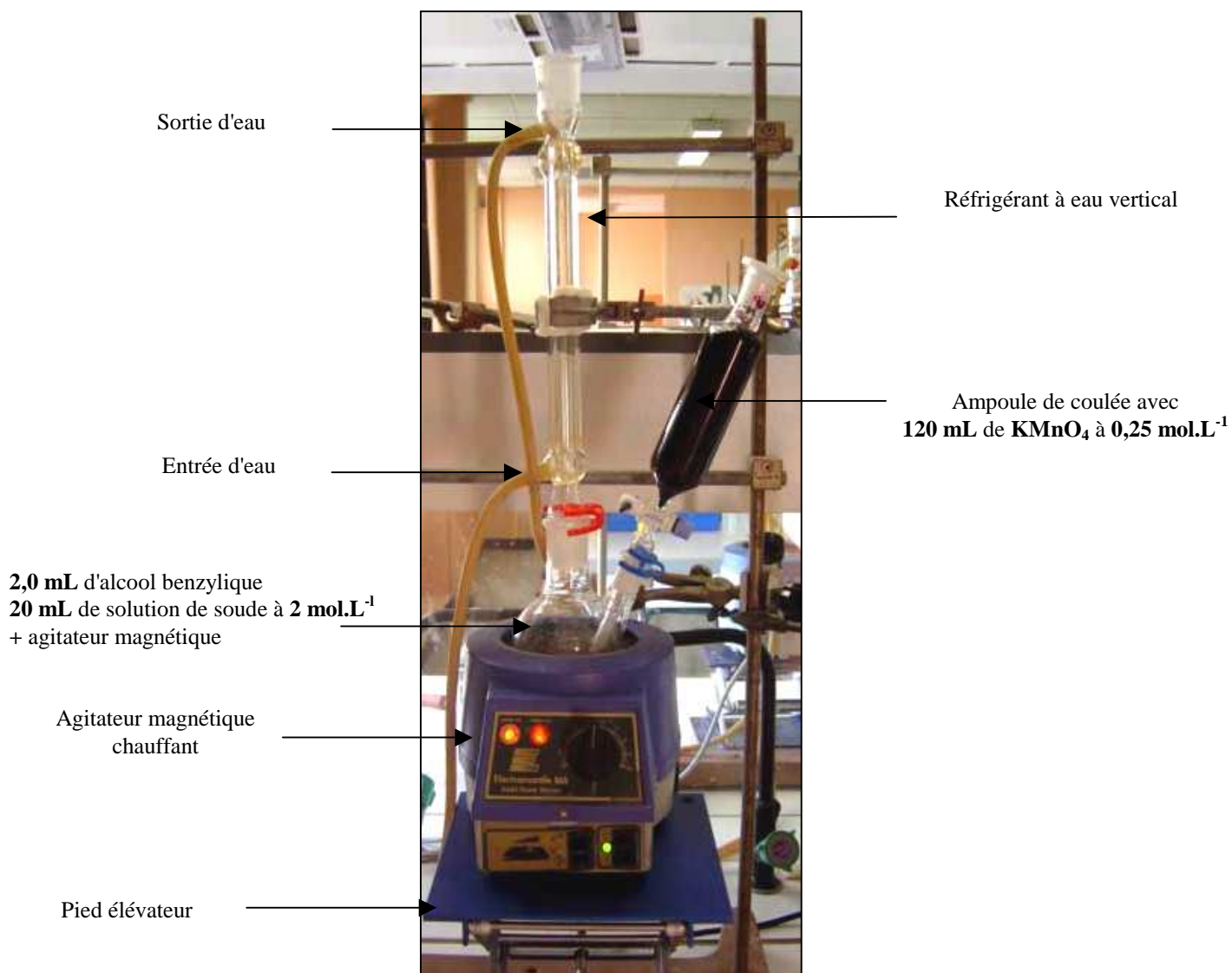
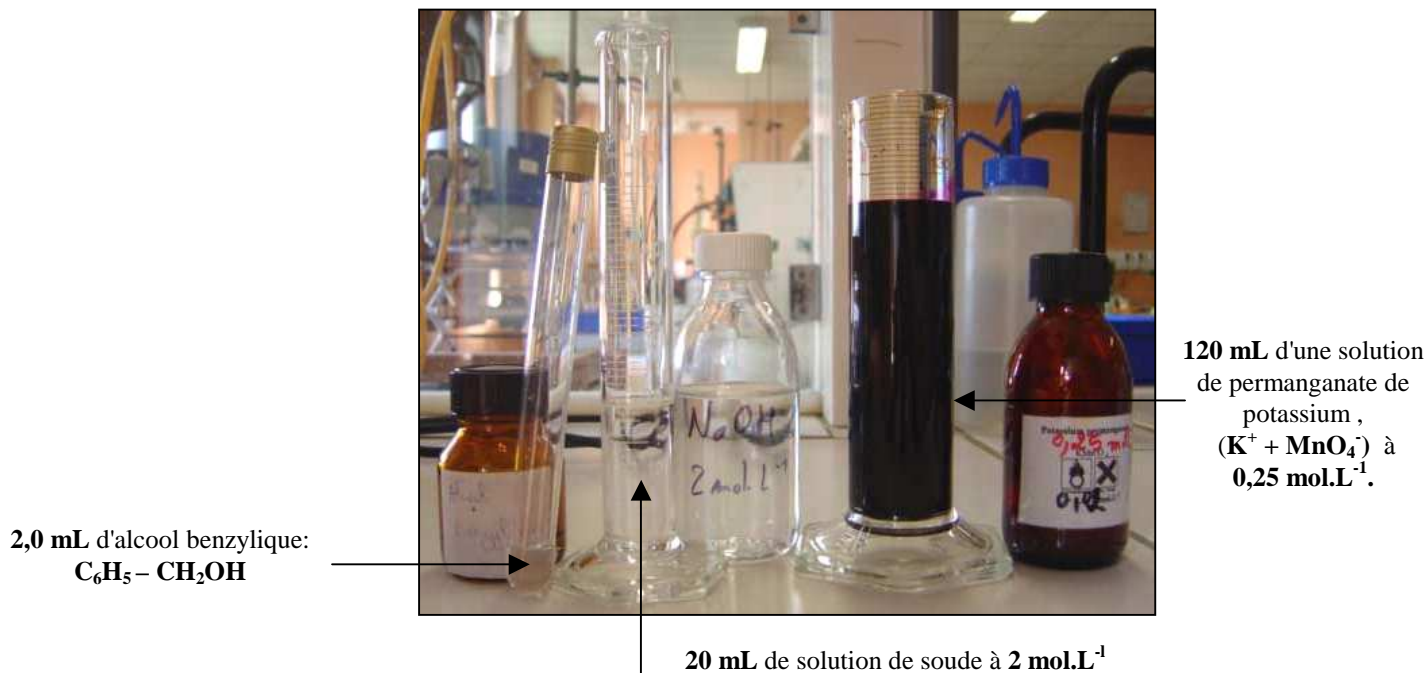


