


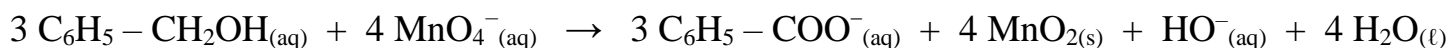
Noms :		Prénoms :	Classe :
Première Spécialité TP	Thème : Constitution et transformations de la matière Chapitre 10 : Synthèse des composés organiques		
	La synthèse de l'acide benzoïque		

I Principe de la synthèse

L'acide benzoïque de formule chimique $C_6H_5 - COOH$ est un conservateur alimentaire et figure dans de nombreuses boissons. Il est antibactérien et antioxydant. Son code européen est le E210.

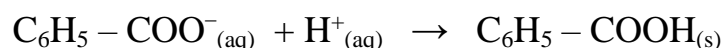
On souhaite **synthétiser cet acide benzoïque**. Cette synthèse se fait par oxydation de l'**alcool benzylique**, de formule $C_6H_5 - CH_2OH$ par un oxydant puissant : l'**ion permanganate** de formule MnO_4^- .

- Dans une première étape, on réalise l'oxydation de l'alcool benzylique en milieu basique. Cette réaction est lente, un chauffage est nécessaire (chauffage à reflux). La réaction de synthèse est la suivante :



En milieu basique, l'acide benzoïque est alors obtenu sous sa forme basique, à savoir l'ion benzoate de formule $C_6H_5 - COO^-$. Les ions permanganate en milieu basique sont réduits en dioxyde de manganèse, solide marron de formule MnO_2 .

- Dans un deuxième temps, on procède à la cristallisation de l'acide benzoïque par acidification du milieu réactionnel. En milieu acide, l'ion benzoate se transforme en acide benzoïque suivant la réaction :



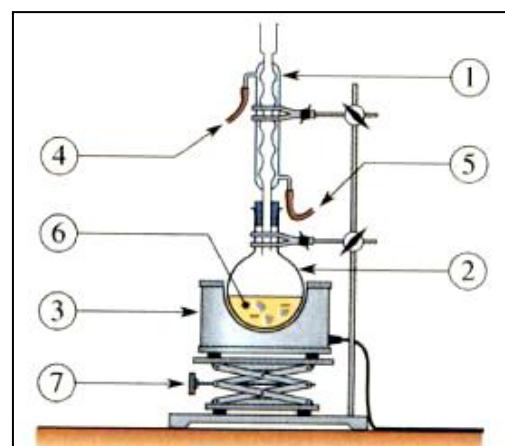
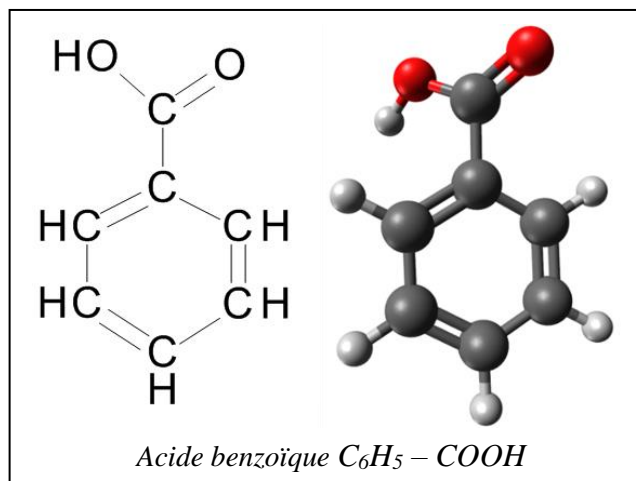
Données :

- Masses molaires :
 - Permanganate de potassium $KMnO_4$: $M = 158,0 \text{ g.mol}^{-1}$
 - Alcool benzylique $C_6H_5 - CH_2OH$: $M = 108,0 \text{ g.mol}^{-1}$
 - Acide benzoïque $C_6H_5 - COOH$: $M = 122,0 \text{ g.mol}^{-1}$
- Masse volumique de l'alcool benzylique : $\rho = 1,04 \text{ g.mL}^{-1}$
- Solubilité : masse maximale de soluté que l'on peut dissoudre dans un litre de solution.
 - Solubilité de l'ion benzoate dans l'eau : 630 g.L^{-1} à $20^\circ C$
 - Solubilité de l'acide benzoïque dans l'eau :

$1,7 \text{ g.L}^{-1}$ à $0^\circ C$	$2,9 \text{ g.L}^{-1}$ à $20^\circ C$	68 g.L^{-1} à $95^\circ C$
--------------------------------------	---------------------------------------	--------------------------------------

II Synthèse de l'acide benzoïque

- Mettre des gants et des lunettes de protection. Fermer la blouse.
- Retirer le ballon à fond rond du montage et le poser sur le valet en liège sur la paillasse.



