

C18 – TP : Synthèse de l'acide benzoïque

OBJECTIF DU TP :

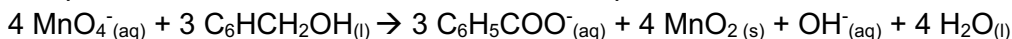
- Réaliser la synthèse organique de l'acide benzoïque

L'acide benzoïque, présent à l'état naturel dans certaines plantes, est très utilisé comme conservateur alimentaire sous le nom E210.

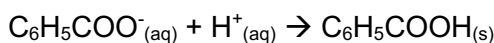
Les deux étapes de la synthèse

1) La préparation de l'acide benzoïque met d'abord en jeu l'oxydation de l'alcool benzylique par l'ion permanganate en présence de carbonate de sodium (qui rend le milieu basique).

Elle produit l'ion benzoate $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$ selon l'équation :



2) L'acide benzoïque est ensuite précipité par acidification du milieu réactionnel. En milieu acide, l'ion benzoate se transforme en acide benzoïque selon l'équation :



Données physico-chimiques

- Les réactifs de la synthèse de l'acide benzoïque sont l'alcool benzylique et l'ion permanganate.

	Alcool benzylique $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH}$	Permanganate de potassium KMnO_4	Carbonate de sodium Na_2CO_3	Acide benzoïque $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$	Dioxyde de manganèse MnO_2	Acide chlorhydrique
Masse molaire (en $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$)	108	158		122		
Solubilité dans l'eau	Totale	Totale MnO_4^- y est violet.	Très grande	$2,4 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ à 20°C et $68 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ à 95°C	Nulle (solide marron)	Totale
Pictogrammes de danger		 		 		

- Masse volumique de l'alcool benzylique : $\rho = 1,04 \text{ kg}\cdot\text{L}^{-1}$

I- Travail préparatoire à faire à la maison

1) L'équation de la réaction :

- Écrire les demi-équations électroniques des couples $\text{MnO}_4^- (\text{aq}) / \text{MnO}_2 (\text{s})$ et $\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2^- (\text{aq}) / \text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH}$ **en milieu basique**
(Rappel : On équilibre alors les atomes de H par les ions OH^-).
- Retrouver l'équation de la réaction de la première étape de la synthèse.

2) Les précautions à prendre pour la manipulation :

À partir des étapes de la synthèse et des données physico-chimiques des espèces mises en jeu, indiquer les précautions opératoires à prendre lors de cette synthèse.

3) Quelle quantité d'acide benzoïque synthétisé ?

On introduit 2,5 mL d'alcool benzylique et 4,5 g de permanganate de potassium.

- Calculer les quantités de matière initiale n_1 d'alcool benzylique et n_2 de permanganate de potassium.
- Dresser le tableau d'avancement.

c. Déterminer la valeur de l'avancement maximal $x_{\max}$

4) Deux techniques expérimentales

- Le montage à reflux : regarder attentivement la vidéo en cliquant sur le lien suivant : <https://www.youtube.com/watch?v=v7s3V8OjZAI>
- La filtration sur Büchner : regarder attentivement la vidéo en cliquant sur le lien suivant : <https://www.youtube.com/watch?v=C5V2IP4Rhgc>

II- Étape 1 : La production de l'ion benzoate

- Dans un ballon de 250 mL, introduire dans l'ordre :
 - o 2,5 mL d'alcool benzylique
 - o 100 mL d'eau distillée
 - o 4,5 g de permanganate de potassium
 - o 2,0 g de carbonate de sodium
 - o L'agitateur magnétique
- Chauffer le mélange à reflux en surveillant que l'ébullition reste régulière et douce pendant 30 minutes (Mettre une alarme pour 30 minutes)

Pendant ce temps, répondre aux questions ci-dessous.