# SYNTHESE DE L'ACIDE BENZOÏQUE CORRECTION

## III SYNTHÈSE DU BENZOATE DE SODIUM





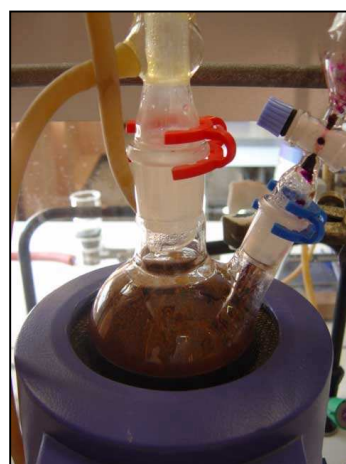
ébullition douce du mélange d'alcool benzylique et de solution de soude



Introduction du permanganate de potassium par l'ampoule de coulée au goutte à goutte



Formation du solide marron de dioxyde de manganèse



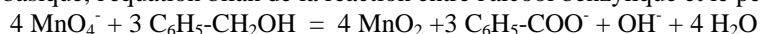
Fin d'introduction de  $\text{KMnO}_4$  et ébullition douce pendant 20 min

1) Schéma légendé page précédente.

2) On chauffe pour accélérer la réaction car la température est un facteur cinétique.

3) On chauffe à reflux, car au cours de l'ébullition des vapeurs se forment. La colonne à reflux permet de condenser les vapeurs sur les parois froides. Les gouttes formées retombent (refluent) vers le mélange réactionnel ce qui permet d'éviter des pertes de matière dans l'air environnant.

• En milieu basique, l'équation bilan de la réaction entre l'alcool benzylique et le permanganate de potassium est:



4) Quantités initiales des réactifs introduits:

$$n_0(\text{MnO}_4^-) = [\text{MnO}_4^-] \times V(\text{KMnO}_4) = 0,25 \times 120 \cdot 10^{-3} = 3,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol} = \mathbf{30 \text{ mmol}}$$

$$n_0(\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}) = \mu \times V / M = 1,05 \times 2,0 / 108 = 1,8 \cdot 10^{-2} \text{ mol} = \mathbf{19 \text{ mmol}}$$

5) Si  $\text{MnO}_4^-$  est limitant alors:

$$n_0(\text{MnO}_4^-) - 4 x_{\text{max}} = 0 \Leftrightarrow x_{\text{max}} = n_0(\text{MnO}_4^-) / 4 = 30 / 4 = 7,5 \text{ mmol}$$

