et des écoles privées

3. <https://biologie-maroc.com/emploi/>

- Télécharger des exemples des CV, lettres de motivation, demandes de ...
- Trouver des offres d'emploi et de stage

