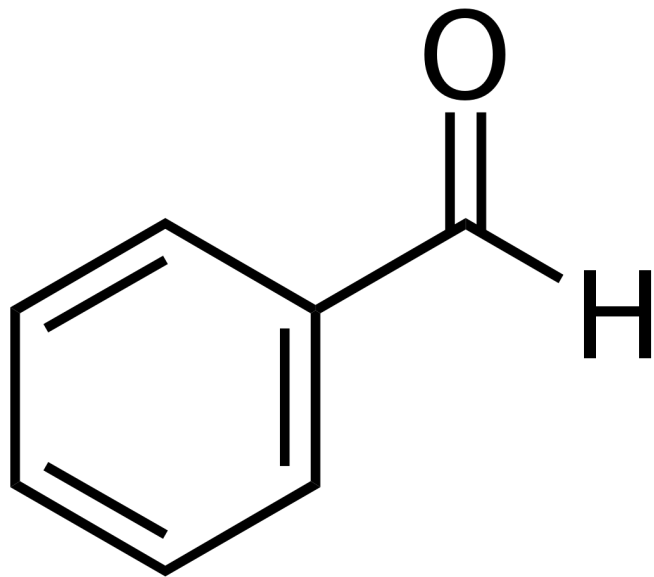


Séparations, purification, contrôle de pureté

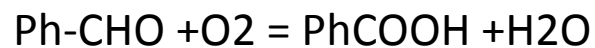
Agrégation 2020

Le benzaldéhyde



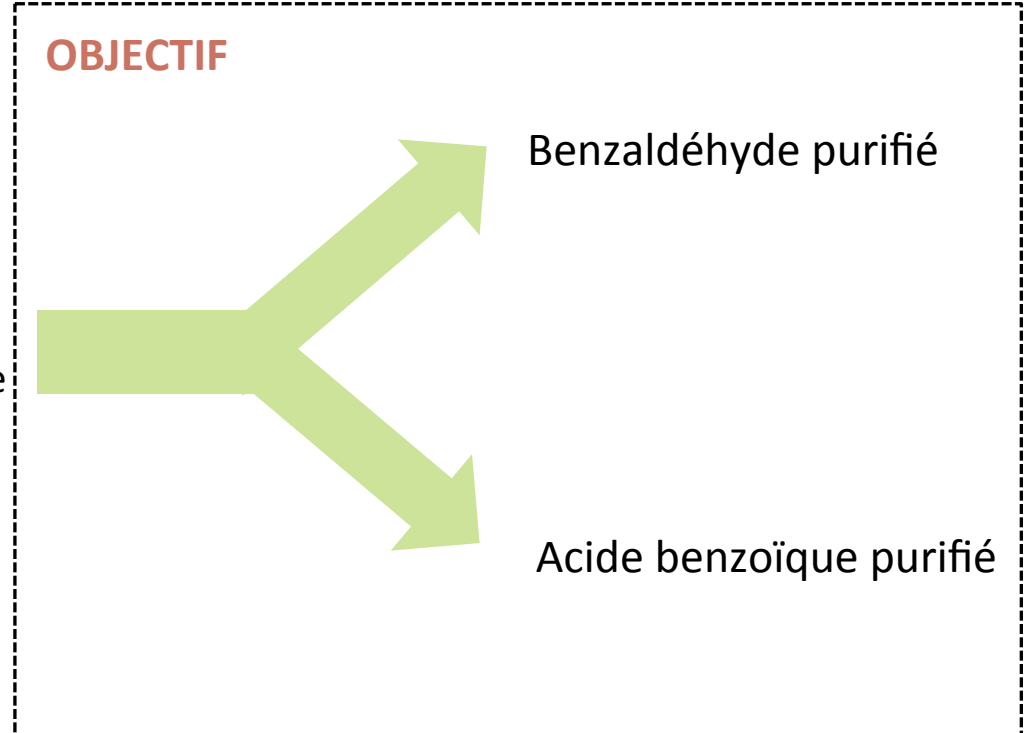
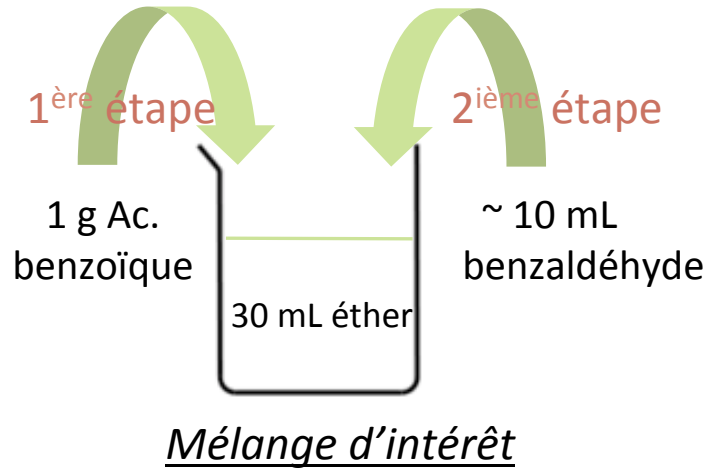
Utilisation :

