

Thème : Élaborer des stratégies en synthèse organique
 TP C5 partie 2 : Extraction écoresponsable de l'acide benzoïque.
 (version élèves)

Synthèses écoresponsables

Discuter l'impact environnemental d'une synthèse et proposer des améliorations à l'aide de données fournies, par exemple en termes d'énergie, de formation et valorisation de sous-produits et de choix des réactifs et solvants.

**Extraction écoresponsable de l'acide benzoïque à l'aide d'un solvant non polluant.
 Détermination d'un coefficient de partage.**

Source : Adapté du TP de M. Eric Noizet – PCSI.

On peut améliorer le rendement de la synthèse de l'acide benzoïque dissout en solution aqueuse en effectuant une extraction.

Dans le cadre du programme de Chimie, il est demandé d'utiliser des moyens écoresponsables lors des expériences réalisées. Au lieu d'utiliser, pour l'extraction de l'acide benzoïque, un solvant organique polluant, nous allons utiliser dans ce TP, de l'huile de tournesol.

On étudie ici l'extraction de l'acide benzoïque (C), initialement dans l'eau (S₁), par de l'huile de tournesol (S₂).

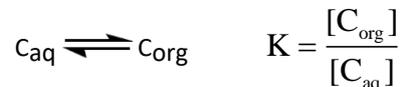
Le choix du solvant (S₂) est guidé ici par des raisons écologiques. L'huile de tournesol est relativement visqueuse, mais a l'avantage d'être non toxique. Pour pratiquer une extraction dans le but d'isoler l'acide benzoïque, on pourrait utiliser un solvant tel le dichlorométhane CH₂Cl₂ qui a l'avantage d'être très volatil, et qui pourrait être donc ainsi facilement éliminé pour recueillir l'acide benzoïque. Mais il pose quelques problèmes de sécurité !



On préférera donc dans ce TP, utiliser l'huile de tournesol !

L'acide benzoïque est initialement présent dans un volume d'eau V_{aq} d'eau (S₁), que l'on met en présence d'un volume V_{org} de solvant organique (S₂).

Une partie de C contenu dans l'eau passe dans la phase organique, lors de l'établissement de l'équilibre suivant :



K correspond à la constante de l'équilibre de passage de C de l'eau vers le solvant organique.

K est le **coefficient de partage** et ne dépend que de la température (pour un composé C fixé). On désire ici mesurer le coefficient de partage de l'acide benzoïque (C) entre l'eau et l'huile de tournesol.

Plus le coefficient de partage tend vers 1, plus efficace est l'extraction.

Données :

Masse molaire de l'acide benzoïque : $M(\text{acide benzoïque}) = 122,12 \text{ g.mol}^{-1}$

Solubilité d'acide benzoïque dans l'eau à 20°C : $s = 2,9 \text{ g.L}^{-1}$

Produits :

- acide benzoïque : solution saturée à chaud, puis refroidie et filtrée. Préparer 100 mL par groupe.
- huile de tournesol. 50 mL par groupe.
- solution de NaOH : 50 mL à $0,02 \text{ mol.L}^{-1}$
- solution de NaOH : 50 mL à $0,001 \text{ mol.L}^{-1}$
- pissette d'eau distillée
- Indicateur coloré : Bleu de bromothymol BBT (virage du jaune au bleu)

Matériels :

- 1 agitateur magnétique + barreau aimanté
- 1 burette graduée de 25 mL
- 1 porte burette
- 4 béchers de 100 mL
- 1 erlenmeyer (pour la récupération de l'huile)
- 1 pipette jaugée 20 mL
- 1 pipette jaugée 10 mL
- 1 éprouvette 25 mL.
- ampoule à décanter 250 ml + support
- 1 propipette

Objectifs :

- Estimer expérimentalement la valeur du coefficient de partage K de l'acide benzoïque entre l'eau et l'huile de tournesol.
- Mutualiser les résultats expérimentaux sur K , et estimer une incertitude de type A sur le coefficient de partage.

Protocole expérimental

Etape 1 : dosage de l'acide benzoïque avant extraction avec une solution d'hydroxyde de sodium de concentration $C_1 = 0,02 \text{ mol.L}^{-1}$

Etape 2 : extraction avec l'huile de tournesol.

Etape 3 : dosage de l'acide benzoïque restant dans la solution aqueuse après extraction à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium de concentration $C_1 = 0,001 \text{ mol.L}^{-1}$

Etape 4 : Mutualisation des résultats.

Etape 1 : Dosage de la solution mère d'acide benzoïque :

Doser un volume $V_0 = 20 \text{ mL}$ de la solution mère d'acide benzoïque, par une solution d'hydroxyde de sodium à $c = 0,02 \text{ mol.L}^{-1}$. On fera un dosage rapide, et un dosage précis, en utilisant à chaque fois le bleu de bromothymol (BBT) comme indicateur de virage.

Soit V_{E1} le volume équivalent obtenu.

1. Ecrire la réaction support au dosage. On notera $R\text{-CO}_2\text{H} / R\text{-CO}_2^-$ le couple acide/base associé à l'acide benzoïque.
2. Ecrire la relation à l'équivalence.
3. Calculer la concentration de l'acide benzoïque.
4. Comparer cette valeur avec celle théoriquement attendue si l'on avait une solution saturée. Conclure.

