

	APP	REA	VAL	COM	SECU

#### 14. Élimination du solvant de la phase organique /0,5

- L'évaporateur rotatif permet d'éliminer le solvant organique contenant le composé d'intérêt, par une distillation rapide et efficace du solvant, sans exposer les molécules synthétisées (parfois fragiles) à un chauffage important et prolongé. Le produit débarrassé de tout solvant est obtenu généralement sous forme d'une huile ou d'une poudre.
- L'évaporateur rotatif permet de régler les deux paramètres contrôlant l'ébullition : la température et la pression. Comme la température d'ébullition diminue lorsque la pression diminue, on peut éliminer un solvant sans avoir à atteindre des températures parfois très élevées.

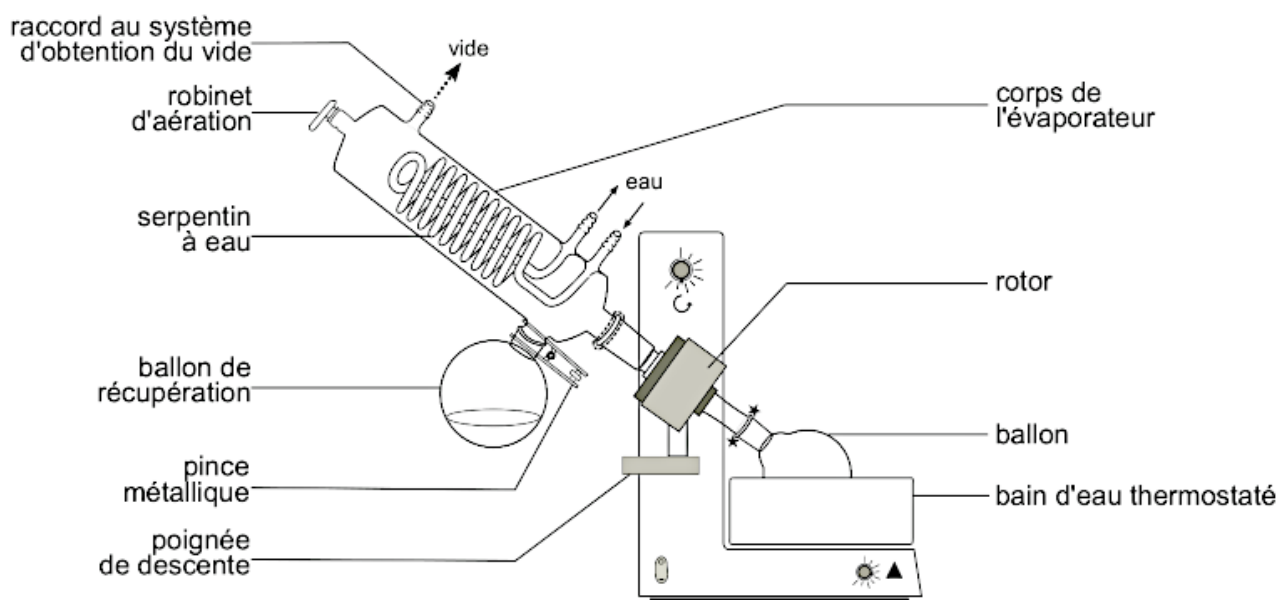


Schéma d'un évaporateur rotatif. ★ : clip de sécurité.

#### • Manipulation

Le solvant à éliminer est de l'éther diéthylique extrêmement volatil. Dans ce cas, une faible pression sans chauffage ou un chauffage à 40 °C sous pression atmosphérique, est suffisante pour permettre l'ébullition.

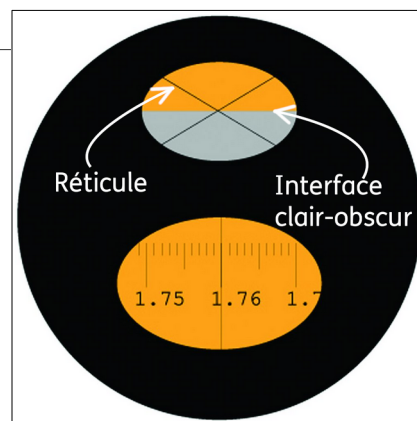
- ↳ Tarer le ballon vide (mesurer la masse) dans lequel vous allez effectuer l'élimination du solvant.
- ↳ Y transvaser votre phase organique.
- ↳ Relier le ballon contenant le mélange à l'évaporateur rotatif et le maintenir à l'aide d'un clip de sécurité. Mettre le dispositif en fonctionnement en diminuant progressivement la pression de travail jusqu'à observer l'ébullition du solvant.
- ↳ Lorsque l'ébullition stoppe, arrêter le dispositif et peser le ballon contenant l'alcool benzylique.
- ↳ Décrivez l'aspect (couleur ; turbidité) de l'alcool obtenu.
- ↳ Indiquez précisément la masse d'alcool benzylique obtenu.

