|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **1ère Spé** | **Thème : Constitution et transformation de la matière** | **TP 21** |
| **Chimie** | **Synthèse de l’acide benzoïque** |  **Chap.8** |

* **Buts du TP** : Mettre en œuvre un montage à reflux pour synthétiser une espèce chimique organique. Isoler, purifier et analyser le produit formé. Déterminer le rendement d’une synthèse.

## Synthèse organique

* + L’acide benzoïque, présent à l’état naturel dans certaines plantes, est une espèce chimique très utilisée comme conservateur alimentaire (souvent dans les boissons) avec le code E 210.
  + La synthèse de l’acide benzoïque met d’abord en jeu l’oxydation de l’alcool benzylique par l’ion permanganate en milieu basique. Cette oxydation produit

l’ion benzoate C6H5CO -

2 (aq)

ajout d’acide sulfurique.

, qui se transforme ensuite en acide benzoïque par

CH CH

HC C

OH CH2

# oxydation

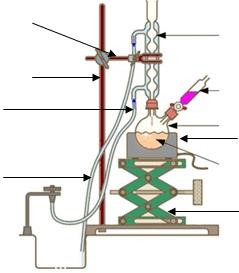
CH CH O HC C C

CH CH CH CH OH

# alcool benzylique acide benzoïque

## Document 1 : Données physico-chimiques.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| ***Nom*** | ***Formule*** | ***Masse molaire* (g.mol-1)** | **θ fusion (°C)** | ***Solubilité dans***  ***l’eau*** | ***Pictogramme*** |
| Permanganate de potassium | KMnO4 | 158,0 | 240 | Grande |  |
| Dioxyde de manganèse | MnO2 | 87,0 | 535 | Solide marron insoluble |  |
| Alcool benzylique | C6H5CH2OH | 108,0 | - 15,3 | Faible |  |
| Acide benzoïque | C6H5COOH | 122,0 | 122 | 1,5 g/L à 10°C  68 g/L à 95°C |  |
| Ion benzoate | C6H5COO - | 121,0 | > 300 | Grande |  |

**Document 2 : Montage à reflux.**

## Document 3 : Couples Oxydant / Réducteur.

* + En milieu basique, les couples mis en jeu sont : MnO - / MnO et C H O - / C H O

4 (aq) 2(s) 7 5 2 (aq) 7 8 (aq)

## Document 4 : Rendement.

* + Pour quantifier l’efficacité d’une synthèse, on calcule son rendement η (en %) tel que :  = nexp

nmax

avec *n*exp : la quantité de matière du produit obtenu expérimentalement et *n*max : la quantité de matière du produit attendue théoriquement.



## Document 5 : Banc Kofler

* + La table chauffante de Ludwig Kofler, appelée en pratique **banc Kofler**, est un appareil de mesure permettant d’estimer la température de fusion d’une espèce solide. Il s’agit d’une plaque chauffante présentant un gradient de température, sur laquelle on place l’échantillon à analyser, puis qu’on déplace petit à petit jusqu’à sa fusion.

## Protocole expérimental (Réaliser)

* + Dans un ballon bicol, introduire :
    - 2,0 mL d’alcool benzylique (densité *d* = 1,05) avec la pipette graduée ;
    - 20 mL de solution d’hydroxyde de sodium (ou solution de soude) de concentration 2 mol.L-1 avec l’éprouvette graduée.
  + Ajouter une dizaine de grains de pierre ponce pour éviter l’emballement de la réaction.
  + Placer le ballon dans le chauffe-ballon, adapter un réfrigérant ascendant et une ampoule de coulée dans laquelle vous verserez avec un entonnoir 60 mL d’une solution oxydante de permanganate de potassium de concentration [MnO - ] = 0,25 mol.L-1.

4 (aq)

* + Faire arriver l’eau dans le réfrigérant et porter le mélange à ébullition douce. Il ne faut pas que ça chauffe trop.
  + Introduire lentement la solution oxydante : un précipité marron de dioxyde de manganèse MnO2(s) doit apparaître.
  + Laisser l’ébullition se poursuivre pendant cinq minutes environ.