- Introduire dans le ballon à fond rond :
 - 2,0 g de carbonate de sodium (il rend le milieu basique)
 - 100 mL d'eau distillée
 - 4,5 g de permanganate de potassium
 - 2,5 mL d'alcool benzylique, situé sous la hotte au fond de la salle
 - Quelques grains de pierre ponce (elle sert à réguler l'ébullition. Les bulles de gaz seront plus petites)
- Placer le ballon dans le chauffe-ballon et remonter le support élévateur pour replacer le ballon sur le réfrigérant à boules avec la pince.
- Mettre en route la circulation d'eau dans le réfrigérant à boules.
- Mettre en route le chauffage. Régler le thermostat au 2/3 environ du maximum et, **dès que l'ébullition démarre**, baisser le thermostat au minimum.
- Laisser la réaction se dérouler pendant 30 minutes environ. Pendant ce temps, répondre aux questions.

- 1) Recopier les numéros du schéma du chauffage à reflux et y adjoindre l'annotation correspondante.
- 2) A quoi sert la pierre ponce ?
- 3) A quoi sert le réfrigérant à boules ?
- 4) Quel est l'intérêt du montage à reflux ?
- 5) Calculer la quantité de matière d'ions permanganate introduite.
- 6) Calculer la masse d'alcool benzylique introduite, puis sa quantité de matière.
- 7) Compléter le tableau d'avancement ci-dessous.
- 8) En déduire le réactif limitant de la réaction.
- 9) Calculer la quantité de matière théorique d'ions benzoate que l'on peut obtenir.

Equation de la réaction		$3 \text{C}_6\text{H}_5 - \text{CH}_2\text{OH}_{(\text{aq})} + 4 \text{MnO}_4^-_{(\text{aq})} \rightarrow 3 \text{C}_6\text{H}_5 - \text{COO}^-_{(\text{aq})} + 4 \text{MnO}_{2(\text{s})} + \text{HO}^-_{(\text{aq})} + 4 \text{H}_2\text{O}_{(\text{l})}$					
Etat du système	Avancement (en mol)	Quantité de matière (en mol)					
Etat initial	$x = 0$					Excès	Solvant
En cours	x					Excès	Solvant
Etat final	x_{max}					Excès	Solvant

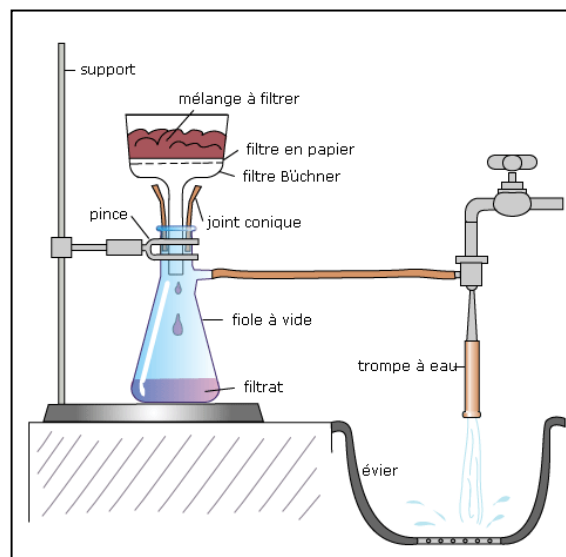
- **A la fin des 30 minutes**, arrêter le chauffage et descendre le support élévateur. Laisser refroidir le ballon quelques minutes à l'air libre (avec encore la circulation d'eau dans le réfrigérant).
- Arrêter la circulation d'eau froide dans le réfrigérant.
- Avec le gant anti-chaaleur, prendre délicatement le ballon et faire refroidir **l'extérieur** du ballon sous l'eau du robinet.

