

Synthèse de l'acide benzoïque

La verrerie utilisée sera rincée à l'eau distillée après la séance.
Nettoyer et ranger la paillasse à la fin du travail expérimental.
On devra détailler et justifier tous les calculs.

1- Objectifs

L'objectif de ce travail est de réaliser la synthèse de l'acide benzoïque qui est un additif alimentaire utilisé comme conservateur.

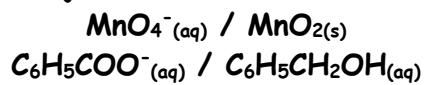
2- Données

2.1- Substances chimiques

Nom	Formule	Masse molaire M (g/mol)	Solubilité dans l'eau	Autres propriétés
Alcool benzylque	$C_6H_5-CH_2-OH$	108,2	Faible	Densité: 1,04
Permanganate de potassium	$KMnO_4$	158	63,8 g/L	
Benzaldéhyde	C_7H_6O	106,1	3,3 g/L	
Acide benzoïque	C_6H_5-COOH	122,1	1,5 g/L à 10°C 2,4g/L à 25°C 68 g/L à 95°C	$T_{fusion}=122,3^{\circ}C$
Dioxyde de manganèse	MnO_2	87	Insoluble	
Acide Chlorhydrique	HCl	36,5		
Carbonate de sodium anhydre	Na_2CO_3			
Eau salée				Densité: 1,3

2.2- Couples oxydant / réducteurs

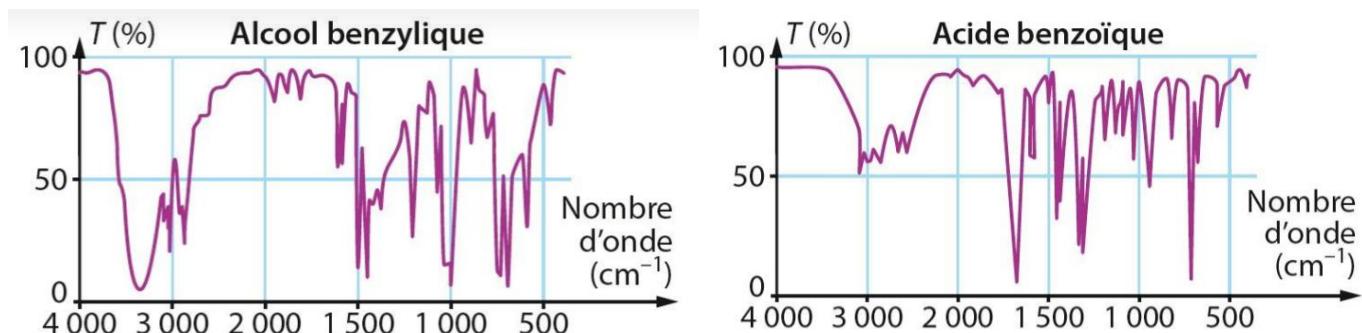
Les couples oxydant / réducteur mis en jeu sont les suivants:



- Ecrire les deux demi-équations sachant que l'on travaille en milieu basique.
- En déduire l'équation de la réaction entre l'alcool benzylque $C_6H_5CH_2OH_{\text{(aq)}}$ et les ions permanganate $MnO_4^{-\text{(aq)}}$.

2.3- Spectres infrarouge

Les spectres infrarouges de l'alcool benzylique et de l'acide benzoïque sont donnés ci-dessous.



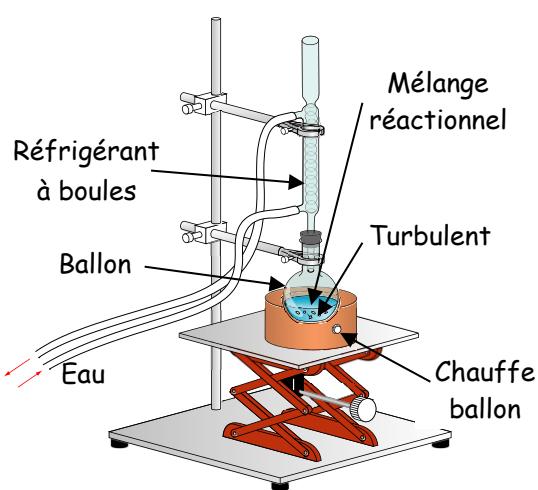
Liaison	Groupe d'atomes caractéristique	Fonction ou famille	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Intensité
O – H (libre)	Hydroxyle C-OH	Alcool	3 580 – 3 670	Forte
O – H (liée par liaison H)	Hydroxyle C-OH	Alcool	3 200 – 3 400	Forte
	Carboxyle -COOH	Acide carboxylique	3 200 – 3 400	Forte
N – H	C – NH –	Amine, amide	3 100 – 3 500	Moyenne
C – H	Cycle benzénique - C ₆ H ₅	Composés aromatiques	3 030 – 3 080	Moyenne
		Alcane	2 810 – 3 000	Forte
C = O		Alcène	3 000 – 3 100	Moyenne
	Carbonyle	Aldéhyde, cétone	1 650 – 1 730	Forte
	Carboxyle	Acide	1 680 – 1 710	Forte
	CO-O-C	Ester	1 700 – 1 740	Forte
C = C	CO-N	Amide	1 650 – 1 700	Forte
		Alcène	1 625 – 1 680	Moyenne
C – O		Alcool, acide, ester	1 050 – 1 450	Forte
C – C		Alcane	1 000 – 1 250	Forte
C – Cl		Chloroalcane	700 – 800	Forte
C – Br		Bromoalcane	600 – 750	Forte
C – I		Iodoalcane	500 – 600	Forte