## Pendant le chauffage, répondre aux questions ci-dessous.

* + Retirer le ballon et le placer sur son support en liège afin que le mélange refroidisse.

## Questions (Analyser-Valider)

1. Légender le schéma du montage du chauffage à reflux du doc. 2.
2. Pourquoi chauffe-t-on ? Quel est le rôle du réfrigérant ascendant ?
3. Pourquoi le réfrigérant n’est-il pas bouché ?
4. Equilibrer chaque demi-équation d’oxydoréduction des couples mis en jeu lors de la synthèse (en milieu basique) :

# MnO - + …. H O + ….e- = MnO + …. HO-

4 (aq) 2 (ℓ) 2 (s) (aq)

C7H8O (ℓ) + …. HO-(aq) = C H O - + …. H2O(ℓ) + .… e-

7

5

2 (aq)

1. En déduire que l’équation bilan s’écrit : 3 C7H8O(aq) + 4 MnO4-(aq) → 3 C7H5O2-(aq) + 4 MnO2(s) + HO-(aq) + 4 H2O(ℓ)

## Extraction de l’acide benzoïque Protocole expérimental (Réaliser)

* + Réaliser une filtration simple du mélange réactionnel et récupérer le filtrat dans un erlenmeyer : Le filtrat doit être incolore.
  + Placer l’erlenmeyer dans un cristallisoir contenant de l’eau glacée.
  + À l’aide de papier pH, mesurer la valeur du pH du filtrat notée pH(filtrat).
  + Avec précaution, ajouter environ 10 mL d’acide sulfurique concentré.
  + Mesurer le pH qui doit être inférieur 2 tout en mélangeant avec l’agitateur jusqu’à précipitation complète de l’acide benzoïque.
  + Filtrer le mélange sur Büchner. Rincer l’erlenmeyer à l’eau distillée et ajouter les eaux de rinçage.
  + Sécher le produit obtenu avec du papier absorbant.
  + Récupérer les cristaux dans une coupelle et les peser. Noter la valeur de la masse de solide récupéré *m*exp.

## Exploitation (Analyser-Valider)

1. D’après la valeur du pH(filtrat), le produit de la synthèse est-il sous sa forme acide C6H5COOH ou basique C6H5COO- ?
2. Quel est le rôle de l’ajout d’acide sulfurique ? Sous quelle forme se trouve désormais le produit synthétisé ?
3. Expliquer l’utilité de placer l’erlenmeyer dans de la glace.
4. Pourquoi cette étape permet-elle de purifier le produit de synthèse ?

## Identification de l’acide benzoïque Protocole expérimental (Réaliser-Valider)

1. Proposer une expérience pour vérifier que les cristaux obtenus sont bien de l’acide benzoïque.

## 🖑 Faire vérifier votre protocole par le professeur, puis le mettre en œuvre. 🖑

1. Le produit synthétisé est-il de l’acide benzoïque pur ? Justifier.

## Rendement de la synthèse Problème (Raisonner)

1. Déterminer le rendement η de cette synthèse.
   * *Aide* : Calculer la quantité de matière des deux réactifs afin d’en déterminer le réactif limitant, puis en déduire la quantité d’acide benzoïque obtenue théoriquement et enfin la valeur du rendement.
2. Emettre des hypothèses sur les raisons qui expliquent que le rendement n’est pas égal à 100 %.

|  |  |
| --- | --- |
| **Élèves** | **Bureau** |
| * Montage à reflux avec ampoule de coulée et ballon bicol * Support en liège pour le ballon à fond rond * Cristallisoir * Eprouvette 100 mL * Eprouvette 10 mL * Pipette graduée 5 mL * 2 béchers 100 mL * 1 bécher 50 mL * Montage de filtration + filtre * Filtration sur Büchner * Papier pH * Verre de montre ou coupelle plastique * Pissette d’eau distillée | * 1 L solution acidifiée de permanganate de potassium 0,25 mol/L * Alcool benzylique * 1 L soude 2 mol/L * Acide benzoïque solide * 1 L d’acide sulfurique à 6 mol.L-1 * Banc Kofler * 1 Balance de précision (centigramme) * Pierre ponce * Glace * Réserve eau distillée |