- 1) Faire un schéma légendé du montage à reflux en plaçant les mots : support élévateur / réfrigérant à boules / entrée d'eau / sortie d'eau / ballon / chauffe ballon / mélange réactionnel.
- 2) Quels sont les 3 avantages du montage à reflux ? (Les réponses sont dans la vidéo regardée à la maison).
- 3) Que faire en cas d'emballement du mélange réactionnel ?
- 4) À partir de la valeur de l'avancement maximal : $x_{\max} = 0,007$ mol et des données physico-chimiques, en déduire la masse maximale d'acide benzoïque espérée.
- 5) Récupération de l'ion benzoate :
 - a. En analysant l'équation de la transformation de l'étape 1 : où se trouve le produit d'intérêt à l'issue de cette étape : Sous forme solide / dans la solution ?
 - b. À l'issue de la filtration du contenu du ballon, qu'est-ce qu'il sera important de récupérer ?
 - c. D'après la vidéo regardée à la maison, indiquer quel est l'intérêt de la filtration Büchner.
- Lorsque l'alarme sonne, éteindre le chauffage, baisser le chauffe-ballon à l'aide du support élévateur et laisser refroidir le ballon à l'air libre 5 minutes.

Attention ! Il faut avoir répondu à la question 5 en entier avant de passer à la suite de l'expérience

- Réaliser une filtration sur Büchner du contenu du ballon et récupérer **le filtrat** dans un erlenmeyer.

III- Étape 2 : L'extraction de l'acide benzoïque

- Ajouter dans l'erenmeyer très progressivement 40 mL d'acide chlorhydrique concentré. **(Attention : Port de lunettes et de gants obligatoires !)**
 - Placer l'erenmeyer dans un bain d'eau glacée jusqu'à précipitation complète de l'acide benzoïque.
 - Filtrer le mélange de l'étape précédente sur filtre büchner puis rincer le solide avec quelques millilitres d'eau glacée.
 - Tarer une coupelle, récupérer les cristaux dedans et les peser.
- 1) En s'aidant des deux étapes de la synthèse, indiquer pourquoi on acidifie le filtrat.
 - 2) En s'aidant des données physico-chimiques, expliquer pour on place l'erenmeyer dans un bain d'eau glacée.
 - 3) Le rendement d'une synthèse est : $\eta = \frac{m_{exp}}{m_{th}}$ avec m_{exp} la masse expérimentale obtenue par la synthèse et m_{th} la masse théoriquement obtenue.
Calculer le rendement de cette synthèse.
 - 4) Commenter la valeur obtenue.

IV- Étape 3 : La purification de l'acide benzoïque (si le temps)

- Introduire l'acide benzoïque obtenu dans un erlenmeyer avec 20 mL d'eau distillée.
 - Surmonter l'erenmeyer d'un réfrigérant à air, chauffer jusqu'à ébullition et dissolution totale du solide en agitant à l'aide d'un agitateur magnétique chauffant.
 - Laisser refroidir à température ambiante puis dans un bain d'eau glacée.
 - Filtrer sur Büchner.
 - Peser la nouvelle masse d'acide benzoïque obtenue.
- 1) La recristallisation permet de purifier le produit obtenu : lors du refroidissement, seule l'espèce voulue précipite. Indiquer alors si les impuretés sont plus ou moins solubles dans l'eau que l'acide benzoïque.
 - 2) Comparer les deux masses d'acide benzoïque avant et après recristallisation. Quel est alors l'effet de la purification sur le rendement de la synthèse ? Sur l'aspect des cristaux ?

V- Étape 4 : L'analyse du produit obtenu

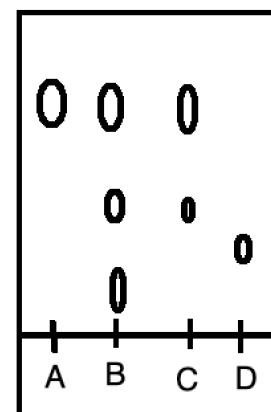
On a réalisé une chromatographie sur couche mince au préalable.

Les dépôts sont :

- A : acide benzoïque commercial
- B : acide benzoïque avant recristallisation
- C : acide benzoïque après recristallisation
- D : alcool benzylique

On obtient le chromatogramme ci-contre.

- 1) A-t-on bien synthétisé de l'acide benzoïque au cours de ce TP ? Justifier.
- 2) Justifier le rôle de la recristallisation dans le protocole de synthèse.



À la fin de la séance, reprendre la grille d'auto-évaluation du début du chapitre pour la remplir.