

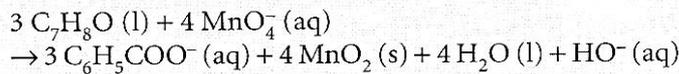
SYNTHESE DE L'ACIDE BENZOIQUE

Voie d'oxydation n° 2

Dans un ballon bicol, introduire 2,0 mL d'alcool benzylique (densité : 1,042), 20 mL de solution d'hydroxyde de sodium à $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ et quelques grains de pierre ponce.

Porter le mélange à ébullition douce, puis introduire, par l'intermédiaire d'une ampoule de coulée et goutte à goutte, 120 mL de solution de permanganate de potassium de concentration $0,25 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.

L'équation de la réaction se produisant dans le ballon est :



Au bout de 10 minutes d'ébullition douce, éliminer l'excès d'ions permanganate en ajoutant 5 mL d'éthanol. Refroidir le ballon, puis filtrer son contenu sur Büchner.

Récupérer le filtrat et le verser dans un erlenmeyer placé dans de la glace pilée. Ajouter alors une solution d'acide chlorhydrique à $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, jusqu'à ce que le pH soit voisin de 1 : un précipité blanc se forme.

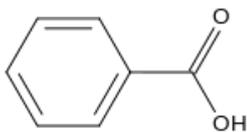
Une fois purifié et séché, on récupère une masse de 1,9 g d'une espèce chimique B.

Acide benzoïque: Classification de la substance

Conformément au règlement (CE) n° 1272/2008 et ses adaptations.

- Lésions oculaires graves, Catégorie 1
- Cette substance ne présente pas de danger pour l'environnement. Aucune atteinte à l'environnement n'est connue ou prévisible dans les conditions normales d'utilisation.
- Irritation des voies respiratoires

Acide benzoïque



$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2 / \text{C}_7\text{H}_5\text{O}_2^-$

$M = 122 \text{ g/mol}$

$s = 2,9 \text{ g/L}$ dans l'eau à 20°C , soluble à chaud

$T_{\text{fusion}} = 122^\circ\text{C}$.



Explosif



Inflammable



Comburant



Gaz sous pression



Corrosif



Toxicité aigüe



Danger pour la santé



Nocif ou irritant



Dangereux pour l'environnement

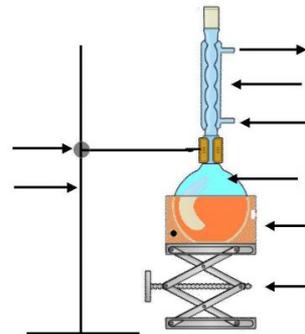
Les 9 pictogrammes de sécurité

Questions

- 1/ D'après les documents quels pictogrammes mettriez-vous sur une bouteille contenant de l'acide benzoïque ?
- 2/ Quelles mesures de sécurité allez-vous utiliser pendant ce TP ?
- 3/ Quelles sont les quatre étapes d'une synthèse ?
- 4/ Retrouver l'équation de la réaction
- 5/ Calculer les quantités de matière initiales en alcool benzylique et en ions permanganate
- 6/ Déterminer le réactif limitant
- 7/ Calculer le rendement de la réaction

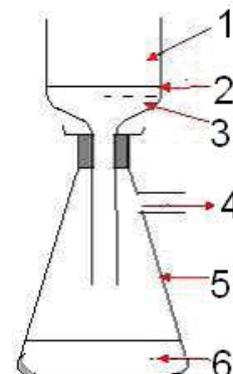
Données : $M(\text{acide benzoïque}) = 122 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
 $M(\text{alcool benzylique}) = 108 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$

- 8/ Dans le protocole ,on utilise un montage à reflux
 a/ Voici le schéma du montage à reflux. Compléter les flèches
 b/ Quel est le rôle du réfrigérant ?
 Expliquer en détail son principe de fonctionnement.
 c/ Pourquoi chauffe-t-on ?
 d/ A quoi sert la pièce ponce ?
 e/ Justifier le sens de circulation de l'eau
 f/ A quoi sert l'élevateur ?



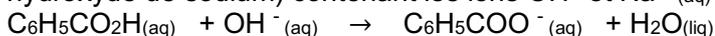
- 9/ Pour éliminer l'excès d'ions permanganate, on aurait pu utiliser les ions sulfite $\text{SO}_3^{2-}(\text{aq})$
 a/ Ecrire la réaction entre les ions permanganate et les ions sulfites $\text{SO}_3^{2-}(\text{aq})$
 sachant que les couples sont $\text{MnO}_4^- (\text{aq}) / \text{MnO}_2 (\text{s})$ et $\text{SO}_4^{2-} (\text{aq}) / \text{SO}_3^{2-} (\text{aq})$
 b/ Comment s'aperçoit-on qu'il n'y a plus d'ions permanganate ?

- 10/ a/ Quel est le rôle d'une filtration sur Büchner ?
 b/ Pourquoi la fait-on sous vide ?
 c/ Compléter la numérotation du schéma de la filtration sur Büchner.
 d/ Quelle espèce chimique est éliminée lors de la première filtration dans le protocole ? Justifier en s'aidant de l'équation
 e/ Pourquoi récupère-t-on le filtrat ?
 f/ Justifier l'opération : « Ajouter ... à $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ».
 g/ Ecrire l'équation chimique correspondante à l'ajout d'acide chlorhydrique



Pour vérifier la pureté de l'acide benzoïque on réalise un dosage acidobasique
 On prépare une solution S en préparant 0,250 g de produit brut dans exactement 100,0 mL d'eau distillée chaude.

On dose par titrage 20,0 mL de la solution S d'acide benzoïque par une solution aqueuse titrante de soude (ou hydroxyde de sodium) contenant les ions OH^- et $\text{Na}^+(\text{aq})$ à $0,0400 \text{ mol/L}$

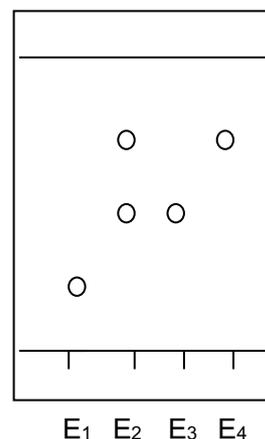


- 11/ a/ Pourquoi fait-on la dissolution dans de l'eau chaude ?
 b/ Donner le protocole de la dissolution
 c/ On obtient une équivalence à 9,10 mL
 Déterminer la pureté du produit

Pour être sûr du résultat précédent, on réalise une CCM. On prépare :

- Une solution de référence (appelée E_1) de benzaldéhyde pur
- Une solution (appelée E_2) de l'acide benzoïque fabriqué dans le TP
- Une solution de référence (appelée E_3) d'acide benzoïque pur
- Une solution de référence (appelée E_4) d'alcool benzylique.

L'éluant est un mélange de cyclohexane et d'acétone.
 On obtient le chromatogramme suivant.



- 12/ a/ Que signifie CCM ?
 b/ Quelles sont les trois intérêts d'une chromatographie
 c/ Sur quel phénomène physique se base-t-elle ?
 d/ Quelle est l'opération que l'on a à faire en premier quand on a à faire une chromatographie en TP ?
 e/ Calculer le rapport frontal de l'acide benzoïque pur
 f / Interpréter le résultat obtenu pour le produit fabriqué

13/ Que proposeriez-vous comme opération pour obtenir de l'acide benzoïque pur ? Expliquer son principe

14/ Une fois réalisée proposer une autre technique pour vérifier la pureté du produit obtenu
 Sur quelle constante physique joue-t-on ?