- Arôme artificiel
- Parfumerie



Acide benzoïque

Présentation du mélange d'intérêt



Etude de la solubilité des composés dans l'eau et l'éther

Solubilité	Benzaldéhyde	Acide benzoïque	Ion benzoate
Dans l'éther	soluble	très soluble	insoluble
Dans l'eau	insoluble	peu soluble	Très soluble

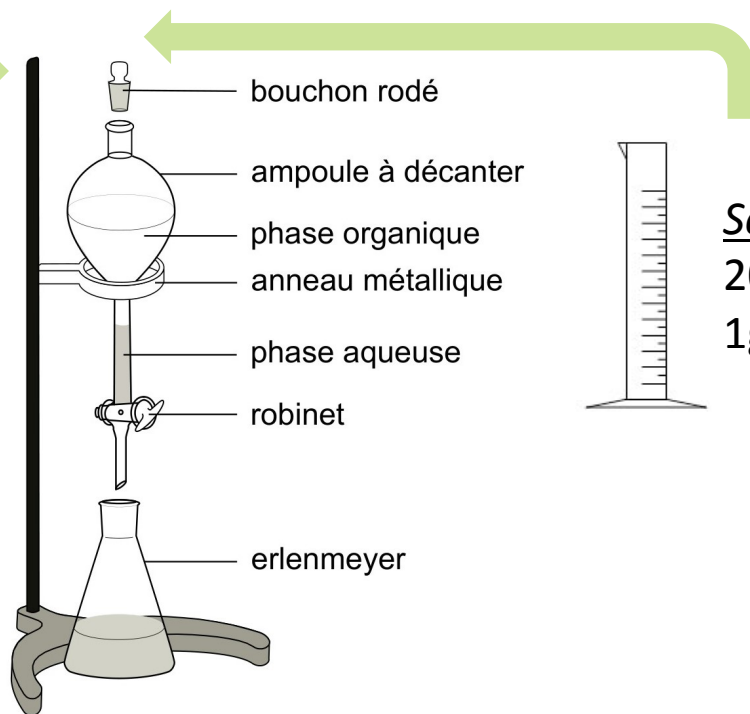
Extraction liquide-liquide

Benzaldéhyde +
acide benzoïque
dans de l'éther

1^{ère} étape

2^{ème} étape

Mélange d'intérêt



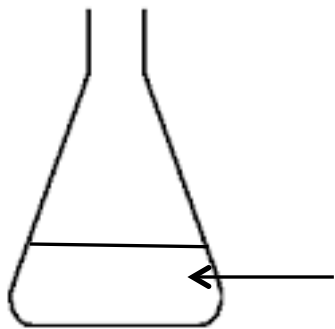
Solvant d'extraction :

20 mL d'eau contenant

1g d'hydrogénocarbonate

Montage de décantation :
utilisation d'une ampoule à décanter

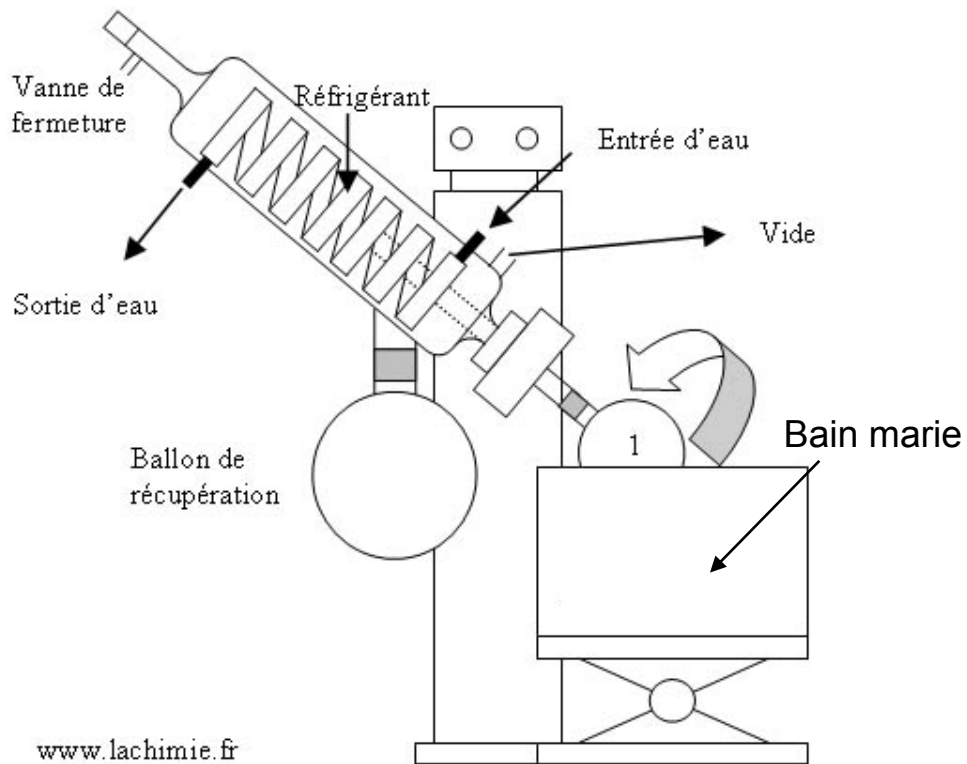
Traitement de la phase organique



- Benzaldéhyde
- Traces d'eau
- Traces d'ions benzoate et l'hydrogénocarbonate
- Solvant : Ether

