

- Extraire un acide carboxylique d'un mélange.
- Réaliser une extraction par solvant, une filtration sous pression réduite.
- Utiliser des données physico-chimiques et de sécurité.

## 1 Extraction d'un acide carboxylique

Une synthèse chimique ne fournit jamais le produit attendu pur : il doit être extrait du milieu réactionnel afin d'être purifié. Comment exploiter les propriétés caractéristiques des acides carboxyliques pour réaliser leur extraction ?

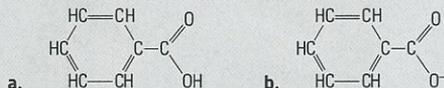
### Matériel

– Acide benzoïque dissous dans l'acétate d'éthyle ( $40 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ), cyclohexane, acétone, soude (hydroxyde de sodium) à  $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , acide chlorhydrique concentré.  
– Bêchers, erlenmeyers, ampoule à décanter, plaque CCM, cuve à CCM, lampe UV, dispositif de filtration sous pression réduite, papier pH, thermomètre.

### Extraction de l'acide benzoïque

Acide benzoïque ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ )	Ion benzoate ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$ )	Acétate d'éthyle ( $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ )	Hydroxyde de sodium (NaOH)	Acide chlorhydrique concentré (HCl)
		$d = 0,9$		$d = 1,2$
Peu soluble dans l'eau ( $2,2 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ à $20 \text{ }^\circ\text{C}$ , $\text{pH} = 7$ ) ; soluble dans l'acétate d'éthyle.	Très soluble dans l'eau. Peu soluble dans les solvants organiques.	Légèrement soluble dans l'eau ( $90 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ à $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Bon solvant des espèces organiques.	Très soluble dans l'eau, provoque de graves brûlures.	Très soluble dans l'eau, corrosif.

Le but est d'extraire l'acide benzoïque (doc. 1.a) d'un solvant dans lequel il a été dissous : l'acétate d'éthyle.



1 Formules semi-développées de l'acide benzoïque [a] et de l'ion benzoate [b].

### Extraction

- Prélever un volume  $V = 50 \text{ mL}$  du mélange d'acide benzoïque dissous dans l'acétate d'éthyle ( $c = 40 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ) et le placer dans une ampoule à décanter.
- Ajouter doucement  $15 \text{ mL}$  de soude à  $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ . Observer. Agiter, puis séparer les phases aqueuses et organiques (fiche 2 p. 337).
- Répéter deux fois la manipulation précédente en ajoutant la solution de soude à  $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  dans la phase organique. Réunir les phases aqueuses obtenues dans un erlenmeyer.
- Ajouter goutte à goutte l'acide chlorhydrique concentré dans l'erlenmeyer contenant les phases aqueuses jusqu'à obtenir un pH proche de 1. Mettre cet erlenmeyer dans un bain de glace.
- Une fois la température proche de  $5 \text{ }^\circ\text{C}$  dans l'erlenmeyer, filtrer sur Büchner (fiche 3 p. 338).
- Mettre les cristaux à sécher et les peser une fois secs.



2 Précipitation de l'acide benzoïque en milieu acide.

L'acide benzoïque extrait est un acide carboxylique : il possède un groupe caractéristique carboxyle, lié à un atome de carbone (voir tableau en fin de manuel).

### ► Exploiter

1. Repérer le groupe carboxyle sur la formule développée de l'acide benzoïque (doc. 1.a).
2. L'ajout de soude permet à l'acide benzoïque de passer sous forme ionique, l'ion benzoate (doc. 1.b).
  - a. À l'aide des données, préciser dans quelle phase se trouve cet ion.
  - b. En comparant les formules de l'acide benzoïque et de l'ion benzoate, identifier la particule échangée lors de la transformation.
3. Justifier la position des phases dans l'ampoule à décanter.
4. À la fin des trois extractions, dans quelle phase se situe l'acide benzoïque initialement dissous dans l'acétate d'éthyle ?
5. Qu'observe-t-on lors de l'ajout de l'acide chlorhydrique (doc. 2) ?
6. Faire un bilan des transformations successives de l'acide benzoïque et des diverses phases dans lesquelles il se trouve.
7. a. Calculer la masse d'acide benzoïque dissous dans le solvant initial.  
b. Calculer le rendement de l'extraction.  
c. Pourquoi répète-t-on plusieurs fois l'extraction ?

