

AE 02 : Synthèse de l'acide benzoïque : deuxième partie : purification, contrôle qualité

1. Quatrième étape **Recristallisation** de l'acide benzoïque

Vidéo : <http://culturesciences.chimie.ens.fr/content/film-sur-la-technique-de-la-recristallisation-953>

Généralement, pour des questions de rapidité, on n'utilise pas un montage à reflux mais un bécher ou un erlenmeyer.

Une recristallisation consiste à purifier un produit brut obtenu lors d'une synthèse. Pour cela, il faut trouver un solvant dans lequel ce produit pourra cristalliser seul et où des impuretés seront solubilisées.

Choix du solvant :

Pour une recristallisation avec filtration à froid, le solvant doit solubiliser à froid les impuretés et à chaud (mais pas à froid) le produit à purifier.

Recristalliser le produit brut dans de l'eau, pour cela :

- Placer le solide dans un **bécher** et introduire du solvant de façon à **recouvrir à peine** le solide.
- Porter à **ébullition**.
- Ajouter **la plus petite quantité de solvant possible** de façon à dissoudre tout le solide.
- Laisser refroidir à l'air quelques minutes.
- Refroidir dans un **bain d'eau** puis dans un **bain de glace** pour faire cristalliser le produit à purifier.
- Essorer sur büchner (on utilisera le filtrat pour laver le solide ou un peu de solvant refroidi).

2. Cinquième étape : Contrôle de pureté

a/ Réaliser une **chromatographie sur couche mince** :

plaque : plaque au gel de silice

éluant : mélange de 16 mL de cyclohexane et 4 mL d'acétate d'éthyle (fourni)

dépôts : déposer sur la plaque les 3 solutions suivantes

1. solution d'acide benzoïque de référence à 1 % dans l'éther (solution fournie).
2. solution de l'acide benzoïque purifié à 1 % dans l'éther (solution à préparer)
3. Une solution d'alcool benzylique purifié à 1 % dans l'éther (solution fournie).

révélation : U.V

Rappel de seconde :

Réaliser une chromatographie (**AE02**) sur couche mince CCM (vidéo), (principe et protocole) + simulation

b/ **Mesurer la température de fusion** du produit purifié à l'aide du banc Kofler. (Vérification internet)

Utilisation du banc Kofler pour mesurer une température de fusion (vidéo)

c/ **Interprétation de spectres IR** de l'alcool benzylique et de l'acide benzoïque.

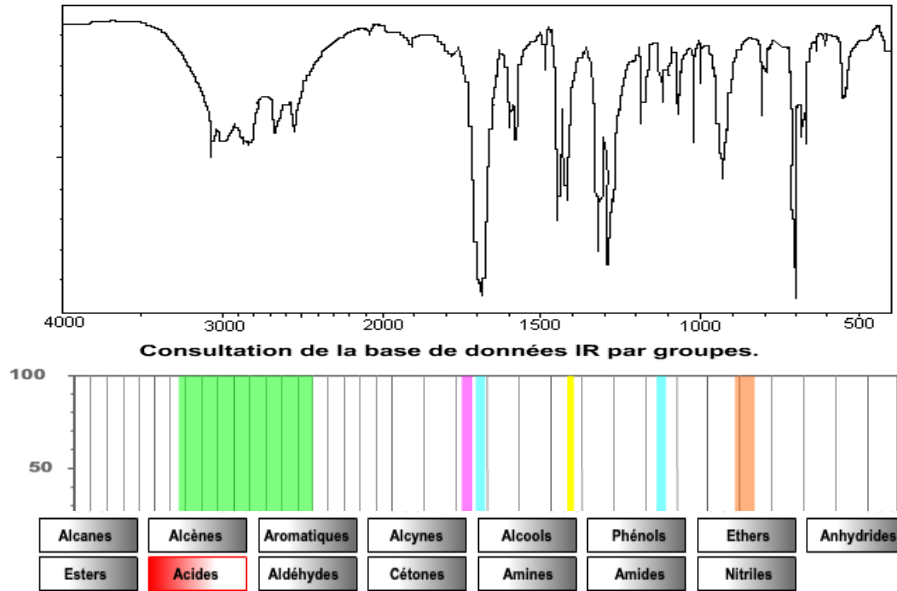
En utilisant des tables (type <https://www.lachimie.fr/analytique/infrarouge/table-infra-rouge.php>)