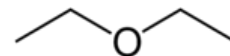
1. Lavage à l'eau (ampoule à décanter)
2. Séchage (Sulfate de magnésium anhydre)
3. Distillation simple à l'évaporateur rotatif

Distillation simple à l'évaporateur rotatif



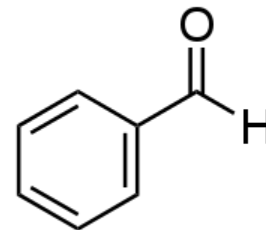
éther diéthylique:

$T_{eb}=35^{\circ}\text{C}$

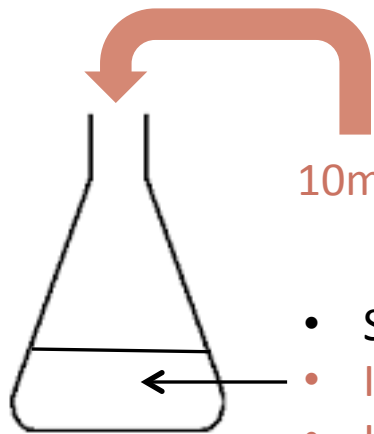


Benzaldéhyde :

$T_{eb}=179^{\circ}\text{C}$



Traitement de la phase aqueuse

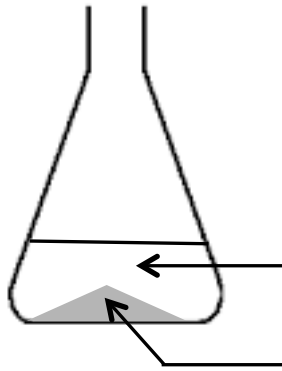


10mL acide sulfurique 1 mol/L

- Solvant : Eau
- Ions benzoates
- Hydrogénocarbonate de sodium (excès)
- Traces de phase organique

