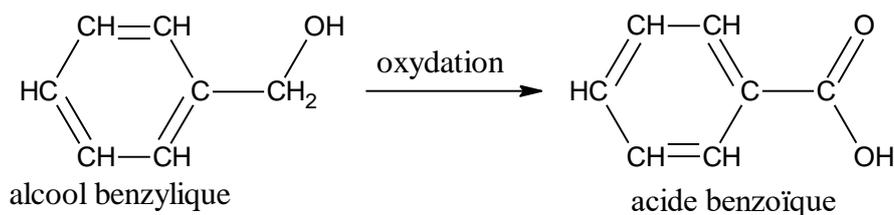


➤ **Buts du TP** : Mettre en œuvre un montage à reflux pour synthétiser une espèce chimique organique. Isoler, purifier et analyser le produit formé. Déterminer le rendement d'une synthèse.

I. Synthèse organique

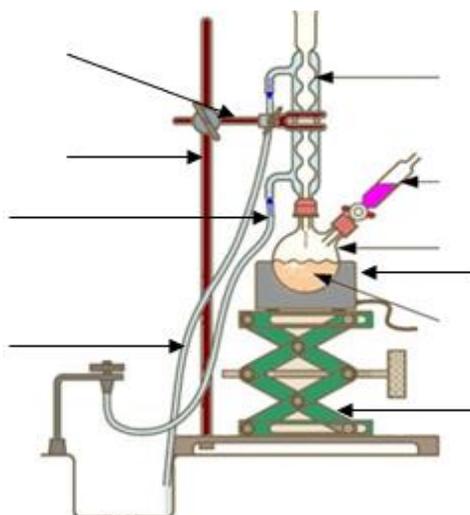
- L'acide benzoïque, présent à l'état naturel dans certaines plantes, est une espèce chimique très utilisée comme conservateur alimentaire (souvent dans les boissons) avec le code E 210.
- La synthèse de l'acide benzoïque met d'abord en jeu l'oxydation de l'alcool benzylique par l'ion permanganate en milieu basique. Cette oxydation produit l'ion benzoate $C_6H_5CO_2^-(aq)$, qui se transforme ensuite en acide benzoïque par ajout d'acide sulfurique.



Document 1 : Données physico-chimiques.

Nom	Formule	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	θ_{fusion} (°C)	Solubilité dans l'eau	Pictogramme
Permanganate de potassium	KMnO ₄	158,0	240	Grande	
Dioxyde de manganèse	MnO ₂	87,0	535	Solide marron insoluble	
Alcool benzylique	C ₆ H ₅ CH ₂ OH	108,0	- 15,3	Faible	
Acide benzoïque	C ₆ H ₅ COOH	122,0	122	1,5 g/L à 10°C 68 g/L à 95°C	
Ion benzoate	C ₆ H ₅ COO ⁻	121,0	> 300	Grande	

Document 2 : Montage à reflux.



Document 3 : Couples Oxydant / Réducteur.

- En milieu basique, les couples mis en jeu sont : $\text{MnO}_4^- (\text{aq}) / \text{MnO}_2 (\text{s})$ et $\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_2^- (\text{aq}) / \text{C}_7\text{H}_8\text{O} (\text{aq})$

Document 4 : Rendement.

- Pour quantifier l'efficacité d'une synthèse, on calcule son rendement η (en %) tel que : $\eta = \frac{n_{\text{exp}}}{n_{\text{max}}}$
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.

Zone chaude
(260°C)



Zone froide (50°C) où sont déposés les cristaux

Banc Kofler : plaque chauffante dont la température croît progressivement vers la gauche

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 $[\text{MnO}_4^- (\text{aq})] = 0,25 \text{ mol.L}^{-1}$.
- 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 $\text{MnO}_2 (\text{s})$ 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)

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



- En déduire que l'équation bilan s'écrit : $3 \text{C}_7\text{H}_8\text{O} (\text{aq}) + 4 \text{MnO}_4^- (\text{aq}) \rightarrow 3 \text{C}_7\text{H}_5\text{O}_2^- (\text{aq}) + 4 \text{MnO}_2 (\text{s}) + \text{HO}^- (\text{aq}) + 4 \text{H}_2\text{O} (\text{l})$

II. 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 cristalliseur contenant de l'eau glacée.
- À l'aide de papier pH, mesurer la valeur du pH du filtrat notée $\text{pH}_{(\text{filtrat})}$.
- 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 $\text{pH}_{(\text{filtrat})}$, le produit de la synthèse est-il sous sa forme acide $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ ou basique $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$?
- 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'erenmeyer dans de la glace.
- 4) Pourquoi cette étape permet-elle de purifier le produit de synthèse ?

III. 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.** 👏

- 2) Le produit synthétisé est-il de l'acide benzoïque pur ? Justifier.

IV. 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
<ul style="list-style-type: none">• Montage à reflux avec ampoule de coulée et ballon bicol• Support en liège pour le ballon à fond rond• Cristalliseur• 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	<ul style="list-style-type: none">• 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