

# Expérience # 5

## Détermination de l'acide benzoïque d'une boisson gazeuse

### 1. But

Le but de l'expérience consistera à extraire le benzoate de sodium sous la forme acide (acide benzoïque) par l'extraction multiple par solvant et par la purification par sublimation.

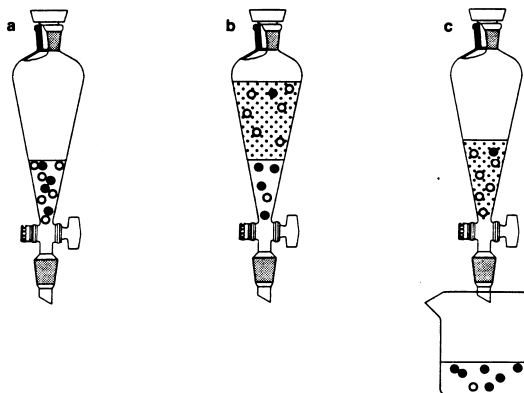
### 2. Théorie

#### 2.1 L'extraction par solvants

Le transfert d'un soluté d'un solvant à un autre solvant (**qui sont non miscibles entre eux**) est appelé : EXTRACTION.

Le soluté (ou substance à extraire) est extrait d'un solvant à un autre parce qu'il est plus soluble dans le second solvant (le solvant d'extraction).

Les deux solvants ne doivent pas être miscibles l'un dans l'autre. Ils doivent former deux phases distinctes (exemple : eau et huile). Le schéma suivant (figure 1) illustre sommairement le principe.



**Figure 1. Processus d'extraction par solvants**

#### **Explication du procédé d'extraction:**

- Les solutés A et B sont dissous dans l'eau.
- On ajoute un solvant (moins dense que l'eau) qui dissout beaucoup plus du soluté A que du soluté B: la phase aqueuse contient surtout B, tandis que le solvant entraîne surtout A.
- On sépare physiquement les phases en laissant la phase aqueuse s'écouler qui contient la plus grande partie du soluté B, laissant A en solution dans le solvant contenu dans l'ampoule.

Ce procédé est utilisé en chimie organique pour la purification, la séparation ou l'isolation d'une substance à partir d'un mélange de solides et/ou de liquides.

En industrie, ce procédé est utilisé notamment pour extraire la caféine du café. Le procédé utilisé fonctionne en continu ce qui implique un rendement plus important. L'exemple de la caféine constitue un exemple parmi tant d'autres car il existe plusieurs autres applications industrielles de cette technique.

Au laboratoire, on fait l'extraction manuelle à l'aide d'une ampoule à décantation en verre munie d'un robinet et d'un bouchon. On emploie des quantités moins grandes de mélange et de solvant. On brasse bien le tout en faisant sortir la pression de vapeur du solvant de temps à autre en ouvrant le robinet. Après l'agitation, on laisse reposer pour permettre une bonne séparation du composé et du solvant qui sont non-miscibles.

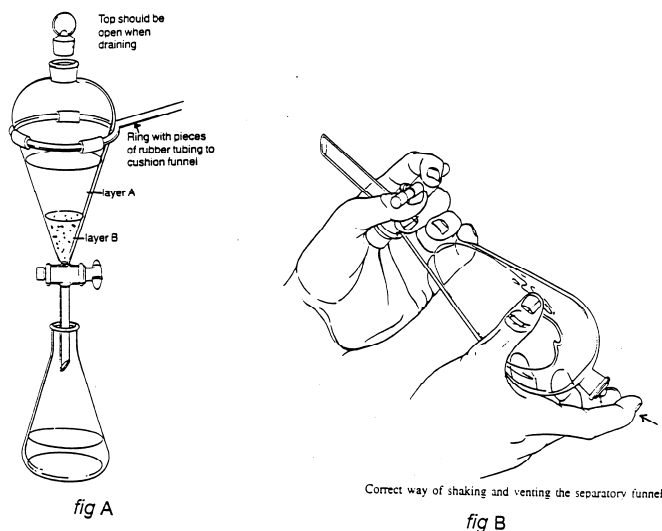
***Il existe deux types d'extractions manuelles:***

**1-Simple :** On utilise la quantité de solvant recommandée pour faire une seule extraction.

**2-Multiple :** Cette méthode consiste à diviser la quantité totale du solvant en 3 ou 4 portions et à faire 3 ou 4 extractions, qui seront ensuite combinées ensemble.

***NOTE :*** La quantité totale de solvant est la même pour l'extraction simple ou multiple.

La méthode d'utilisation de l'ampoule à extraction (décantation) est illustrée à la figure 2 qui suit.



**Figure 2. Utilisation correcte d'une ampoule à décantation**

\* Skoog, West et Holler, *Chimie analytique, 7<sup>ième</sup> édition*, De Boeck Université, Paris (1997). Pages 764-71.

## 2.2 La sublimation

La sublimation est une technique de purification semblable à la distillation. Elle consiste à vaporiser le solide à purifier (sans passer par l'état liquide) pour ensuite le cristalliser sur un ballon réfrigérant. Évidemment la technique est applicable aux solides qui peuvent encourir une phase de sublimation dans les conditions ambiantes du laboratoire. Le diagramme de phase suivant (fig. 3) illustre la transition par le segment inférieur au point triple (D). La transition passe de l'état solide (B) à l'état gazeux (E).