Expliquez lequel des 2 spectres IR, on devrait obtenir après recristallisation. Argumentez ...

spectre IR
espèce A

Bande d'absorption
Liaison O-H
caractéristique de acide
carboxylique
(2500 à 3300 cm^{-1})

Bande d'absorption
Liaison C = O
(1700 cm^{-1})

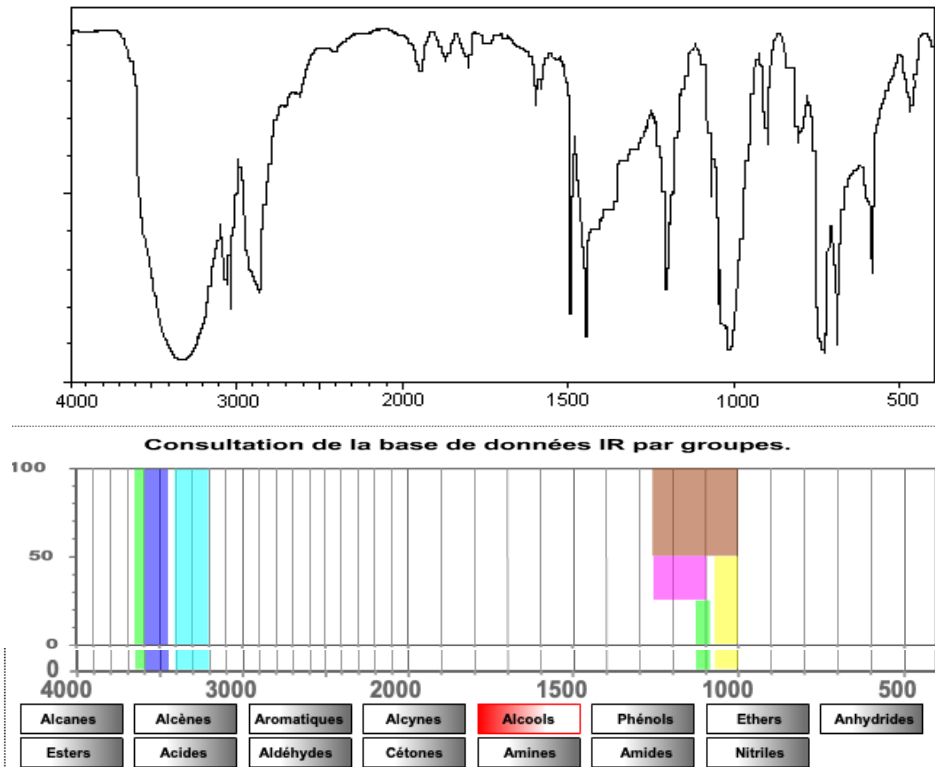


Acides :

- 2500-3340 cm^{-1} → "Patate" OH due aux liaisons hydrogènes.
- vers 1760 cm^{-1} → élongation >C=O pour la forme monomère, intense.
- vers 1710 cm^{-1} → élongation >C=O pour la forme dimère (acides en solution)

*IMPOSSIBLE de confondre
le OH d'un acide avec
la bande OH d'un alcool.*

spectre IR
espèce B



Alcools :

- 3600-3645 cm^{-1} → O-H libre (en cas de dilution de l'alcool).
- 3450-3600 cm^{-1} → O-H intra-moléculaire
- 3200-3400 cm^{-1} → O-H inter-moléculaire. Bande caractéristique (forme symétrique), différente de celle du OH des acides carboxyliques (patate) et qui diminue en cas de dilution.
- 1000-1260 cm^{-1} → élongation C-O- intense dont la position permet souvent de trouver

*IMPOSSIBLE de confondre
le OH d'un alcool avec
la bande OH d'un acide.*

Jusqu'à la page 6 (inclusive)

Méthode pour l'analyse d'un spectre I.R. (niveau 1^{ère})

