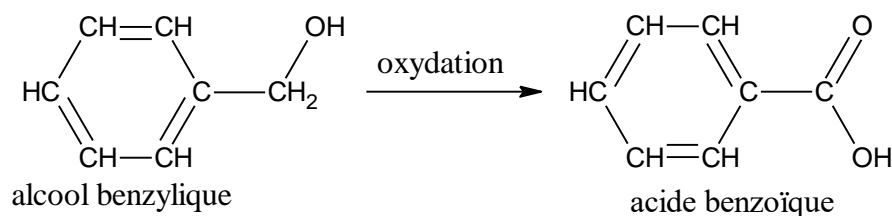


➤ **Buts du TP** : Mettre en œuvre un montage à reflux pour synthétiser une espèce chimique organique. Isoler, purifier et analyser le produit formé. Déterminer le rendement d'une synthèse.

### I. Synthèse organique

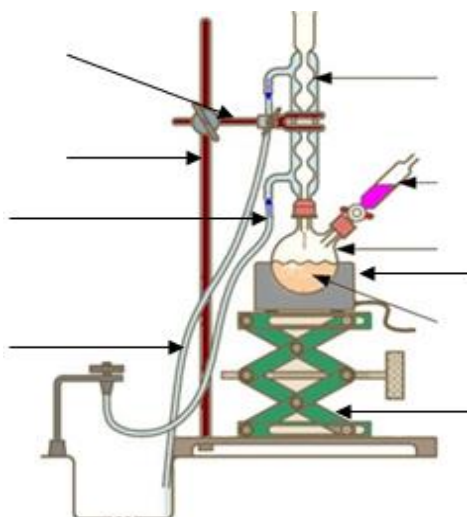
- L'acide benzoïque, présent à l'état naturel dans certaines plantes, est une espèce chimique très utilisée comme conservateur alimentaire (souvent dans les boissons) avec le code E 210.
- La synthèse de l'acide benzoïque met d'abord en jeu l'oxydation de l'alcool benzylique par l'ion permanganate en milieu basique. Cette oxydation produit l'ion benzoate  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2^-$  (aq), qui se transforme ensuite en acide benzoïque par ajout d'acide sulfurique.



### Document 1 : Données physico-chimiques.

Nom	Formule	Masse molaire (g.mol <sup>-1</sup> )	$\theta_{\text{fusion}}$ (°C)	Solubilité dans l'eau	Pictogramme
Permanganate de potassium	KMnO <sub>4</sub>	158,0	240	Grande	
Dioxyde de manganèse	MnO <sub>2</sub>	87,0	535	Solide marron insoluble	
Alcool benzylique	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>2</sub> OH	108,0	- 15,3	Faible	
Acide benzoïque	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> COOH	122,0	122	1,5 g/L à 10°C 68 g/L à 95°C	
Ion benzoate	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> COO <sup>-</sup>	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  $\eta$  (en %) tel que :  $\eta = \frac{n_{\text{exp}}}{n_{\text{max}}}$   
avec  $n_{\text{exp}}$  : la quantité de matière du produit obtenu expérimentalement et  $n_{\text{max}}$  : 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)

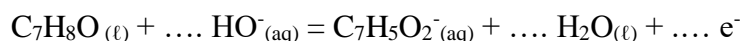
- Dans un ballon bicol, introduire :
  - 2,0 mL d'alcool benzylique (densité  $d = 1,05$ ) avec la pipette graduée ;
  - 20 mL de solution d'hydroxyde de sodium (ou solution de soude) de concentration  $2 \text{ mol.L}^{-1}$  avec l'éprouvette graduée.
- Ajouter une dizaine de grains de pierre ponce 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  $m_{\text{exp}}$ .

### 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'ermeneyer 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  $\eta$  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"><li>• Montage à reflux avec ampoule de coulée et ballon bicol</li><li>• Support en liège pour le ballon à fond rond</li><li>• Cristalliseur</li><li>• Eprouvette 100 mL</li><li>• Eprouvette 10 mL</li><li>• Pipette graduée 5 mL</li><li>• 2 béchers 100 mL</li><li>• 1 bécher 50 mL</li><li>• Montage de filtration + filtre</li><li>• Filtration sur Büchner</li><li>• Papier pH</li><li>• Verre de montre ou coupelle plastique</li><li>• Pissette d'eau distillée</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• 1 L solution acidifiée de permanganate de potassium 0,25 mol/L</li><li>• Alcool benzylique</li><li>• 1 L soude 2 mol/L</li><li>• Acide benzoïque solide</li><li>• 1 L d'acide sulfurique à 6 mol.L<sup>-1</sup></li><li>• Banc Kofler</li><li>• 1 Balance de précision (centigramme)</li><li>• Pierre ponce</li><li>• Glace</li><li>• Réserve eau distillée</li></ul>