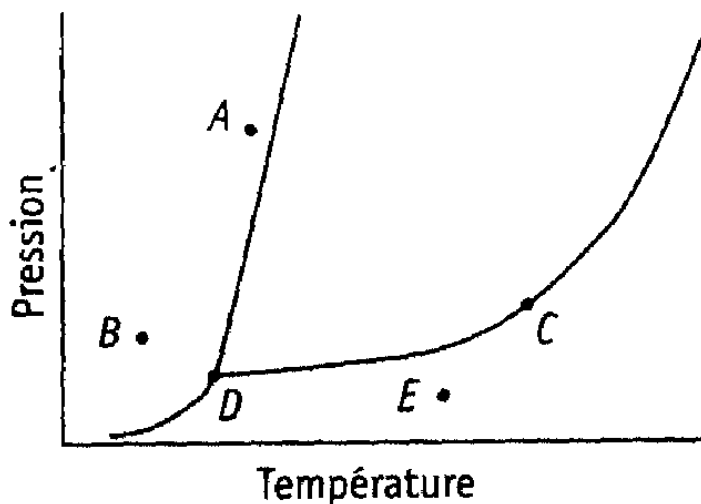


Figure 3. Exemple d'un diagramme de phase

Le montage que l'on utilise pour sublimer est représenté à la fig. 4.



à venir ...

Figure 4. Montage à sublimation sous pression atmosphérique

### **3. Mode opératoire**

1. Dégazez la boisson gazeuse avant de commencer l'extraction par solvants. Pour ce faire, vous pouvez simplement agiter la solution pendant plus d'une heure (avec une barre magnétique) ou la placer dans un bain à ultrasons pendant quelques minutes (jusqu'à la fin du dégagement gazeux).
2. Acidifiez exactement 180,0 mL de la solution en ajoutant 20 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc.. Soyez prudent. Refroidissez si nécessaire (L'éther s'évapore à une température très basse ~ 35°C).
3. Transférez le tout dans une ampoule à décantation de 250 mL et procédez à une première extraction avec 20-25 mL d'éthoxyéthane. Attention au dégagement gazeux; vous devez ouvrir la valve régulièrement dès le début de l'extraction. Assurez-vous que les vapeurs d'éther ne soient jamais en contact avec une source d'inflammation (le point d'éclair et la température d'autoignition ☺)
4. Versez la phase organique (laquelle???) dans un erlenmeyer de 125 mL propre et sec. S'il y a émulsion, laissez la avec la phase aqueuse (que vous extrairez une autre fois...).
5. Exécutez une seconde extraction de la phase aqueuse (et de l'émulsion???) avec une nouvelle portion d'éther diéthylique.
6. Répétez à partir de l'étape 4 encore une fois (transférez dans le même erlenmeyer). Nous voulons faire un total de trois extractions.
7. Asséchez la phase organique avec un agent asséchant.
8. Filtrez par gravité directement dans un ballon propre et sec de volume suffisant.
9. Évaporez le solvant sur l'évaporateur rotatif.
10. Transférez la totalité du solide dans un bécher haute forme.
11. Effectuez le montage à sublimation (fig. 4) sur votre table de travail (la ventilation de la hotte aspire le solide que l'on veut récupérer ☺). Le bécher doit être immergé dans le bain d'huile de façon à ce que le niveau d'huile soit aussi près que possible de la partie la plus large du ballon réfrigérant. Assurez-vous d'avoir à votre disposition des pinces à bécher et un gant de caoutchouc pour manipuler les objets chauds.
12. Chauffez pour sublimer complètement le solide.
13. Récupérez le solide sublimé dans un cupule préalablement pesé.
14. Pesez à nouveau et déterminez la température de fusion à l'aide de l'appareil automatique Metler.

### **4. Cahier de laboratoire**

1. Titre de l'expérience
2. But
3. Données et observations

## 5. Rapport de laboratoire

1. Page titre
2. Données, observations et résultats (4,0 pts)

Tableau 1: Extraction de l'acide benzoïque

Vol. de boisson : *** _____	mL
Vol. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> conc. utilisé	mL
Volume extraction (solvant : _____)	____ + ____ + ____ mL
Masse cupule vide	g
Masse cupule vide + acide benzoïque	g
Température de sublimation prévue	°C

### Observations:

Tableau 2: Teneur en benzoate de sodium de \_\_\_\_\_

Masse d'acide benzoïque extrait et purifié	g
Point de fusion prévu	°C
Point de fusion mesuré	°C
écart	
Masse de benzoate de sodium (calculée)	g
Teneur en benzoate de sodium de _____	% p/v
Teneur prévue (si possible)	% p/v

### Observations:

3. Calculs (2,5 pts)
- Calculez la masse de benzoate de sodium
  - Calculez la teneur en benzoate de sodium (% p/v). N'oubliez pas que vous avez ajouté de l'acide sulfurique...
4. Discussion (3,5 pts)
- Rappelez les principaux résultats.
  - Identifiez et commentez les sources d'erreurs. Si vous le pouvez, comparez à une valeur attendue et expliquez...
  - Comparez les deux types d'extraction.
  - Expliquez toutes vos observations.