

Manipulation 282 : Séparation des composés dans un mélange

Matériel et produits :

- Toluène
- Acide benzoïque
- 1-chlorobutane
- Ether diéthylique
- Solution aqueuse saturée de NaHCO_3
- NaCl
- Acide chlorhydrique concentré
- Sulfate de magnésium anhydre
- Colonne de Vigreux

Protocole :

Dans un erlenmeyer de 100mL, ajouter :

- 2g d'acide benzoïque
- 10mL de 1-chlorobutane
- 10mL de toluène
- 30mL d'éther diéthylique

Extraire le mélange par 3x10mL d'une solution saturée de NaHCO_3

Rassembler dans 2 erlenmeyer les phases aqueuses et organiques

Traitement de la phase aqueuse :

Dissoudre 1g de NaCl dans la phase aqueuse.

Acidifier le milieu avec de l'acide chlorhydrique concentré jusqu'à $\text{pH} = 3$ (apparition d'un précipité)

Refroidir la solution puis essorer sur Büchner le solide.

Laver le précipité avec de l'eau glacée

Puis le mettre à sécher dans un récipient taré à l'étuve (60°C)

Caractérisation : IR, et T_{fus}

Purifier une partie du produit par sublimation

Traitement de la phase organique :

Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre puis évaporer le solvant sans chauffage. Arrêter quand il reste approximativement la moitié du mélange

Faire une distillation du mélange

$T_{\text{éb}}(\text{Et}_2\text{O}) = 34,5^\circ\text{C}$; $T_{\text{éb}}(1\text{-chlorobutane}) = 78,5^\circ\text{C}$; $T_{\text{éb}}(\text{toluène}) = 110,6^\circ\text{C}$

Faire un spectre IR des 2 composés et une mesure d'indice de réfraction

$n_D(\text{toluène}) = 1,4941$ et $n_D(1\text{-chlorobutane}) = 1,396$