

Correction Séquence 2

CH4 Séparation et purification

Fiches liées à cette séquence :

- ▶ Fiche de synthèse Séquence 2
- ▶ Fiche Chromatographie
- ▶ Fiche Extraction

ACTIVITÉ 4 : Purification du benzaldéhyde

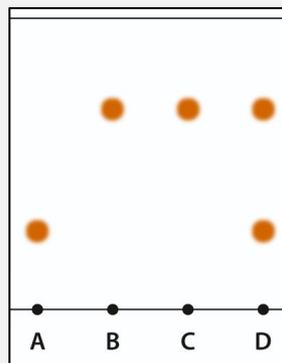
Le benzaldéhyde de formule C_6H_5-CHO (ℓ) est un liquide incolore, couramment utilisé dans l'industrie pour son odeur d'amande amère. Dès qu'un flacon de benzaldéhyde C_6H_5-CHO (ℓ) est ouvert, ce dernier s'oxyde assez rapidement en acide benzoïque de formule $C_6H_5-CO_2H$.

Pour utiliser le benzaldéhyde, il faut le purifier avant son utilisation. Comment extraire l'acide benzoïque dissous dans le benzaldéhyde ?

DOCUMENT 1 : CCM du benzaldéhyde contenu dans deux flacons

On dispose de deux flacons de benzaldéhyde : un acheté il y a plusieurs mois et l'autre neuf. On réalise une chromatographie du contenu des deux flacons pour les identifier.

- A : acide benzoïque de référence
B : benzaldéhyde de référence
C : liquide dans le flacon 1
D : liquide dans le flacon 2



DOCUMENT 2 : Protocole expérimental

- Dans un bécher, mélanger 2 mL de benzaldéhyde et 20 mL d'éther diéthylique. On obtient une solution étherée de benzaldéhyde.
- Verser le mélange dans une ampoule à décanter. Laver la solution avec 10 mL d'une solution de carbonate de sodium ($2Na^+ (aq) + CO_3^{2-} (aq)$) à 10 %.
- Après décantation, séparer les deux phases. Recueillir la phase aqueuse dans un erlenmeyer et la phase organique dans un flacon à vis.
- Sécher la phase organique avec du sulfate de magnésium anhydre.

DOCUMENT 2 : Protocole expérimental

- Dans un bécher, mélanger 2 mL de benzaldéhyde et 20 mL d'éther diéthylique. On obtient une solution étherée de benzaldéhyde.
- Verser le mélange dans une ampoule à décanter. Laver la solution avec 10 mL d'une solution de carbonate de sodium (2Na^+ (aq) + CO_3^{2-} (aq)) à 10 %.
- Après décantation, séparer les deux phases. Recueillir la phase aqueuse dans un erlenmeyer et la phase organique dans un flacon à vis.
- Sécher la phase organique avec du sulfate de magnésium anhydre.

Données :

- Les ions carbonate réagissent avec l'acide benzoïque pour former des ions benzoate.

• **Solubilité**

	Acide benzoïque	Ion benzoate	Benzaldéhyde	Ether diéthylique
Solubilité dans l'eau	Très faible	Très grande	Nulle	Quasi nulle
Solubilité dans l'éther diéthylique	Très grande	Très faible	Très grande	X

- **Densité :** $d(\text{eau}) = 1,00$; $d(\text{éther}) = 0,71$; $d(\text{benzaldéhyde}) = 1,04$; $d(\text{solution aqueuse d'ions carbonate}) \approx 1,00$

• **Température d'ébullition**

Ether diéthylique : 34,6°C Benzaldéhyde : 179°C

• **Sécurité :**

Ether diéthylique		Extrêmement inflammable Nocif en cas d'ingestion L'exposition répétée peut provoquer dessèchement ou gerçures de la peau L'inhalation des vapeurs peut provoquer somnolence et vertiges
--------------------------	---	--

I. Purification du benzaldéhyde

1. À l'aide du chromatogramme, identifier les flacons. Justifier que l'impureté dans le flacon le plus ancien est de l'acide benzoïque.

Pour le dépôt C effectué (liquide contenu dans le flacon 1), une seule tache apparaît. Cette tache a le même rapport frontal que le benzaldéhyde. Le flacon 1 qui contient du benzaldéhyde pur est le flacon neuf.