Etape 2 : Extraction – mesure du coefficient de partage :

L'eau et l'huile de tournesol sont deux solvants non miscibles.

Dans une ampoule à décanter de 250 mL, introduire $V_{aq} = 20 \text{ mL}$ de solution aqueuse d'acide benzoïque (mesurés à la pipette jaugée) et $V_{org} = 25 \text{ mL}$ d'huile de tournesol (mesurés à l'éprouvette : cette verrerie est moins précise, mais elle est plus pratique à utiliser ici avec l'huile de tournesol; la perte de précision n'est quasiment pas visible sur la valeur de K calculée par la suite).

Agiter vigoureusement pendant 1 minute environ, en veillant à faire dégazer de temps en temps.

Cette agitation permet d'atteindre rapidement l'équilibre d'échange de l'acide benzoïque entre les deux phases, car on augmente alors la surface de contact entre ces deux phases de façon importante.

Si l'agitation n'est pas vigoureuse, et si elle ne dure pas une minute, le passage entre phases se fera mal, et les résultats seront faussés.

Laisser reposer (ou décanter). Séparer les deux phases dans deux béchers, en ayant bien pris soin de noter lequel contient la phase aqueuse, lequel contient la phase organique.

Etape 3 : Dosage de l'acide benzoïque restant dans la phase aqueuse.

Doser 10 mL de l'acide benzoïque restant dans la phase aqueuse avec une solution d'hydroxyde de sodium à $c' = 0,001 \text{ mol.L}^{-1}$ en présence de quelques gouttes de BBT.

Dosage de l'acide benzoïque restant dans la solution aqueuse après extraction à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium de concentration $C_1 = 0,001 \text{ mol.L}^{-1}$

Soit $V_{\text{eq2}} = \dots\dots\dots \text{ mL}$

5. Déterminer la concentration C'_{AH} après d'acide benzoïque contenu de la solution extraite d'acide benzoïque, en fonction de V_{eq2} .
6. Déterminer la valeur du coefficient de partage K . Conclure.
Proposer une nouvelle expérience (qui ne sera pas réalisée lors de cette séance) reposant sur l'extraction permettant d'améliorer la valeur de K .

Etape 4 : Mutualisation des résultats – estimation de la valeur numérique moyenne de K :

Mutualiser les résultats obtenus par chaque binôme.

Estimer la valeur moyenne de K et l'incertitude de type A, associée à la répétabilité des mesures. (ecart-type – incertitude type – incertitude)

Ecrire K sous la forme : $K = \bar{K}_{\text{exp}} \pm \hat{u}_K$

Rappels statistiques :

Coefficients de Student

N	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$t_{95\%}$	12,7	4,3	3,18	2,78	2,57	2,45	2,37	2,31	2,26
$t_{99\%}$	63,7	9,93	5,84	4,6	4,03	3,71	3,5	3,36	3,25

N	12	14	16	18	20	30	50	100	∞
$t_{95\%}$	2,2	2,16	2,13	2,11	2,09	2,04	2,01	1,98	1,96
$t_{99\%}$	3,11	3,01	2,95	2,9	2,86	2,76	2,68	2,63	2,57

Exprimer le résultat d'un mesurage dans le cas où l'on possède un échantillon de N mesures (x_1, \dots, x_N) du mesurande X (Estimations de type A)

1. Estimer la valeur du mesurande X
Le meilleur estimateur \hat{x} de la valeur vraie est la moyenne arithmétique \bar{x} de l'échantillon :
$$\hat{x} = \bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$$
2. Estimer l'écart-type σ_X
Le meilleur estimateur $\hat{\sigma}_X$ de l'écart-type est l'écart-type expérimental de l'échantillon s_X :
$$\hat{\sigma}_X = s_X = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}}$$
3. Estimer l'incertitude type u_X
Le meilleur estimateur \hat{u}_X de l'incertitude-type est l'écart-type expérimental de la moyenne $s_{\bar{x}}$:
$$\hat{u}_X = s_{\bar{x}} = \frac{s_X}{\sqrt{N}}$$
4. Choisir un facteur d'élargissement k
On prendra généralement $k = t_{N-1}^{95\%}$ ou $t_{N-1}^{99\%}$ est le coefficient de Student pour un niveau de confiance de 95% avec un échantillon de N mesures ($N - 1$ degrés de liberté).

Fiche d'autoévaluation

Compétence 1 : Réaliser

	Acquis	En cours d'acquisition	Non acquis
Manipuler dans une tenue appropriée			
Avoir un comportement adapté à une salle de TP de chimie			
Ordonner la paillasse et l'espace			
Manipuler proprement et rapidement			
Utiliser une ampoule à décanter			
Utiliser la verrerie adaptée à la précision souhaitée pour les mesures			
Conduire un dosage colorimétrique simple			

Compétence 2 : Analyser

	Acquis	En cours d'acquisition	Non acquis
Proposer une stratégie pour pouvoir accéder au coefficient de partage			
Proposer un protocole pour réaliser une extraction multiple			

Compétence 3 : Valider

	Acquis	En cours d'acquisition	Non acquis
Faire la différence entre une incertitude de type A ou B			
Comprendre l'intérêt de mutualiser les résultats de chaque binôme			
Ecrire une grandeur avec le bon nombre de chiffres significatifs, après avoir pris connaissance de l'incertitude type sur la grandeur			