III Extraction de l'acide benzoïque

Il s'agit d'éliminer le précipité marron de dioxyde de manganèse par une filtration sous vide, puis de transformer l'ion benzoate en acide benzoïque.

A) Elimination du dioxyde de manganèse

- Placer un papier filtre rond dans l'entonnoir Büchner.
- Verser un peu d'eau distillée sur le papier filtre rond pour l'humidifier de **manière homogène**. Il va ainsi « coller » à l'entonnoir.
- Ouvrir le robinet d'eau relié à la fiole à vide.



La trompe à eau, par son appel d'air, crée une dépression dans la fiole. Le mélange à filtrer est alors aspiré au travers du papier filtre.

- Verser en plusieurs fois le contenu du ballon dans l'entonnoir Büchner.

Pendant la filtration, appuyer doucement sur l'entonnoir avec la paume de la main, de façon à bien plaquer l'entonnoir et le joint contre la fiole, pour assurer une bonne étanchéité.

- Quand la filtration est terminée, fermer le robinet relié à la fiole.
- Si le filtrat est à peu près incolore (peu probable), passer à l'étape suivante.
Si le filtrat est marron, du dioxyde de manganèse est passé sur les côtés du filtre. Il faut procéder à une deuxième filtration. Pour cela :
 - Retirer le filtre rempli de dioxyde de manganèse avec la spatule et le mettre à la poubelle.
 - Récupérer le filtrat dans un erlenmeyer.
 - Remettre un filtre rond dans l'entonnoir, l'humidifier si nécessaire et recommencer la filtration.
- Récupérer le filtrat incolore dans un erlenmeyer. Ce filtrat contient **les ions benzoate** synthétisés.

B) Transformation de l'ion benzoate et acide benzoïque

- Remplir à moitié la bassine d'eau du robinet et y ajouter quelques glaçons (au fond de la salle, dans la boîte en polystyrène).
- Placer l'erlenmeyer avec le filtrat dans la bassine d'eau glacée.
- Ajouter dans l'erlenmeyer, **très doucement et par petites quantités**, environ 40 mL d'acide chlorhydrique concentré. Un précipité blanc d'acide benzoïque se forme progressivement.

10) Pourquoi acidifie-t-on le filtrat obtenu à l'étape précédente ?

11) Pourquoi place-t-on l'erlenmeyer dans une bassine contenant de l'eau glacée lors de la formation de l'acide benzoïque ?

- Réaliser une filtration sous vide du mélange pour récupérer l'acide benzoïque solide.
- Bien rincer l'acide benzoïque présent dans le filtre à l'eau distillée.
- Récupérer soigneusement avec la spatule l'acide benzoïque et le poser au milieu d'une feuille de sopalin. Presser avec une autre feuille la poudre pour absorber le maximum d'eau.
- Recommencer avec une nouvelle feuille de sopalin pour bien sécher la poudre.
- Peser la boîte de Pétri en verre (avec son couvercle) et appuyer sur la touche tare de la balance.
- Mettre l'acide benzoïque dans la boîte de Pétri et le peser.

12) Noter la masse d'acide benzoïque obtenu expérimentalement.

13) Calculer la quantité de matière d'acide benzoïque obtenu expérimentalement, notée n_{exp} .

D'après l'équation de formation de l'acide benzoïque, on constate qu'une mole d'ion benzoate forme également une mole d'acide benzoïque.

14) En utilisant le résultat de la question 9, en déduire la quantité de matière théorique d'acide benzoïque que l'on peut obtenir, notée n_{th} .

Le rendement d'une synthèse est une mesure de son efficacité. Il se note η (lettre grecque êta).

Il est égal au rapport de la quantité de matière de produit pur obtenu expérimentalement (noté n_{exp}) sur la quantité de matière maximale théorique de produit (noté n_{th}).

C'est un nombre sans unité, compris entre 0 et 1. On peut également l'exprimer en pourcentage.

$$\eta = \frac{n_{exp}}{n_{th}}$$

15) Calculer le rendement η de la synthèse effectuée.

- Ranger le matériel et rincer l'ensemble de la verrerie.