Acide benzoïque
CO₂

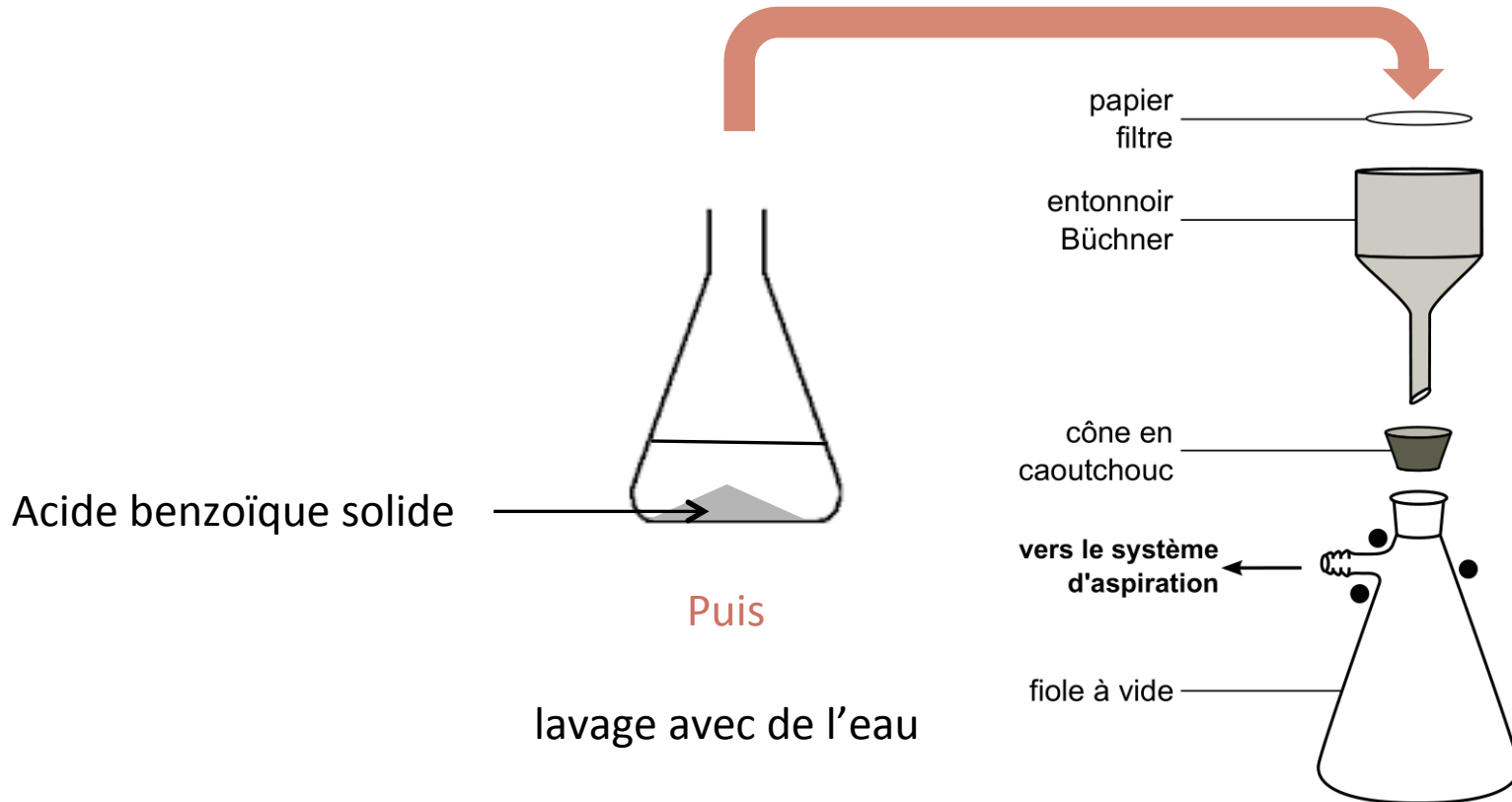
Traitement de la phase aqueuse



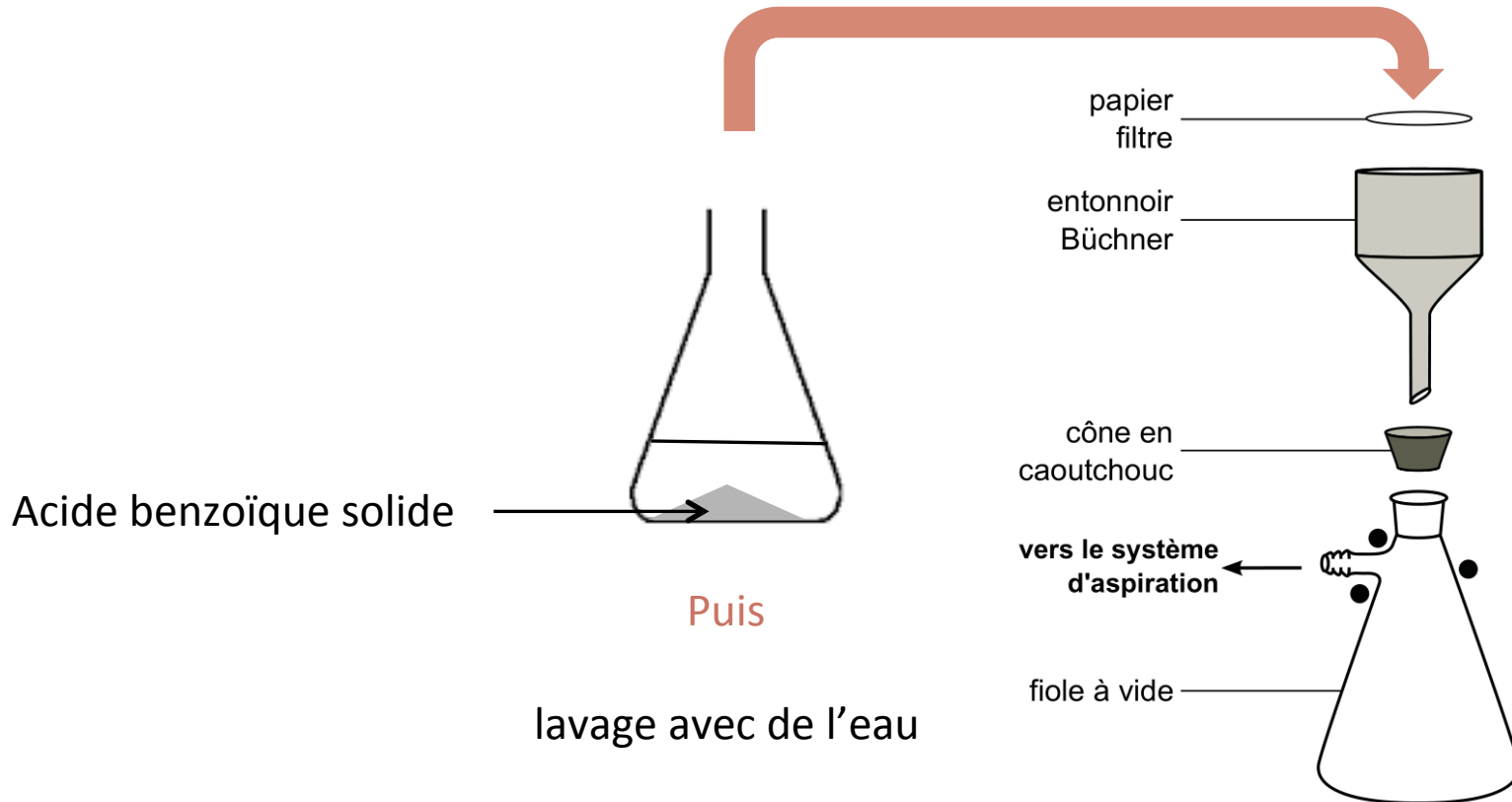
- Solvant : Eau
- Traces de phase organique
- Acide benzoïque solide

Nécessité d'une
Extraction solide-liquide

Séparation solide-liquide



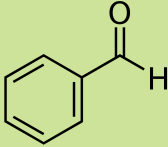
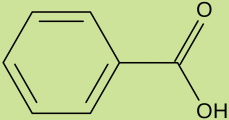
Séparation solide-liquide



