

## 1 Objectifs

Mettre en œuvre une technique de base de la chimie organique : l'extraction liquide-liquide. Cette opération permet de faire passer un composé d'une phase liquide où il est soluble dans une autre phase liquide où il est peu soluble. Utiliser une ampoule à décanter et un filtre Büchner. Caractériser un produit par chromatographie et mesure de son point de fusion.

## 2 L'acide benzoïque

### Document 1 : L'acide benzoïque

L'acide benzoïque est un acide carboxylique aromatique dérivé du benzène. Il est présent naturellement dans certaines plantes et est utilisé comme conservateur alimentaire (il est référencé en Europe en tant que l'additif alimentaire E210) ou comme précurseurs de colorants et de parfums. Il est donc produit industriellement à de très importants tonnages (plus de 140 000 tonnes par an pour les Etats Unis). C'est un solide blanc à odeur désagréable de formule  $C_6H_5COOH$ . Sa température de fusion est d'environ 122 °C. C'est un acide faible de  $pK_a = 4,2$  (couple  $C_6H_5COOH$  acide benzoïque/  $C_6H_5COO^-$  ion benzoate).

### Document 2 : Solubilité de l'acide benzoïque dans divers solvants

	Eau	Dichlorométhane	Ethanol	Ethanoate d'éthyle
Densité	1,00	1,33	0,789	0,920
Miscibilité avec l'eau	oui	non	oui	non
solubilité de l'acide benzoïque	faible	grande	grande	grande
pictogramme de sécurité				

### Document 3 : Principe de l'extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide consiste à faire passer une substance d'un solvant (éthanoate d'éthyle) dont elle est souvent difficile à séparer, à un autre (solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium) dont elle sera facilement isolable. Cette opération, réalisée par agitation, est possible à condition que les deux solvants ne soient pas miscibles entre eux ; les deux phases sont séparées par décantation.

- ① Représenter la formule développée de l'acide benzoïque.
- ② Tracer un diagramme de prédominance des espèces acide et base conjuguée de l'acide benzoïque en fonction du pH.
- ③ Si le pH de la solution est de 2, donner le nom de l'espèce prédominante dans la solution.
- ④ Si le pH de la solution est de 10, donner le nom de l'espèce prédominante dans la solution.
- ⑤ Ecrire la demi-équation acido-basique correspondant au couple acide benzoïque/ion benzoate.
- ⑥ Donner la condition nécessaire sur les solvants pour pouvoir réaliser cette extraction liquide-liquide.
- ⑦ Expliquer pourquoi on ne peut pas utiliser l'éthanol à la place de l'éthanoate d'éthyle pour réaliser cette extraction liquide-liquide.
- ⑧ Expliquer pourquoi on a privilégié l'éthanoate d'éthyle à la place du dichlorométhane pour réaliser cette extraction liquide-liquide.

## 3 Extraction de l'acide benzoïque

### 3.1 Extraction

- ① Réaliser le protocole suivant :
  - Prélever 25 mL du mélange d'éthanoate d'éthyle et d'acide benzoïque à l'aide d'une éprouvette graduée et l'introduire dans une ampoule à décanter.
  - Ajouter dans l'ampoule à décanter 10 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium.
  - Enlever l'ampoule à décanter du support, la boucher et la retourner en tenant le bouchon dans le creux de la main. Ouvrir le robinet pour enlever les surpressions (diriger le robinet vers un endroit sécuritaire pour le voisinage). Refermer le robinet. Agiter en ouvrant régulièrement le robinet pour supprimer les surpressions. Retourner l'ampoule à décanter sans lâcher le bouchon, enlever le bouchon et reposer l'ampoule à décanter sur le support. Laisser décanter.
  - Recueillir la phase aqueuse dans un bêcher.
  - Ajouter à nouveau 10 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium dans l'ampoule à décanter et procéder comme précédemment pour recueillir la phase aqueuse.
- ② Faire le schéma de l'ampoule à décanter en précisant la position des deux phases (phase organique et phase aqueuse).
- ③ Justifier la position de la phase aqueuse dans l'ampoule à décanter.
- ④ Donner le nom des espèces contenues dans chaque phase (eau, éthanoate d'éthyle, acide benzoïque, ion benzoate, ion hydrogénocarbonate, ion sodium)
- ⑤ La solution d'hydrogénocarbonate de sodium a un pH de 8,4. Justifier le choix de cette solution pour l'extraction réalisée.

### 3.2 Obtention de l'acide benzoïque

- ① Réaliser le protocole suivant :
  - Verser quelques gouttes d'une solution d'acide chlorhydrique. Observer l'apparition de cristaux blanc. Verser de l'acide tant que du précipité blanc apparaît. Vérifier au papier pH (tige de verre + morceau de 1 cm maximum de papier pH) que le pH de la solution obtenue est inférieur à 2.
  - Vérifier au papier pH (tige de verre + morceau de 1 cm maximum de papier pH) que le pH de la solution obtenue est inférieur à 2.
  - Récupérer l'acide benzoïque formée en réalisant une filtration sur büchner. Rincer le produit obtenu à l'eau.
  - Sécher le produit obtenu et le placer dans une boîte de pétri préalablement tarée. Noter la valeur de la masse  $m_{humide}$  d'acide benzoïque obtenue.
  - Placer la boîte de pétri à l'étuve réglée à 80 °C et peser régulièrement la boîte de pétri jusqu'à obtenir une masse constante. Noter la valeur de la masse  $m_{sec}$  d'acide benzoïque obtenue.
- ② La masse théorique  $m_{th}$  de l'acide benzoïque contenue au départ dans la solution d'éthanoate d'éthyle était de 1,25 g. Calculer le rendement  $R$  de cette extraction sachant que  $R = \frac{m_{sec}}{m_{th}} \times 100$
- ③ Expliquer pourquoi l'acide benzoïque précipite en solution acide.

### 3.3 Identification de l'acide benzoïque

- ① Réaliser une CCM en plaçant 0,5 cm d'éluant (2/3 cyclohexane + 1/3 acétone) au fond d'une cuve fermée. Puis faire deux dépôts sur la plaque. (1er dépôt : acide benzoïque commerciale + éthanol, 2ème dépôt acide benzoïque extraite + éthanol). Plonger la plaque dans la cuve (fermée) et attendre que le front de l'éluant soit à environ 1-2 cm du bord supérieur de la plaque. Sortir la plaque puis la sécher et enfin observer la position des tâches sous lampe UV.
- ② Indiquer si les cristaux extraits sont bien de l'acide benzoïque. Justifier.
- ③ L'acide benzoïque extraite est-elle pure? Justifier.
- ④ Mesurer la température de fusion des cristaux extraits. Noter la valeur de la température de fusion de ces cristaux.
- ⑤ A partir de la température de fusion des cristaux, indiquer si les cristaux extraits sont bien de l'acide benzoïque. Justifier.