- A l'aide de la table de donnée infrarouge ci-dessus, interpréter ces deux spectres.

3- Protocole expérimental

3.1- Chauffage à reflux

- On utilise le montage schématisé ci contre.
- Mettre dans un ballon 2,0 g de carbonate de sodium et 4,5 g de permanganate de potassium. Verser 2,0 mL d'alcool benzylique et ajouter environ 100 mL d'eau.
- Placer un turbulent
- Installer le réfrigérant au-dessus du ballon.
- Mettre en route la circulation d'eau.
- Mettre en route le chauffe-ballon au maximum pendant 5 minutes jusqu'à ébullition puis baisser le chauffage à moitié pendant 30 minutes environ.
- Au bout de ce temps, arrêter le chauffe ballon.
- Descendre ensuite le chauffe ballon pour que le ballon refroidisse plus vite.
- Au bout de quelques minutes, couper l'eau du réfrigérant.
- Enlever le ballon et le placer sous un courant d'eau froide.



3.2- Filtration

- Filtrer simplement le mélange réactionnel.
- Pour diminuer les pertes, rincer le ballon avec 40 mL de soude à $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$.
- Récupérer le filtrat dans un erlenmeyer.

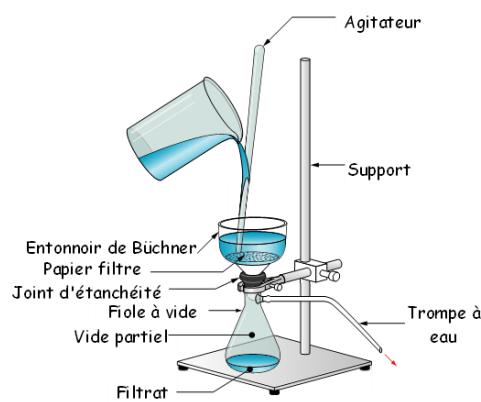
3.2- Cristallisation

En milieu acide, les ions benzoate se transforment en acide benzoïque.

- Afin de faciliter la récupération des cristaux, verser le filtrat dans un bécher.
- Placer ce bécher dans un cristallisoir rempli d'un mélange réfrigérant (1/3 de sel et 2/3 de glaçons).
- Ajouter lentement et avec précaution environ 30 mL d'une solution concentrée d'acide chlorhydrique 2 mol/L jusqu'à ce qu'il ne se forme plus de nouveaux cristaux.

3.4- Filtration et récupération des cristaux d'acide benzoïque

- Mesurer la masse m_{petri} d'une boîte de pétri avec le filtre pour Buchner.
- Filtrer sur Büchner le mélange refroidi et rincer les cristaux obtenus à l'eau distillée glacée.
- Si le filtrat n'est pas limpide, rajouter quelques gouttes d'éthanol.
- En procédant délicatement, recueillir sans perte le filtre avec les cristaux dans la boîte de Pétri.
- Placer la boîte de pétri dans l'étuve du laboratoire jusqu'à ce que les cristaux soient parfaitement secs.
- Mesurer la masse m_{cristaux} de la boîte de pétri avec les cristaux.
- En déduire la masse m_{acide} de cristaux d'acide benzoïque formé.