Etuvage

Produit	Eau	Acide benzoïque
Température d'ébullition	100°C	250°C

Méthodes de séparation

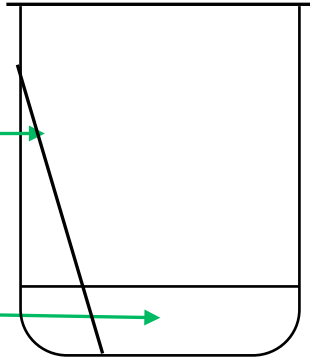
Type de produit	Produit liquide Benzaldéhyde (phase organique) 	Produit solide Acide benzoïque solide en phase aqueuse 
Etapes	<ol style="list-style-type: none">1. Extraction liquide-liquide : lavage de la phase organique avec de l'eau2. Séchage3. Distillation simple via évaporateur rotatif pour éliminer l'éther	<ol style="list-style-type: none">1. Essorage sur filtre Büchner2. Lavage à l'eau + Trituration3. Etuvage

Chromatographie sur couche mince (CCM)

Plaque de
Silice

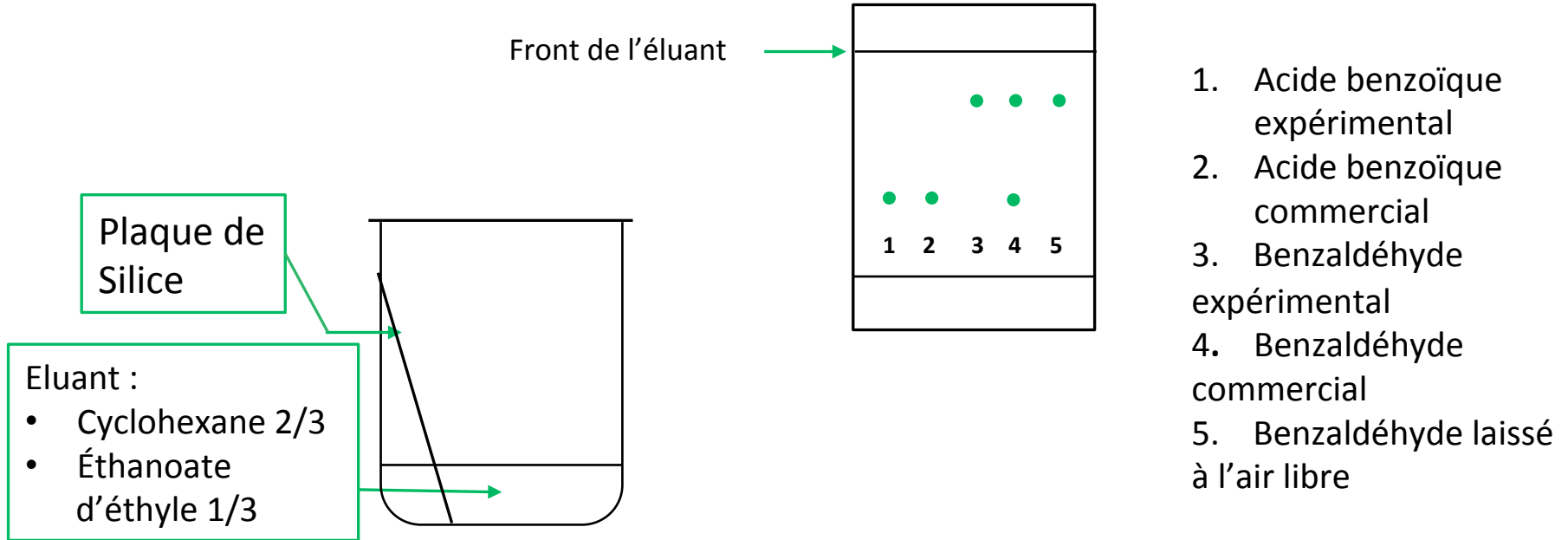
Eluant :

- Cyclohexane 2/3
- Éthanoate d'éthyle 1/3



1. Acide benzoïque expérimental
2. Acide benzoïque commercial
3. Benzaldéhyde expérimental
4. Benzaldéhyde commercial
5. Benzaldéhyde laissé à l'air libre

