

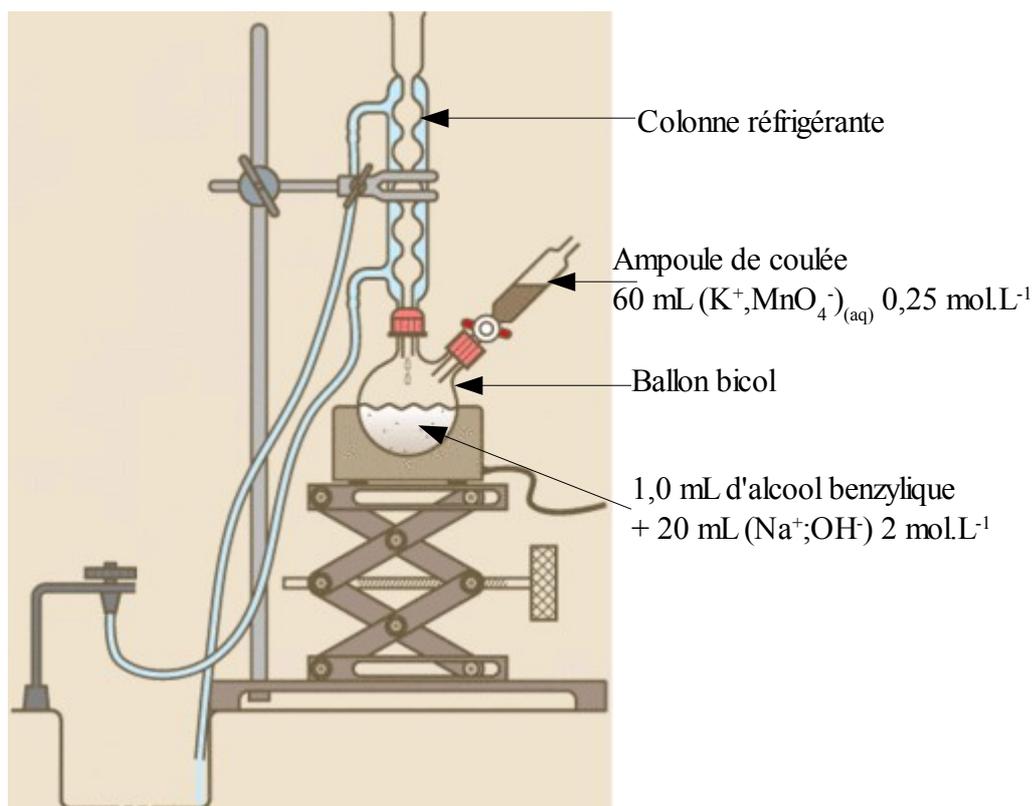
◆ **Objectifs du TP :**

Ce TP avait pour objectif de synthétiser un conservateur alimentaire : l'acide benzoïque, par l'oxydation ménagée de l'alcool benzylique, et de déterminer son rendement. Cette synthèse permettra de mettre en œuvre diverses techniques utilisées couramment au laboratoire comme le chauffage à reflux, la filtration à pression réduite (dite filtration büschner) ...

◆ **Protocole expérimental :**

Nous réalisons l'oxydation en milieu basique de l'alcool benzylique par l'ion permanganate MnO_4^- (aq). Afin d'accélérer la réaction nous procédons à un chauffage à reflux du milieu réaction.

Schéma du montage :

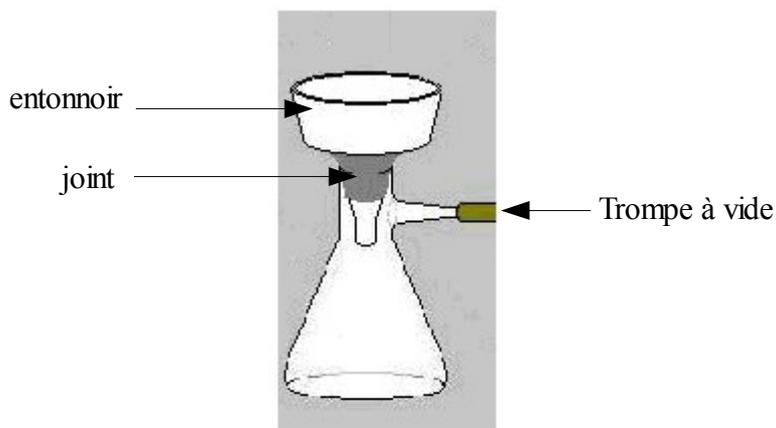


On ajoute lentement à l'aide de l'ampoule de coulée la solution oxydant $(\text{K}^+, \text{MnO}_4^-)$ (aq). On observe l'apparition d'un précipité marron de dioxyde de manganèse. Une fois l'addition terminée on laisse le chauffage se poursuivre durant une dizaine de minutes avant de le couper, puis en maintenant toujours la circulation d'eau dans le réfrigérant, on introduit toujours pas l'ampoule de coulée quelques mL d'éthanol jusqu'à disparition de la couleur violette de la phase liquide.