Si  $\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}$  est limitant alors:

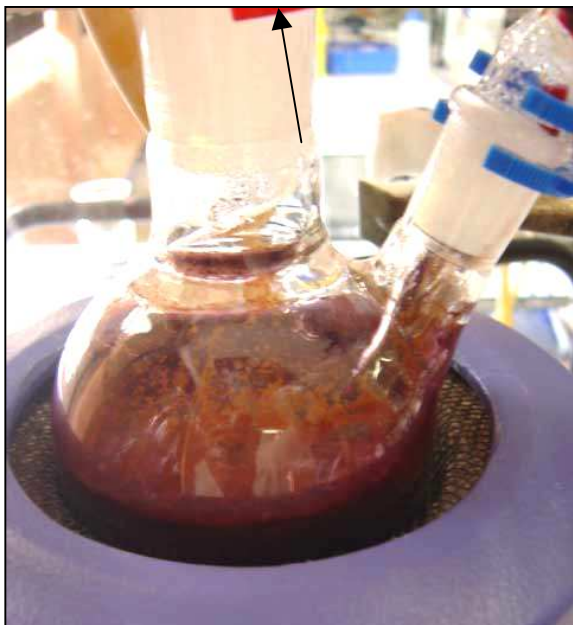
$$n_0(\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}) - 3 x_{\text{max}} = 0 \Leftrightarrow x_{\text{max}} = n_0(\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}) / 3 = 19 / 3 = 6,5 \text{ mmol}$$

Le réactif limitant est donc  $\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}$  et  $x_{\text{max}} = \mathbf{6,5 \text{ mmol}}$ .

Remarque: expérimentalement, en fin de réaction le mélange réactionnel présente une coloration violette ce qui est cohérent avec le fait que l'ion  $\text{MnO}_4^-$  est en excès.

6) Alcool benzylique:  $\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}$  L'alcool benzylique porte une fonction **hydroxyle – OH** reliée à un carbone **tétraédrique**. Il s'agit donc d'un alcool (et non d'un phénol). Le carbone fonctionnel **C** est relié à un **seul atome de carbone**: il s'agit d'un **alcool primaire**.

Acide benzoïque:  $\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH}$  L'acide benzoïque porte un groupe **acide carboxylique –COOH**. Il s'agit donc d'un **acide carboxylique**.

**IV PURIFICATION DU BENZOATE DE SODIUM ET FORMATION DE L'ACIDE BENZOÏQUE****1) Extraction des ions benzoate du mélange réactionnel**

Le mélange présente une teinte violacée due au permanganate de potassium en excès



Après ajout de quelques mL d'éthanol par l'ampoule de coulée, la colorée violette disparaît: les ions  $\text{MnO}_4^-$  en excès sont réduits par l'éthanol



Filtration du mélange réactionnel sur filtre büchner



Le solide marron de dioxyde de manganèse reste sur le papier filtre.



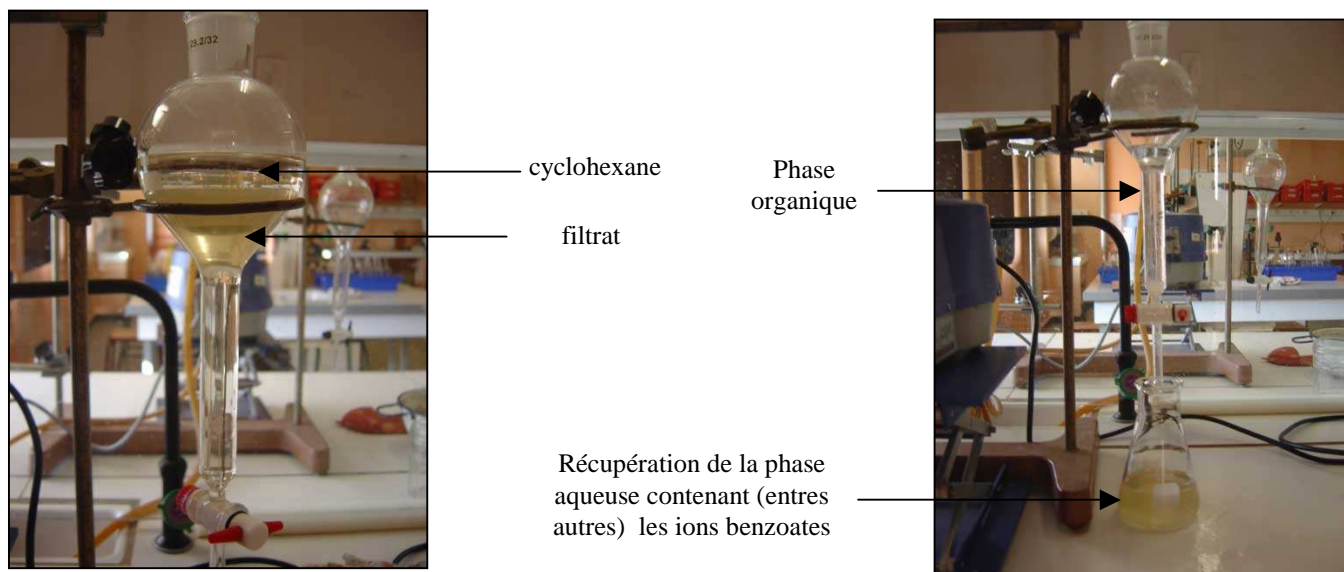
Après seconde filtration sur filtre büchner