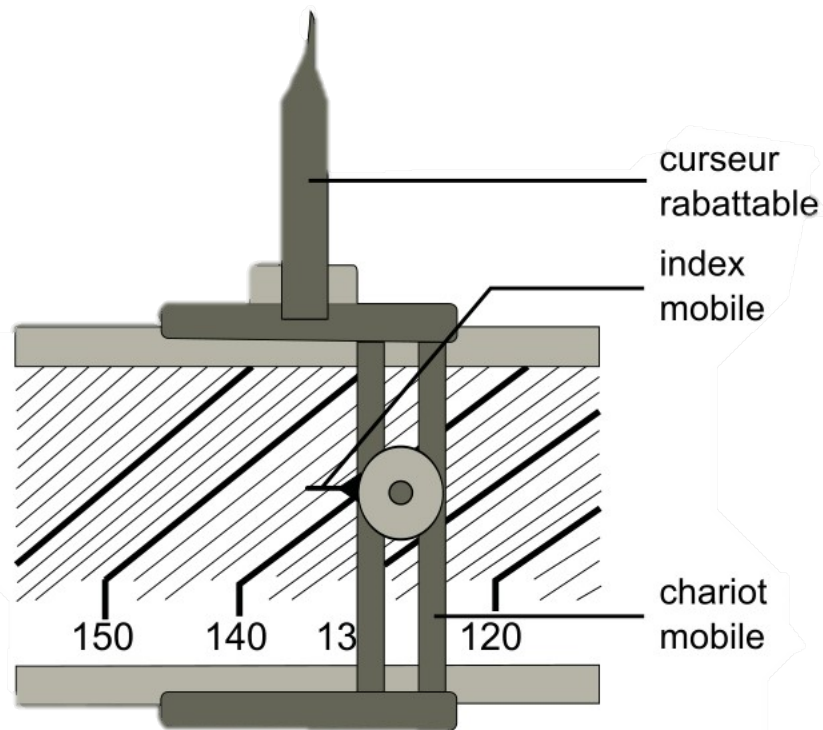
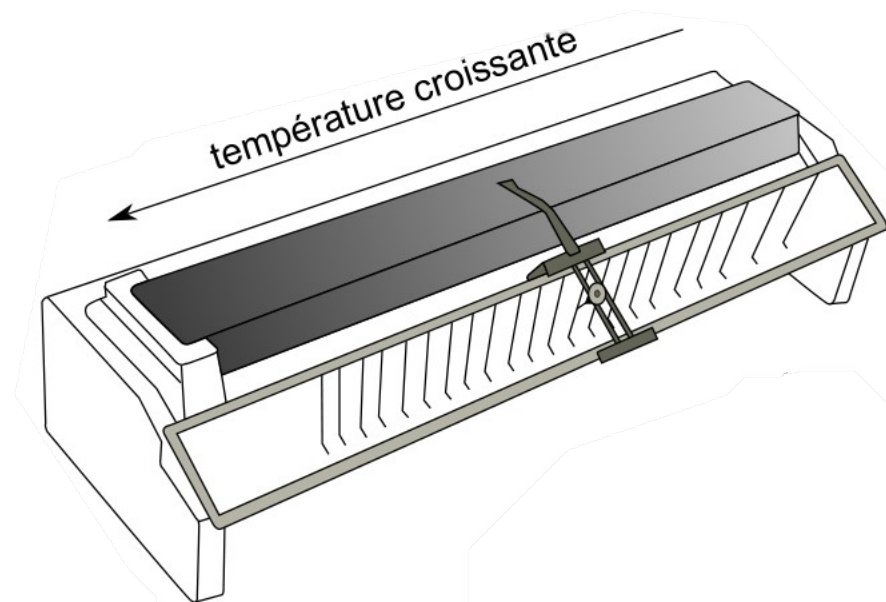
Chromatographie sur couche mince (CCM)



Banc Köfler

$T_{\text{fus}}^{\text{tab}}$ (acide benzoïque) = 122,3 °C

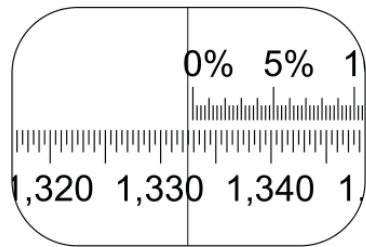
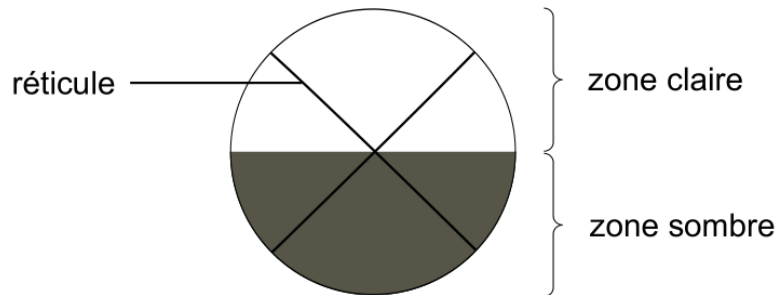
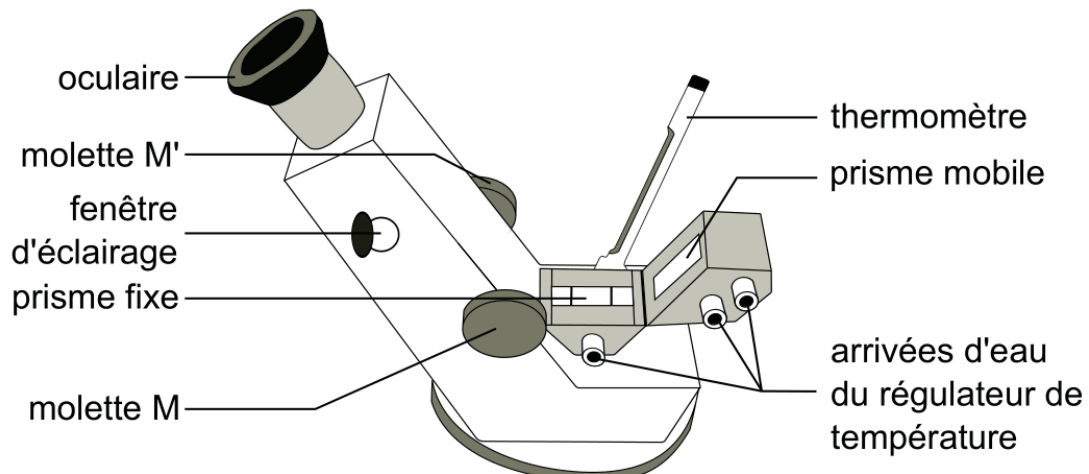
But : mesure de
température de fusion