Le ballon est ensuite retiré du chauffe ballon et refroidi à l'eau, puis filtré, pour ne récupérer que la phase liquide qui doit être parfaitement limpide et presque incolore.

Le filtrat est alors placé dans un bécher lui même plongé dans un bain de glace. Après quelques minutes on ajoute alors une solution d'acide chlorhydrique concentré. On note alors l'apparition d'un précipité blanc, c'est l'acide benzoïque. Il ne nous reste plus qu'à filtrer à pression réduite pour récupérer le solide.

Filtration a pression réduite



Le solide récupéré est séché a l'étuve puis pesé. On obtient une masse : $m_{\text{exp}} = 1,0\text{g}$

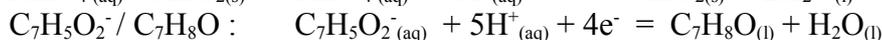
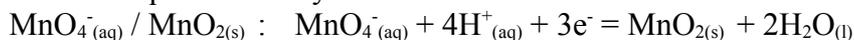
◆ Questions :

1- L'alcool benzylique appartient à la famille des alcools, alors que l'acide benzoïque appartient à la famille des acides carboxyliques.

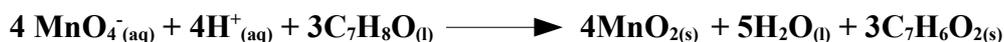
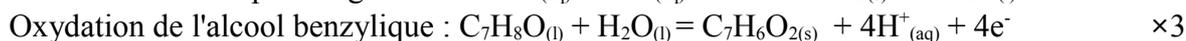
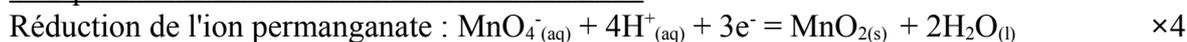


2- Le carbone porteur de la fonction hydroxyle de l'alcool benzylique est lié à un seul autre atome de carbone, c'est donc un alcool primaire.

3- Demi-équations d'oxydoréduction :



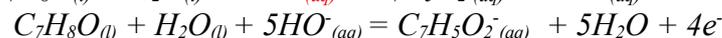
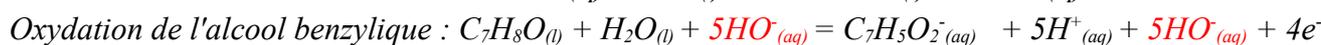
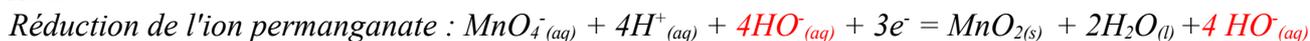
4- Équation bilan de la réaction en milieu acide :



Question bonus : équation bilan en milieu basique

Méthode : il suffit d'écrire les demi-équations équilibrées en milieu acide, puis d'ajouter de chaque coté autant d'ions HO^- qu'il y a d'ions H^+ d'un coté ou de l'autre de la demi-équation.

Ainsi :



5- La pierre ponce permet d'homogénéiser le mélange au cours de l'ébullition et donc de réguler l'ébullition.

6- Calcul des quantités de matière initiales n_{alcool} et $n_{\text{MnO}_4^-}$:

- $n_{\text{MnO}_4^-} = C \times V = 0,25 \times 60 \cdot 10^{-3} = \mathbf{1,5 \times 10^{-2} \text{ mol}}$
- $n_{\text{alcool}} = \frac{m_{\text{alcool}}}{M_{\text{alcool}}}$ or $m_{\text{alcool}} = \mu_{\text{alcool}} \times V_{\text{alcool}}$
 $n_{\text{alcool}} = \frac{\mu_{\text{alcool}} \times V_{\text{alcool}}}{M_{\text{alcool}}} = \frac{1,05 \times 1,0}{108} = \mathbf{9,7 \times 10^{-3} \text{ mol}}$

7- Réactif en excès ?