### ► Conclure l'activité

8. Expliquer comment il est possible de jouer sur les différentes formes d'un acide carboxylique pour l'extraire d'un milieu réactionnel.

# FICHE D'EVALUATION DU RISQUE CHIMIQUE

UNITE DE TRAVAIL :

LIEU DE TRAVAIL :

- Laboratoire de préparation
- Salle de travaux pratiques
- Local de stockage
- Autres :

PERSONNES CONCERNEES :

- Personnel de laboratoire
- Enseignant
- Elève (<18 ans)
- Elève (>18 ans)
- Autres :

## DESCRIPTION DE L'ACTIVITE

Intitulé :

Niveau / référentiel :

Tâches :

1

2

3

4

5

## NOTICE D'ÉVALUATION DU RISQUE CHIMIQUE

### 1) Evaluation de la gravité

Il s'agit de qualifier la gravité du dommage pouvant survenir.

Qualificatif	Description	Quantification gravité
Faible	accident du travail (AT) ou maladie professionnelle (MP) sans arrêt de travail	1
Moyen	AT ou MP avec arrêt de travail	2
Grave	AT ou MP entraînant une incapacité permanente	3
Très grave	mortel	4

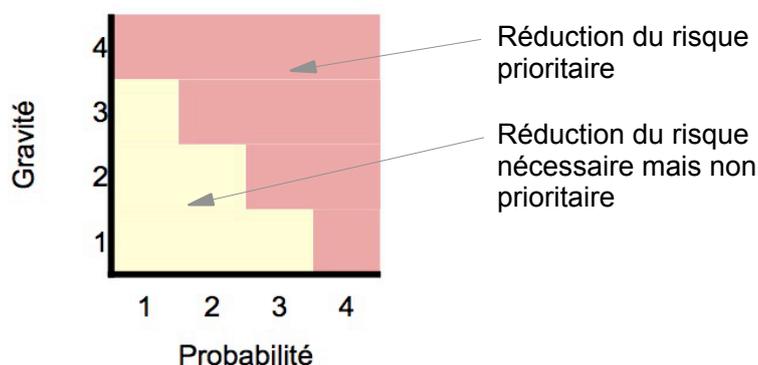
### 2) Evaluation de la probabilité

Il s'agit de quantifier la probabilité d'apparition d'un dommage. Il faut donc combiner la durée d'exposition et la probabilité d'apparition d'un événement dangereux.

Qualificatif	Fréquence / durée d'exposition	Probabilité d'un événement	Quantification probabilité
Très improbable	rare et/ou courte	Faible	1
Improbable		Forte	2
Probable	fréquente et/ou longue	Faible	3
Très probable		Forte	4

### 3) Evaluation de la criticité

L'évaluation de la criticité permet d'indiquer le niveau de priorité à accorder au risque considéré pour la mise en place des actions de prévention.



SUBSTANCES						CLASSES ET CATEGORIES DE DANGER																													
Nom	Identificateur CAS	Concentration	Point éclair (°C)	Pression de Vapeur (kPa)	VLEP (ppm)	Expl.	Press. Gas	Flam. Liq.	Flam. Sol.	Water-react.	Ox. Liq.	Ox. Sol.	Ox. Perox.	Met. Corr.	Acute Tox. (cutanée)	Skin Corr.	Skin Irrit.	Eye Dam.	Eye Irrit.	Skin Sens.	Acute Tox. (inhalation)	Resp. Sens.	Carc. (inhalation)	STOT SE	STOT RE	Acute Tox. (ingestion)	Muta.	Carc.	Repr.	Asp. Tox.	Aquatic Acute	Aquatic Chronic	Autres :		
			-	-																															
			-	-																															
			-	-																															
			-	-																															
			-	-																															
			-	-																															
			-	-																															
			-	-																															

IDENTIFICATION ET CLASSIFICATION DES SUBSTANCES ET MÉLANGES