Réfractomètre

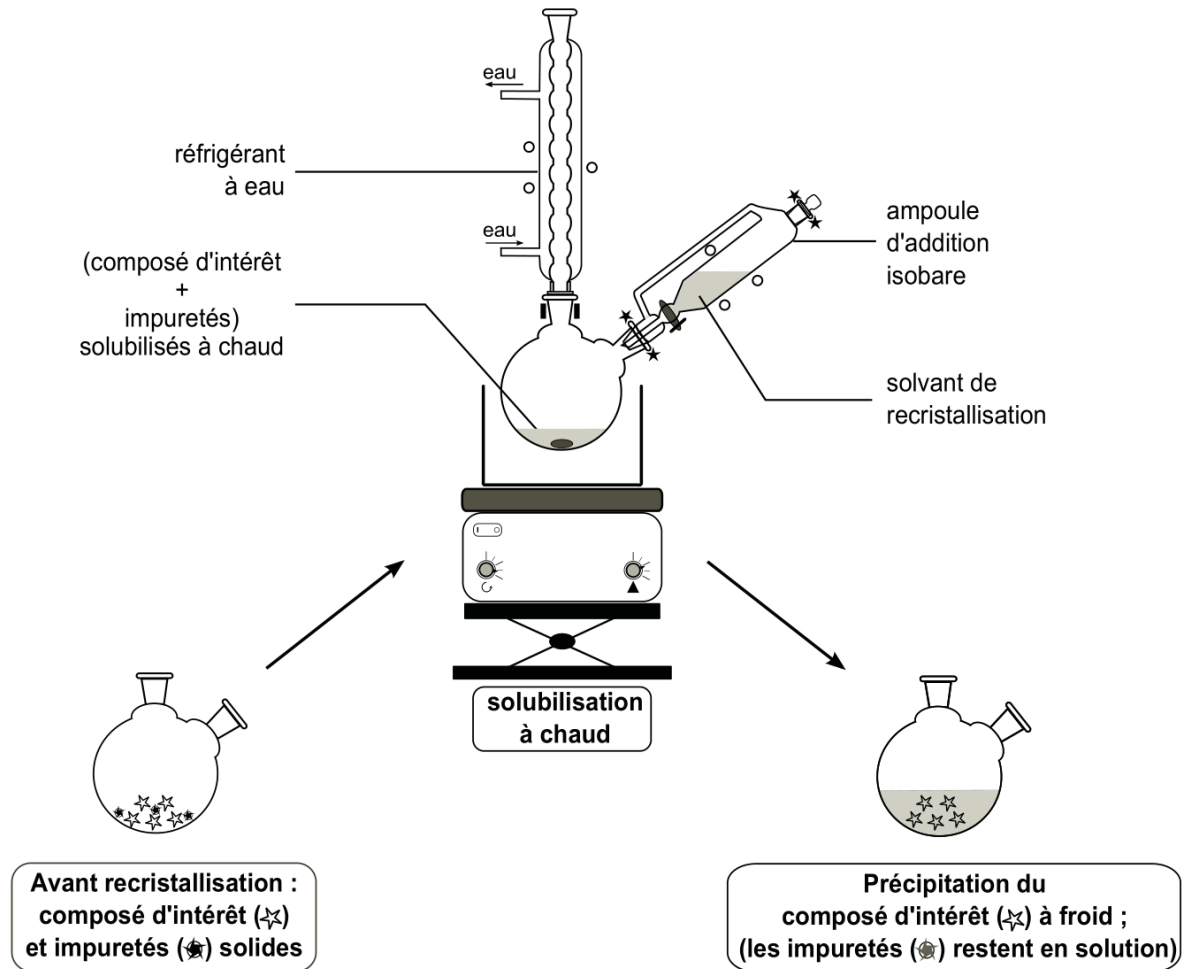
But : mesure d'indice de réfraction

$$I_{\text{refraction}}^{\text{tab}}(\text{benzaldéhyde}) = 1,5384$$



Recristallisation

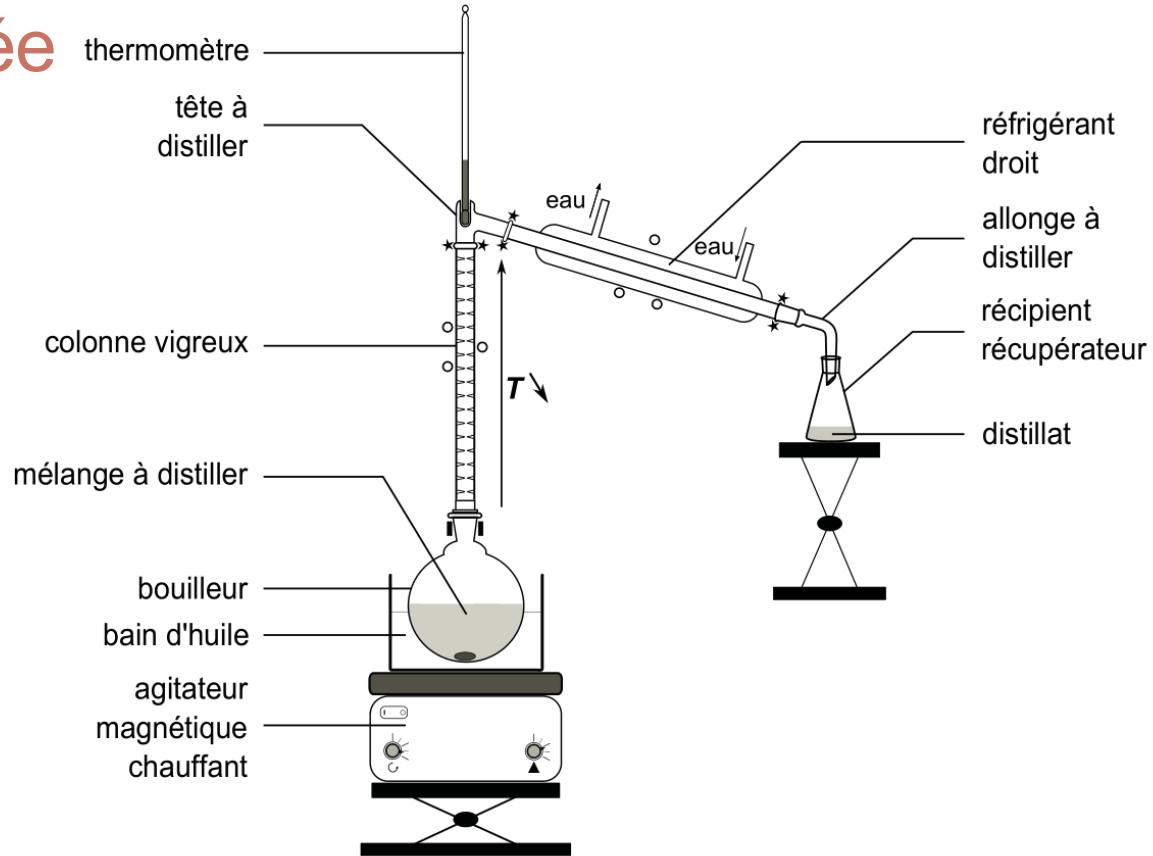
But : purification d'un produit solide



Montage de recristallisation. ■ : Fixations fermes. ○ : Fixations lâches. ★ : Clips de sécurité.

Distillation fractionnée

But : purification d'un produit liquide



Montage de distillation fractionnée. ■ : Fixations fermes. ○ : Fixations lâches. ★ : Clips de sécurité.

Méthodes mis en œuvre de séparation / contrôle de purification / purification

Type de produit	Produit liquide Benzaldéhyde (phase organique)	Produit solide Acide benzoïque solide en phase aqueuse
Séparation	<ol style="list-style-type: none">1. Extraction liquide-liquide : Lavage de la phase organique avec de l'eau2. Séchage3. Distillation simple via évaporateur rotatif pour éliminer l'éther	<ol style="list-style-type: none">1. Essorage sur filtre Büchner2. Lavage + Trituration3. Etuvage