Tableau d'avancement de la transformation chimique :

	$4 \text{MnO}_4^- \text{(aq)}$	$+ 3\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_{(l)}$	$4\text{MnO}_{2(s)}$	$+ 4\text{H}_2\text{O}_{(l)}$	$+ \text{HO}^- \text{(aq)}$	$+ 3\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_2^- \text{(aq)}$
État initial	$1,5 \times 10^{-2}$	$9,7 \times 10^{-3}$	0	excès	excès	0
État intermédiaire	$1,5 \times 10^{-2} - 4x$	$9,7 \times 10^{-3} - 3x$	$4x$	excès	excès	$3x$
État final	$1,5 \times 10^{-2} - 4x_{\text{max}}$	$9,7 \times 10^{-3} - 3x_{\text{max}}$	$4x_{\text{max}}$	excès	excès	$3x_{\text{max}}$

- Supposons que l'ion permanganate soit en excès :

$$9,7 \times 10^{-3} - 3x_{\text{max}} = 0 \quad x_{\text{max}} = \frac{9,7 \cdot 10^{-3}}{3} = 3,2 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

- Supposons que l'alcool soit en excès :

$$1,5 \times 10^{-2} - 4x_{\text{max}} = 0 \quad x_{\text{max}} = \frac{1,5 \cdot 10^{-2}}{4} = 3,75 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

Le réactif en excès est donc bien l'ion permanganate $\text{MnO}_4^- \text{(aq)}$.

8- Quantité de matière et masse de produit obtenu :

On a $n_{\text{acide}} = 3 x_{\text{max}} = 3 \times 3,2 \times 10^{-3} = \mathbf{9,6 \times 10^{-3} \text{ mol}}$

Et donc $m_{\text{théo}} = n_{\text{acide}} \times M_{\text{acide}} = 9,6 \times 10^{-3} \times 122$

$$\mathbf{m_{\text{théo}} = 1,2 \text{ g}}$$

9- Rendement de la synthèse :

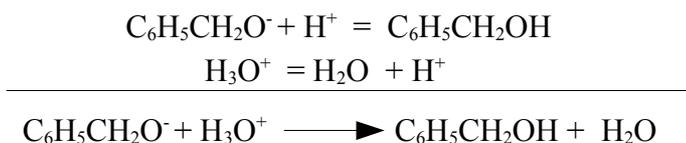
$$\eta = \frac{m_{\text{exp}}}{m_{\text{théo}}} \times 100 = \frac{1,0}{1,2} \times 100 = 83 \%$$

10- Intérêt de l'acide chlorhydrique :

La synthèse ayant lieu en milieu basique, l'oxydation de l'alcool benzylique ne produit pas d'acide benzoïque mais sa base conjuguée l'ion benzoate qui est très soluble dans l'eau.

L'ajout d'acide chlorhydrique concentré permet donc de transformer l'ion benzoate en son acide conjugué l'acide benzoïque qui lui est très peu soluble dans l'eau. Il va donc précipiter (on parle de cristallisation) et il sera alors facilement récupérable par filtration.

11- Équation de la réaction entre l'ion benzoate et l'acide chlorhydrique :



◆ **Conclusion :**

Nous avons donc réalisé au cours de ce TP la synthèse d'un additif alimentaire : l'acide benzoïque. Nous avons obtenu un rendement de 83%, soit inférieur à 100%. Plusieurs causes peuvent expliquer ce résultat :

- l'avancement maximal n'était peut-être pas atteint.
- des ions benzoate peuvent rester dans le précipité de dioxyde de manganèse
- de l'acide benzoïque reste dissout dans l'eau et ne cristallise pas.
- Le rinçage du précipité à l'eau distillée, dissout encore une petite quantité d'acide benzoïque cristallisé.

Remarque :

*Le produit que nous avons synthétisé n'est pas pur, et n'est donc pas directement utilisable par l'industrie alimentaire. Pour le purifier une méthode assez simple, est la **recristallisation**. Ce procédé consiste à trouver un solvant dans lequel les impuretés sont solubles alors que le produit ne l'est pas. Ainsi pour l'acide benzoïque, on peut le dissoudre dans l'eau chaude, et le cristalliser par refroidissement. Les impuretés étant solubles dans l'eau, elles ne cristalliseront pas au cours du refroidissement. En réalisant plusieurs recristallisation successives on perd certes un peu de produit (qui se dissout dans l'eau) mais on peut obtenir un produit fini presque pur.*