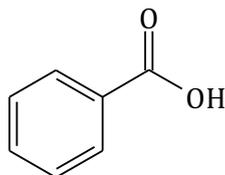


# TP n°8

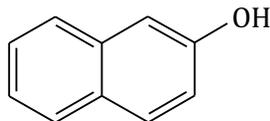
## Extraction acido-basique

### Objectif

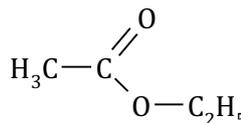
On met à votre disposition dans un flacon un volume  $V_0 = 50 \text{ cm}^3$  d'une solution (S) contenant de l'acide benzoïque et du 2-naphtol, tous deux dissous dans un solvant organique : l'acétate d'éthyle (éthanoate d'éthyle).



acide benzoïque  
 $pK_a = 4,1$   
 $T_{fus} = 122,4^\circ\text{C}$



2-naphtol  
 $pK_a = 9,6$   
 $T_{fus} = 123^\circ\text{C}$



acétate d'éthyle  
(solvant)  
 $T_{eb} = 77^\circ\text{C}$   
densité : 0,90  
 $\mu = 1,9 \text{ D}$  ;  $\epsilon = 6,0$

Dans cette solution (S), l'acide benzoïque est à la concentration  $C_1 = 0,33 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  et le 2-naphtol à la concentration  $C_2 = 0,28 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ .

Le but de l'expérience est de réaliser la **séparation** de ces différentes espèces, afin d'isoler l'acide benzoïque d'une part et le 2-naphtol d'autre part.

### Le principe de la séparation

Une bonne méthode pour réaliser la séparation voulue pourrait consister à introduire la solution (S) dans une ampoule à décanter et à ajouter un solvant d'extraction qui dissout seulement et fortement l'un des solutés. Ainsi, après agitation et décantation, l'un des solutés serait passé dans le solvant d'extraction, l'autre serait resté dans l'acétate d'éthyle.

L'eau constitue un solvant d'extraction classique, puisqu'elle est non miscible à l'acétate d'éthyle, qui est un solvant organique globalement hydrophobe. Malheureusement, l'acide benzoïque et le 2-naphtol sont **tous les deux** très peu solubles dans l'eau (du moins à température ambiante) et beaucoup dans l'acétate d'éthyle.

Une tentative d'extraction de (S) par de l'eau pure ne mènerait donc à rien.

L'idée est alors de **transformer l'un des solutés (et un seul !) en sa base conjuguée** : celle-ci étant **ionique**, elle deviendra beaucoup plus soluble dans l'eau que dans l'acétate d'éthyle et pourra alors être extraite par l'eau ( $\epsilon_{\text{eau}} = 78,4$  ;  $\epsilon_{\text{ac. d'éthyle}} = 6,0$ ).

Il faut donc exploiter la différence d'acidité entre l'acide benzoïque et le 2-naphtol, et choisir une base adaptée, qui ne déprotonnera que l'un d'entre eux.

Les solutions de bases dont on dispose le plus couramment au laboratoire de chimie organique sont :

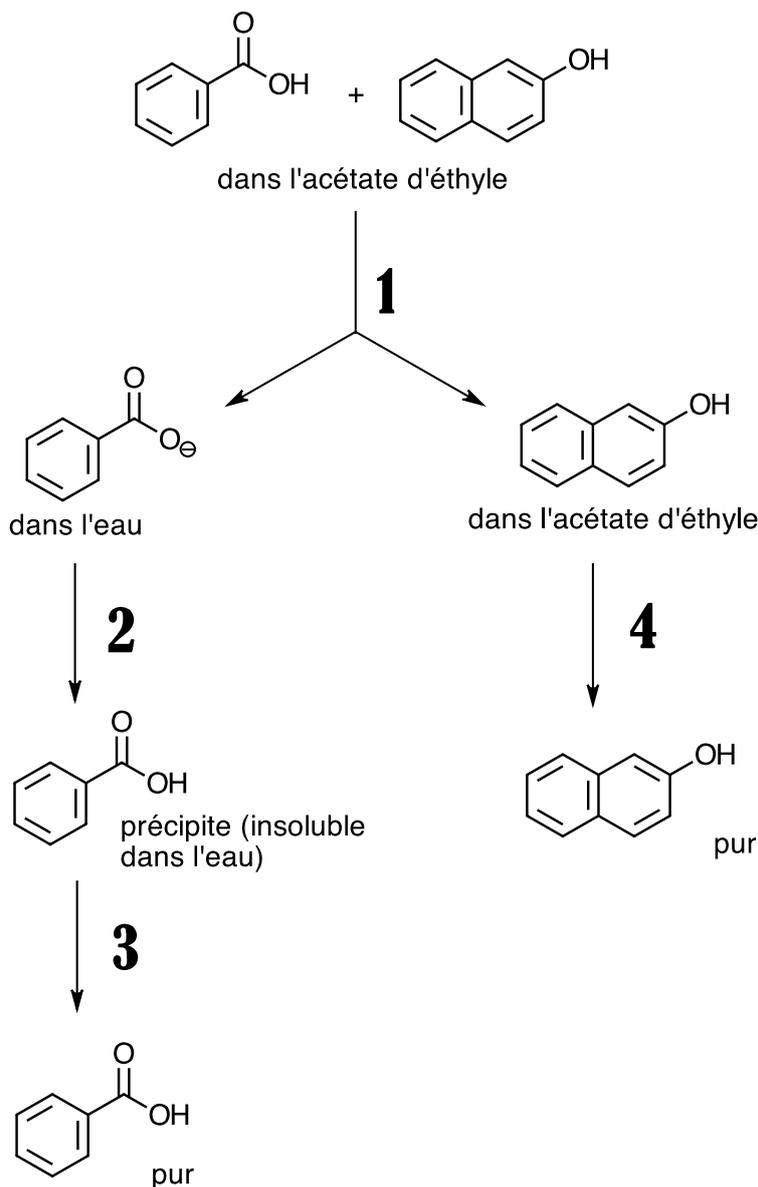
- la soude, qui est une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium ; on rappelle que le  $pK_a$  du couple  $\text{H}_2\text{O}/\text{HO}^-$  est de 14,0 ; cette solution est corrosive, notamment lorsqu'elle est concentrée, et doit toujours être manipulée avec des lunettes de protection ;
- la solution aqueuse d'hydrogencarbonate de sodium,  $\text{NaHCO}_3$  ; le  $pK_a$  du couple  $\text{H}_2\text{CO}_3/\text{HCO}_3^-$  est de 6,1 ; cette solution est relativement inoffensive.

