

SYNTHÈSE DE L'ACIDE BENZOÏQUE

L'acide benzoïque, de formule C_6H_5-COOH , est un conservateur alimentaire (E 210). Il est utilisé dans les boissons gazeuses rafraîchissantes sans alcool. C'est un solide blanc qui fond à $122^\circ C$. Il est peu soluble dans l'eau (à $25^\circ C$: $2,4g/L$, sa solubilité diminue avec la température). Sa base conjuguée, l'ion benzoate, est très soluble dans l'eau. Sa masse molaire est $122g/mol$

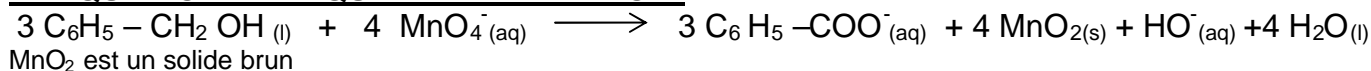
I- OBJECTIF

Synthétiser l'acide benzoïque par oxydation de l'alcool benzylique à l'aide de l'ion permanganate en milieu basique.

II- MATERIEL ET REACTIFS:

un ballon bicol de 250 mL un réfrigérant à boules un chauffe-ballon un élévateur fiole à vide et Büchner matériel pour chromatographie éprouvette graduée un valet une ampoule de coulée alcool benzylique soude permanganate de potassium $0,25\text{ mol/L}$ acide chlorhydrique 2 mol/L éluant : 2/3 cyclohexane 1/3 propanone éther diéthylique

III- EQUATION CHIMIQUE DE LA REACTION:



Données -masse volumique de l'alcool benzylique: $1,04\text{ g/mL}$ masse molaire 108 g/mol
- solubilité de l'acide benzoïque dans l'eau : $1,5\text{ g/L}$ à $10^\circ C$ $2,4\text{ g/L}$ à $25^\circ C$ 68 g/L à $95^\circ C$
-masse molaire de l'acide benzoïque : 122 g/mol $pK_{A1} (C_6H_5-COOH / C_6H_5-COO^-) = 4,20$; $pK_{A2} (H_3O^+ / H_2O) = 0,0$

IV- PROTOCOLE EXPERIMENTAL:

1- Synthèse du benzoate de sodium: Introduire dans le ballon:

- 2 mL d'alcool benzylique 20 ml de soude 2 mol/L quelques grains de pierre ponce

Introduire dans l'ampoule de coulée :- 120 mL de permanganate de potassium de concentration $0,25\text{ mol/L}$

Adapter le réfrigérant à boules. Laisse parvenir l'alcool benzylique à ébullition douce puis verser au goutte à goutte le contenu de l'ampoule. Maintenir ensuite une ébullition douce et régulière pendant 20 minutes environ

Eteindre le chauffage puis descendre le support élévateur Refroidir le mélange réactionnel à l'air. Ajouter quelques mL d'éthanol par l'ampoule de coulée pour réduire les ions permanganate en excès. Puis refroidir le mélange réactionnel sous l'eau froide

2- Elimination de dioxyde de manganèse puis acidification

Filtrer sous vide le mélange obtenu. Jeter le solide marron obtenu.

Récupérer le filtrat dans un becher et ajouter lentement (sous la hotte) environ 10 mL d'acide chlorhydrique concentré. L'acide benzoïque précipite.

3- Extraction de l'acide benzoïque

Refroidir le becher dans l'eau glacée, filtrer sous vide. Laver à l'eau froide et essorer.

Récupérer les cristaux blancs obtenus dans une coupelle

4- Purification de l'acide benzoïque par recristallisation: (Penser à préparer l'éluant)

Dans un erlenmeyer de 100 mL, introduire les cristaux obtenus et ajouter environ 20 mL d'eau distillée. Porter à ébullition le contenu jusqu'à dissolution

Filtrer à chaud la solution sur Büchner, récupérer le filtrat, le refroidir dans un cristalliseur contenant un mélange eau-glace. L'acide benzoïque précipite. Filtrer la solution sur Büchner, laver à l'eau glacée, essorer.

Placer le solide récupéré dans une coupelle préalablement tarée. Sécher doucement sur plaque chauffante et déterminer la masse des cristaux.

5- Contrôle de pureté

Réaliser une CCM pour identifier l'acide benzoïque et d'éventuelles impuretés.

Réaliser 4 dépôts à partir de solutions dans l'éther de: produit préparé S_1 ; alcool benzylique S_2 ; acide benzoïque S_3 ; benzaldéhyde S_4 .

Révéler la plaque aux UV entourer les taches.

Remarque : Une autre méthode pour vérifier la pureté du produit obtenu consiste à prendre le point de fusion de ce produit à l'aide d'un banc Köfler

V- QUESTIONS:

1- Montage

a- Quel est le nom du montage réalisé ? Justifier ce nom.

b- Légender le schéma du montage.

c- Quel est le rôle de la pierre-ponce ?

2- L'oxydation de l'alcool:

a- Pourquoi l'oxydant doit-il être en excès ?

b- Calculer la quantité de matière initiale de chacun des réactifs.

c- Montrer que les ions permanganate sont en excès (faire un tableau d'avancement)

d- Tracer le diagramme de prédominance des couples ($C_6H_5-COOH / C_6H_5-COO^-$). Quelle est alors l'espèce prédominante du couple ($C_6H_5-COOH / C_6H_5-COO^-$) en milieu basique ($pH \gg 12$) ?

e- Écrire l'équation bilan de la réaction entre l'acide chlorhydrique ($H_3O^+ + Cl^-$) et l'ion benzoate $C_6H_5-COO^-$. Calculer la constante d'équilibre K de la réaction (voir données) et montrer que la réaction est totale. (si $K > 10^3$: réaction totale)

f- Déterminer la masse d'acide benzoïque que l'on peut théoriquement obtenir.

g- En supposant que la masse de cristaux obtenue est 1,9 g, calculer le rendement de la synthèse.

3- Recristallisation

a- Pourquoi rince-t-on l'acide benzoïque à l'eau glacée ?

b- Quel est l'intérêt de la recristallisation ?

4- Chromatographie : Identification de l'acide benzoïque

a- Reproduire le chromatogramme

b- Exploiter ce chromatogramme