## 15. Caractérisation du produit obtenu par réfractométrie /1

• La mesure d'un indice de réfraction permet d'identifier un liquide et de contrôler sa pureté. La présence d'impuretés modifie la valeur de l'indice de réfraction.

• Utilisation du réfractomètre d'Abbe

- ↳ Obtenir une image la plus nette possible du réticule
- ↳ Nettoyer les prismes avec un papier Joseph imbibé d'éthanol.
- ↳ Déposer à l'aide d'un compte-gouttes quelques gouttes du liquide à caractériser sur le prisme fixe et rabattre le prisme mobile.
- ↳ Amener l'interface clair-obscur au centre du réticule
- ↳ Diminuer les irisations pour obtenir une ligne de démarcation nette.
- ↳ Réajuster l'interface clair-obscur au centre du réticule.
- ↳ Lire la valeur de l'indice, à température ambiante, dans l'oculaire.



• Résultat

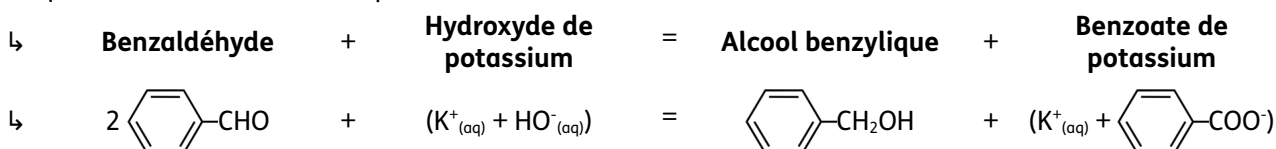
↳ Indiquer la valeur mesurée et la température ambiante en °C.

↳ Calculer la valeur de l'indice de réfraction à 20°C à l'aide de la formule suivante :  $n^{20} = n^t + 0,00045(t - 20)$ .

↳ Comparer votre résultat à la valeur tabulée suivante :  $n_D^{20}(\text{alcool benzylique}) = 1,539 - 1,541$ . Conclure.

## 16. Calcul du rendement de la synthèse de l'alcool benzylique /3

L'équation bilan de la réaction peut s'écrire :



• L'ion potassium  $\text{K}^+$  est-il un réactif de la transformation ? Pourquoi ? Écrire l'équation bilan de la synthèse sans faire apparaître l'ion potassium.

**Rappel : calcul d'une quantité de matière.** La relation entre la masse  $m$  (en g) d'un échantillon, la masse molaire  $M$  (en  $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ ) de l'espèce qu'il contient, et la quantité de matière  $n$  (en mol.) de cette espèce dans l'échantillon est :  $n = \frac{m}{M}$ .

• Les réactifs

↳ Calculer la quantité de benzaldéhyde  $n(\text{Benzaldéhyde})$  introduite au paragraphe 2, et dont la masse molaire est  $M(\text{Benzaldéhyde}) = 106,12 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ .

↳ Calculer la quantité de potasse  $n(\text{KOH})$  introduite aux paragraphes 1 et 2, et dont la masse molaire est  $M(\text{KOH}) = 56,1 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ .

↳ Comparer  $\frac{n(\text{Benzaldéhyde})}{2}$  et  $\frac{n(\text{KOH})}{1}$  pour en déduire le réactif limitant (en défaut)

• À l'aide l'équation bilan, expliquer pourquoi la quantité d'alcool benzylique obtenue est la moitié de la quantité de benzaldéhyde introduite.

↳ En déduire la quantité maximale  $n_{\text{max}}(\text{Alcool benzylique})$  d'alcool benzylique que l'on peut obtenir.

• Calculer la quantité  $n_{\text{obtenue}}(\text{Alcool benzylique})$  d'alcool benzylique réellement obtenue, à l'aide de la masse déterminée au paragraphe 14, et sachant que la masse molaire de cet alcool est  $M(\text{Alcool benzylique}) = 108,14 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ .

↳ En déduire le rendement de cette synthèse de l'alcool benzylique.