Placez tous les couples acido-basiques nécessaires sur une échelle de  $pK_a$  afin de choisir la base adaptée à la séparation souhaitée.

## Établissement du protocole

Afin de vous aider à établir le protocole complet de votre séparation, on fournit le schéma de résolution suivant. Votre travail préalable consiste à proposer le mode opératoire pour chacune des étapes, numérotées **1** à **4**.

**N.B.** Vous relirez attentivement les fiches de TP vues lors des séances précédentes : extraction liquide/liquide, séchage d'une phase organique, évaporation d'un solvant organique, mesure d'une température de fusion à l'aide d'un banc Kofler, purification par recristallisation, montage à reflux, filtrations... Toutes ces techniques sont à utiliser au moins une fois lors de cette expérience.



*Note* : afin d'améliorer la pureté de l'acide benzoïque, on procédera à sa purification par **recristallisation** dans l'eau.

## Compte-rendu

Votre compte-rendu comportera :

- Une introduction, résumant l'objectif ;
- Le résumé du protocole (étapes **1** à **4**) : écrire les équations des réactions qui ont lieu et indiquer les opérations effectuées par leur nom et leur but, sans les détailler.
- La présentation des résultats finaux de la séparation : quantité récupérée de chaque solide, point de fusion, conclusion sur la pureté, calcul du rendement et commentaire/conclusion.

## Grille d'évaluation TP n°8

<b>Compétences générales</b>		A	B	C	D
<b>S'approprier</b>	Définir les objectifs et en déduire une problématique d'approche expérimentale Organiser l'information en lien avec la situation étudiée Rechercher les informations sur les produits et solvants utilisés				
<b>Analyser</b>	Concevoir un protocole d'extraction acido-basique Concevoir des protocoles de séparation et purification				
<b>Réaliser</b>	Mettre en œuvre l'extraction liquide/liquide et les autres techniques courantes de séparation et de purification (voir détails ci-dessous) Mettre en œuvre un protocole dans une durée impartie Utiliser le matériel de manière adaptée et autonome Mettre en œuvre les règles de sécurité et de rejet des déchets adéquates				
<b>Valider</b>	Utiliser des mesures de points de fusion et de masses pour juger de l'efficacité d'une séparation ou d'une purification Calculer le rendement d'une méthode de séparation Confronter ses résultats à ceux des autres binômes ou à la littérature				
<b>Communiquer</b>	Rédiger de manière synthétique, organisée, compréhensible Faire ressortir les résultats les plus importants, par exemple en les encadrant Utiliser un vocabulaire scientifique adapté				

<b>Capacités spécifiques</b>
<i>mesures et incertitudes</i>
Mesurer des volumes avec le matériel adapté à la précision requise Mesurer un pH à l'aide de papier pH Mesurer une masse de produit brut Mesurer une température de fusion avec un banc Kofler Présenter un résultat avec son incertitude et/ou le nombre de chiffres significatifs approprié
<i>extraction liquide/liquide</i>
Réaliser efficacement et en sécurité une extraction acido-basique avec une ampoule à décanter Identifier la nature des phases dans une ampoule à décanter Distinguer extraction et lavage d'une phase
<i>autres techniques de séparation et purification</i>
Utiliser un desséchant solide et estimer correctement par l'observation la quantité à utiliser Expliquer l'intérêt de l'évaporateur rotatif Réaliser une filtration simple et une filtration sous pression réduite Réaliser et justifier les différentes étapes du lavage d'un solide : ajout d'un solvant de lavage, trituration, essorage Expliquer et mettre en œuvre la technique de la recristallisation

<b>Note :</b>	
---------------	--