a) Voir photo

b) Les espèces chimiques contenues dans la phase organique sont les espèces chimiques insolubles ou faiblement solubles dans l'eau:

- alcool benzylique restant (éventuellement)

c) Les espèces chimiques que l'on retrouvera dans la phase aqueuse sont les espèces solubles dans l'eau:

- tous les ions:  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{HO}^-$ , et  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$ ,

Récupération du filtrat dans une ampoule à décanter et ajout de 40 mL de cyclohexane

d) Le cyclohexane est moins dense que l'eau: il constitue la phase supérieure tandis que la phase aqueuse constitue la phase inférieure. Voir photo.

## 2) Cristallisation de l'acide benzoïque



Filtrat placé dans un erlenmeyer, le tout dans un bain d'eau glacée

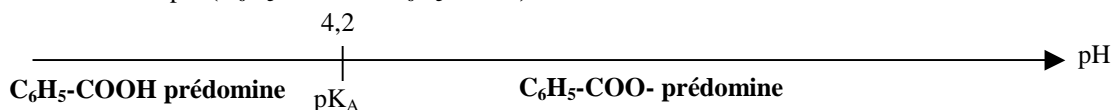


Après ajout de quelques mL d'acide chlorhydrique concentré ( $5 \text{ mol.L}^{-1}$ ), l'acide benzoïque cristallise

a) Au moment de la formation de l'acide benzoïque, on place l'erlenmeyer dans un cristalliseur contenant de l'eau et des glaçons car la réaction entre l'ion benzoate et l'ion oxonium est exothermique (forte élévation de température).

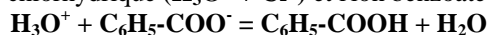
b) On rince à l'eau glacée les cristaux car l'acide benzoïque est faiblement soluble dans l'eau froide: on évite ainsi les pertes d'acide benzoïque par dissolution dans l'eau.

c) Diagramme de prédominance du couple ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH} / \text{C}_6\text{H}_5\text{-COO}^-$ ):



En milieu basique (pH  $\approx$  12), l'espèce prédominante est l'ion benzoate  $\text{C}_6\text{H}_5\text{-COO}^-$

d) Equation bilan de la réaction entre l'acide chlorhydrique ( $\text{H}_3\text{O}^+ + \text{Cl}^-$ ) et l'ion benzoate  $\text{C}_6\text{H}_5\text{-COO}^-$ :



$$K = Q_{r,eq} = \frac{[\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}]_{eq}}{[\text{H}_3\text{O}^+]_{eq} [\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-]_{eq}} = \frac{1}{K_A} = 10^{\text{p}K_A} = 10^{4,2} = 1,6 \cdot 10^4$$

$K > 10^3$  donc la réaction est totale.

e) Quantité et masse d'acide benzoïque que l'on aurait obtenu dans le cas d'une réaction totale sans perte de matière:

Si tous les ions benzoate réagissent alors:  $n_{\text{max}}(\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH}) = n(\text{C}_6\text{H}_5\text{-COO}^-) = 3 \cdot x_{\text{max}} = 3 \times 6,5 \cdot 10^{-3} = 2,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$

$m$  si réaction totale  $(\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH}) = n_{\text{max}}(\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH}) \times M = 2,0 \cdot 10^{-2} \times 122 = 2,4 \text{ g}$



Récupération de l'acide benzoïque après filtration sur büchner.



acide benzoïque après séchage à l'étuve



Pesée de l'acide benzoïque synthétisé



Etalonnage du banc Kofler avec de l'acide salicylique:  $T_{\text{fus}} = 159 \text{ }^\circ\text{C}$



f) Rendement de la réaction de synthèse de l'acide benzoïque:  $\rho = 100 \times m_{\text{exp}}(\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH}) / m_{\text{th,si réaction totale}}(\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH})$   
 $\rho = 100 \times 1,35 / 2,4 = 56 \%$ .

### 3) Identification de l'acide benzoïque à partir de sa température de fusion

- Identification de l'acide benzoïque en déterminant la température de fusion sur banc de Kofler ( $T_{\text{fus}} = 122 \text{ }^\circ\text{C}$ .)