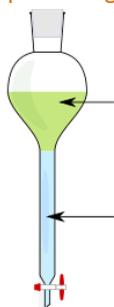
Pour le dépôt D effectué (liquide contenu dans le flacon 2), deux taches apparaissent. Une a le même rapport frontal que le benzaldéhyde et l'autre a le même rapport frontal que l'acide benzoïque. L'acide benzoïque est donc une impureté. Le flacon 2 qui contient du benzaldéhyde impur est le flacon ancien.

2. À l'aide des données physicochimiques justifier l'intérêt du lavage de la solution étherée par une solution de carbonate de sodium dans le protocole expérimental.

Lors du lavage avec la solution de carbonate de sodium, l'acide benzoïque réagit et est transformé en ion benzoate. D'après les données, l'ion benzoate est soluble en phase aqueuse. Il est donc transféré dans la phase aqueuse. L'acide benzoïque est donc éliminé (extrait sous forme d'ion benzoate) de la solution étherée de benzaldéhyde.

3. Schématiser l'ampoule à décanter à la fin du lavage en justifiant la position de la phase organique et de la phase aqueuse. Compléter ce schéma en indiquant la composition de chaque phase.

Après lavage



Phase organique

Ether diéthylique
Benzaldéhyde
Traces d'eau
 $d_{\text{orga}} \approx 0,7$

Phase aqueuse

Eau
Ions benzoate
Autres ions ($\text{Na}^+(\text{aq}) + \text{CO}_3^{2-}(\text{aq})$)
 $d_{\text{aq}} \approx 1,0$

$d_{\text{orga}} < d_{\text{aq}}$

4. Formuler une hypothèse sur l'intérêt d'ajouter l'éther diéthylique au benzaldéhyde.

L'ajout d'éther au benzaldéhyde permet d'obtenir une meilleure séparation. En effet, les densités de l'eau et du benzaldéhyde sont très proches, il est difficile d'avoir une décantation et séparation nette ce qui rend le lavage délicat. La différence entre les densités de l'eau et l'éther est grande permettant l'optimisation de la séparation.

5. Mettre en œuvre le protocole.
6. Que signifie l'expression « sécher la phase organique » ?
Sécher signifie retirer les traces d'eau de la phase organique.

II Efficacité de la purification

Pour vérifier l'efficacité de l'extraction de l'acide benzoïque du benzaldéhyde, une chromatographie sur couche mince peut être réalisée.

- phase stationnaire : silice
- éluant acétate d'éthyle/cyclohexane (8 / 2)
- révélation UV
- solvant pour la préparation des échantillons : éther diéthylique
- échantillons disponibles :
 - solution d'acide benzoïque de référence dans l'éther diéthylique.
 - solution de benzaldéhyde de référence dans l'éther diéthylique

7. Mettre au point un protocole permettant de vérifier l'efficacité du protocole.

Pour répondre à la problématique il faut réaliser une CCM. Pour cela :

- préparer la cuve à élution en versant 10 mL d'éluant ;
- préparer la plaque en faisant sur la ligne de dépôts trois dépôts :
 - dépôt 1 : échantillon de benzaldéhyde avant lavage ;
 - dépôt 2 : échantillon de benzaldéhyde après lavage et séchage ;
 - dépôt 3 : échantillon de référence de l'acide benzoïque ;
- placer la plaque dans la cuve à élution et laisser éluer ;
- retirer la plaque de la cuve, tracer le front de solvant ;
- sécher et révéler la plaque.

8. Le mettre en œuvre puis analyser le chromatogramme et conclure sur l'efficacité de la séparation.

Dans l'échantillon lavé, la tâche correspondant à l'acide benzoïque ne doit pas être présente contrairement au dépôt du benzaldéhyde avant lavage.

S'il n'y a plus de tâche dans le dépôt 2, c'est donc que la séparation a été efficace.

9. Proposer une méthode pour récupérer le benzaldéhyde.

Pour récupérer le benzaldéhyde, il faut éliminer le solvant éther diéthylique. Une distillation simple peut être mise en œuvre (ou l'utilisation d'un évaporateur rotatif).