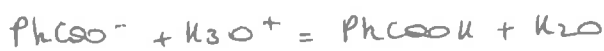


TP4 Cannizzaro = isolation de l'acide benzoïque (partie B)

Cornège

- 1) $\varphi_{aq} =$
- K^+, OH^- (car excess)
 - $PhCOO^-$
 - Na^+, Cl^- (dégazage)
 - éventuellement des impuretés



↳ Réactions exothermiques (dégage de la chaleur) d'où un ajout très lent pour éviter emballement / projections de cette solution très concentrée donc cornéenne.

- 3) On forme -COOH avec une grosse partie carbonnée hydrophobe et COOH hydrophile mais non ionique contrairement à $COO^- \Rightarrow$ l'équilibre de solubilité bascule jusqu'à précipitation puisqu'il n'y a plus les interactions ion-dipol.

- 4) $T_{fexp} = 119^\circ C \pm 2^\circ C < T_{ftab} = 122^\circ C \Rightarrow$ solide impur $\Rightarrow$ besoin d'une étape de recristallisation.

- 5) Recristallisation = étape de purification d'un solide = le solide est dissout à chaud au reflux dans un minimum de solvant (choisi tel que le produit soit soluble à chaud et insoluble à froid). Après retour à T_{amb} lentement, le produit pur cristallise et les impuretés libérées du solide restent solubles car en très faible quantité pour précipiter. Un essorage permet ensuite d'isoler le produit pur.

- 6) voir fiche technique.

- 7) - on peut plonger le ballon dans un bain de glace (abaisse la solubilité)
 - si état métastable = gratter le fond du ballon pour créer des points de nucléat (microfclats de verre)
Rq = si rien ne marche, trop de solvant a été ajouté = il faut en éliminer par évaporation rotative et recommencer

- 8) $T_{f \text{ exp}} = 125^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C} > T_{f \text{ tab}} = 122^{\circ}\text{C}$ $\Rightarrow$ le solide n'est pas sec = il reste des traces de solvant $\Rightarrow$ passage à l'étuve
 (incertitude type Banc Kofler 1°C).

- 9) Spectre A = Ph-C(=O)H : bande de vibration de $\text{C}=\text{O}$ vers 1700 cm^{-1} et rien au dessus de 3000 cm^{-1}

- Spectre B = Ph-C(=O)OH : bandes de vibration $\text{C}=\text{O}$ vers 1700 cm^{-1} et $\text{O}-\text{H}$ au dessus de 3000 cm^{-1}

- Spectre C = Ph-OH : bande de vibration $\text{O}-\text{H}$ au dessus de 3000 cm^{-1} et rien vers 1700 cm^{-1}

- 10) $\text{pH} \approx 1 \Rightarrow \text{pH} \ll \text{pK}_a \Rightarrow$ on fait apparaître majoritairement PhCOOH à partir de sa base PhCOO^- par ajout d'acide.

$$11) r = \frac{n_{\text{PhCOOH exp}}}{n_{\text{PhCOOH max théo}}} = \frac{m_{\text{PhCOOH exp}}}{M_{\text{PhCOOH}}} \times \frac{2}{n_{\text{PhCOOH ini}}} \quad \text{car } \frac{2\text{PhCOH}}{1\text{PhCOOH}}$$

$$m = 1,6\text{ g} \quad = \frac{1,6}{122,0} \times \frac{2}{30 \cdot 10^{-3}} = 0,87 \Rightarrow 87\%$$

(si $r > 100\%$ $\rightarrow$ solide pas sec = reste solvant donc à placer à l'étuve $\oplus$ longtemps)

$$12) r_{\text{recr}} = \frac{n_{\text{PhCOOH exp}}}{n_{\text{PhCOOH max théo}}} = \frac{m_{\text{PhCOOH exp}}}{m_{\text{PhCOOH ini}}} = \frac{0,65}{1,1} = 0,59 \Rightarrow 59\%$$

$$r_{\text{global}} = r \times r_{\text{recr}} = 0,87 \times 0,59 = 0,51 \Rightarrow 51\% \quad (\text{si } r > 100\% \rightarrow \text{coefficient global n'a plus de sens car faussé}).$$

- 13) $T_{f \text{ exp avant recr}} = 118^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C} < T_{f \text{ tab}} = 122^{\circ}\text{C} \Rightarrow$ à purifier.

$$T_{f \text{ exp après recr}} = 121^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C} \Rightarrow \text{OK avec } T_{f \text{ tab}} = 122^{\circ}\text{C} \Rightarrow \text{pur}$$