

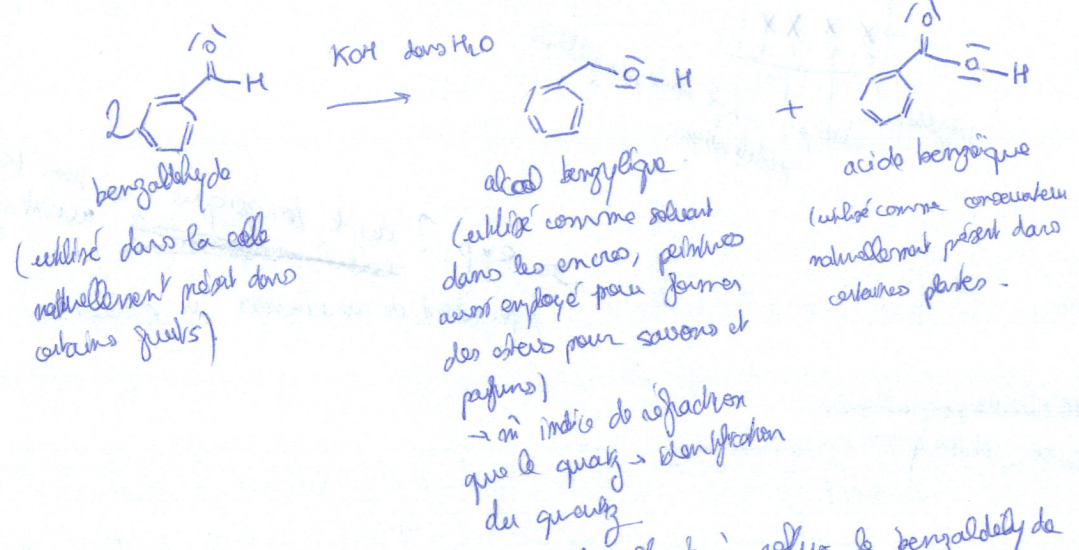
Tab gainé Spé

LC10 - Séparations, purifications, contrôles de pureté

Lycée
ob LC2

pré requis : cinécomant et rendement, densité, T_{fus}, solubilité, acides-bases, ex-trad, CCN (ou en 2nde)

Réaction de Cannizzaro : disproportion du benzaldéhyde (1853)



On a fait la réaction ~~à reflux~~ en chauffant à reflux le benzaldéhyde en milieu basique.
On veut les 2 produits qu'il faut déjà séparer → on veut le meilleur rendement et la meilleure pureté.

I - Séparations → séparer plusieurs composés dans des phases distinctes.

1) Séparation liquide-liquide.

Rapport sur la différence de densité et de solubilité.

éther d = 0,7
eau d = 1

coefficient de partage ? $K = \frac{C_A}{C_B}$ (dans A / dans B)

acide benzoïque : insoluble dans éther
 Soluble benzoïque dans eau = $29 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$
 Si on benzoate dans eau = $630 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ → reste dans l'eau (benzoate de sodium).

alcool benzyl : Soluble benz dans eau = $11 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$
 Soluble dans éther

exp: 2 extractions déjà faites → faire la 3^e descente le jus (remettre de l'éther) → pas trop qd m.

(A) dans éther on a : alcool benzylque ← on veut l'extraire.

(B) eau : ion benzoate.

si précipitation dans l'ampoule à décantation : le benzoate est passé dans la phase dans laquelle il n'est pas soluble. Il faut rajouter de l'eau (on a mis trop d'éther).

2) Séparation d'un produit de son solvant.

≠ de 5 sous forme ion benzoate et acide benzoïque.

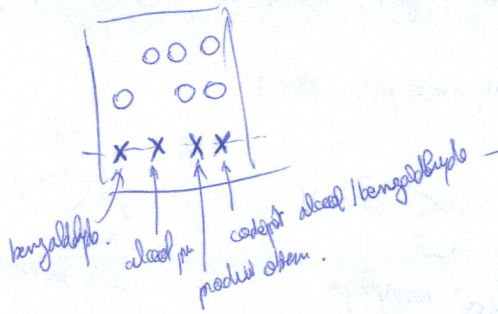
pKa = 4,2 → on acidifie le milieu jusqu'à pH = 1 → solidification du produit → essorage au bûcher.

pour l'alcool benzylque en phase → séchage → mettre un sel anhydre pour absorber eau résiduelle. → évaporation.

II - Identification et contrôle de pureté

1) CCN.

note fait ppe de la CCN.
choix du solvant



montrer CCN de l'exp.

2) Autres techniques.

- solide: température de fusion. (1^{ère} STL Suropetex en labo).
 - liquide: indice de réfraction
 - ~~pour les solides pour contrôler molécules~~
 - ~~spectroscopie pour contrôler~~ (T^{al} STL seront labo) \rightarrow cel.
- exp ? acide benzoïque ou bien higher avant recristallisation.
calcul rendement ?
permettent de caractériser un produit

III - Purifications.

1) Purification des solides.

exp: recristallisation de l'acide benzoïque, à lancer devant le jury.

\rightarrow mesure de T_{fus} du produit recristallisé (préparation) sèche à l'heure.
calcul du rendement après recristallisation.

2) Purification des liquides.

distillation fractionnée

rendement $m_{exp} = 0,2g$ d'acide benz.

2ml benz $\rightarrow \sim 1,5g$

$\sim 0,7g$ d'acide th.

$\eta \sim \frac{2}{7} \sim 30\%$

cel: méthodes de contrôle de pureté présentées ici permettaient une identification des composés ~~et~~
il existe des techniques d'analyse quantitative structurale = la spectroscopie.