Contrôles de pureté	<ul style="list-style-type: none">• Chromatographie sur couche mince• Réfractométrie	<ul style="list-style-type: none">• Chromatographie sur couche mince• Mesure de température de fusion sur banc Kofler
Purification	<ul style="list-style-type: none">• Distillation simple• Distillation fractionnée	<ul style="list-style-type: none">• Recristallisation

Propriétés utiles

Benzaldéhyde :

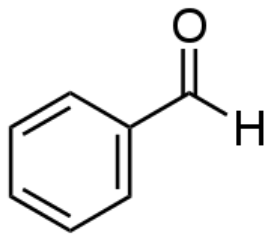
C_7H_6O

$M = 106,12 \text{ g/mol}$

$\rho = 1,04$

$T_{eb} = 179^\circ C$

$n(25^\circ) = 1,543$



alcool benzylique:

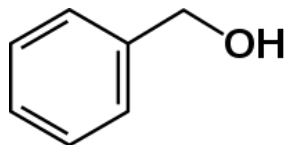
C_7H_8O

$M = 108,13 \text{ g/mol}$

$\rho = 1,04$

$T_{eb} = 205^\circ C$

$n(25^\circ) = 1,538$



acide benzoïque :

$C_7H_6O_2$

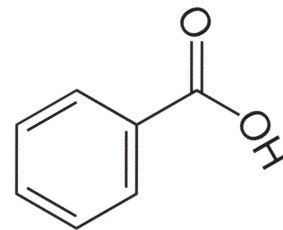
$M = 122,12 \text{ g/mol}$

$T_{fus} = 122^\circ C$

Solubilité dans l'eau

$20^\circ C : 2,4 \text{ g/L}$

$95^\circ C : 68 \text{ g/L}$ $T_{eb} = 250^\circ C$



éther diéthylique:

$\rho = 0,714$

$T_{eb} = 35^\circ C$

$\epsilon_r = 4,33$

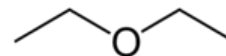
$\mu = 1,3 \text{ D}$

eau:

H_2O

$\epsilon_r = 80,1$

$\mu = 1,82 \text{ D}$



Distillation fractionnée