4- Exploitation

- Quel est l'intérêt d'un montage de chauffage à reflux?
- Pourquoi est-il nécessaire de placer le chauffe-ballon sur un support élévateur?
- Quel est le rôle du réfrigérant à reflux ?
- Citer les noms des deux réactifs de la transformation chimique.
- Déterminer la quantité de matière des deux réactifs à l'état initial.
- Dresser le tableau d'avancement de la réaction chimique et déterminer l'état final du système sachant que l'eau est en excès.
- L'évolution de la coloration du mélange réactionnel est-elle cohérente?
- Donner l'état physique de l'oxyde Manganèse à la fin de la réaction, comment peut-on le séparer des autres produits ?
- Calculer la quantité de matière d'acide benzoïque $n_{\text{théo}}$ puis la masse $m_{\text{théo}}$ que l'on aurait pu obtenir au maximum (sachant que l'on considère l'acide chlorhydrique en excès et la réaction totale).
- Calculer le rendement ρ de cette synthèse.

- Comment savoir si le produit est sec ?
- Conclure.

5- Aller plus loin

5.1- Recristallisation

La recristallisation permet de purifier un solide.

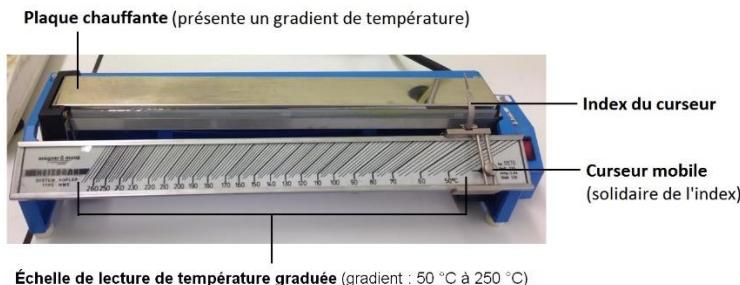
La pureté du solide est suivie par la mesure de son point de fusion au banc Köfler ou par une chromatographie sur couche mince (CCM).

Une recristallisation consiste à solubiliser à chaud (la solubilité d'un solide augmente généralement avec la température) un composé solide impur dans un minimum de solvant dans lequel le solide pur est insoluble à froid. En refroidissant, le solide cristallise, débarrassé d'une grande partie de ses impuretés qui restent en solution. Un essorage final permet enfin d'éliminer le solvant et d'isoler le produit purifié.

- Placer votre les cristaux d'acide benzoïque obtenus précédemment dans un erlenmeyer.
- Mettre de l'eau froide jusqu'à recouvrir les cristaux.
- Placer l'erlenmeyer dans un bain marie, puis verser doucement et modérément de l'eau jusqu'à la dissolution totale des cristaux.
- Quand tous les cristaux sont dissous, arrêter le chauffage.
- Refroidir l'erlenmeyer dans un mélange réfrigérant et agiter jusqu'à ce qu'il ne se forme plus de nouveaux cristaux.
- Mesurer la masse m_{petri} d'une boîte de pétri avec le filtre pour Buchner.
- Filtrer sur Büchner et rincer les cristaux obtenus à l'eau distillée glacée.
- En procédant délicatement, recueillir sans perte le filtre avec les cristaux dans la boîte de Pétri.
- Placer la boîte de pétri dans l'étuve du laboratoire jusqu'à ce que les cristaux soient parfaitement secs.
- Mesurer la masse m_{cristaux} de la boîte de pétri avec les cristaux.
- En déduire la masse m_{acide} de cristaux d'acide benzoïque formé.

5.2- Identification et pureté par le point de fusion

- Déposer sur la partie froide du banc une pointe de spatule du solide inconnu.
-



- Faire glisser à l'aide de la micro spatule, les cristaux vers la température les plus élevées (à gauche) jusqu'à observer sa fusion partielle.
- Glisser le chariot jusqu'à ce que le curseur indique la frontière entre le liquide et le solide.
- Lire la température indiquée par l'index mobile. La précision est de l'ordre de 1 °C.

- Nettoyer le banc à l'aide d'un coton imbibé d'éthanol.
- Comparer la température de fusion des cristaux d'acide benzoïque obtenus avec la valeur connue.

5.3- Identification et pureté par le CCM

- Mettre de l'acétone dans un tube à hémolyse.
- Dissoudre dans ce tube une petite spatule d'acide benzoïque obtenue précédent.
- Dissoudre dans ce tube une petite spatule d'acide benzoïque du commerce.
- Utiliser la cuve préparée sous la hotte (40% d'acétone pour 60% de cyclohexane).
- Sur la plaque à CCM, déposer dans l'ordre:
 - La solution de référence d'acide benzoïque AB.
 - La solution de référence de benzaldéhyde B.
 - La solution que vous avez obtenue S.
- Placer la plaque dans la cuve à CCM préparée sous la hotte.
- Noter la hauteur de l'éluant.
- Révéler la CCM grâce à la lampe UV.
- Analyser et interpréter la CCM.

• 5.4- Conclusion

- A la suite de l'identification des cristaux obtenus discuter de la pureté de ceux-ci.

