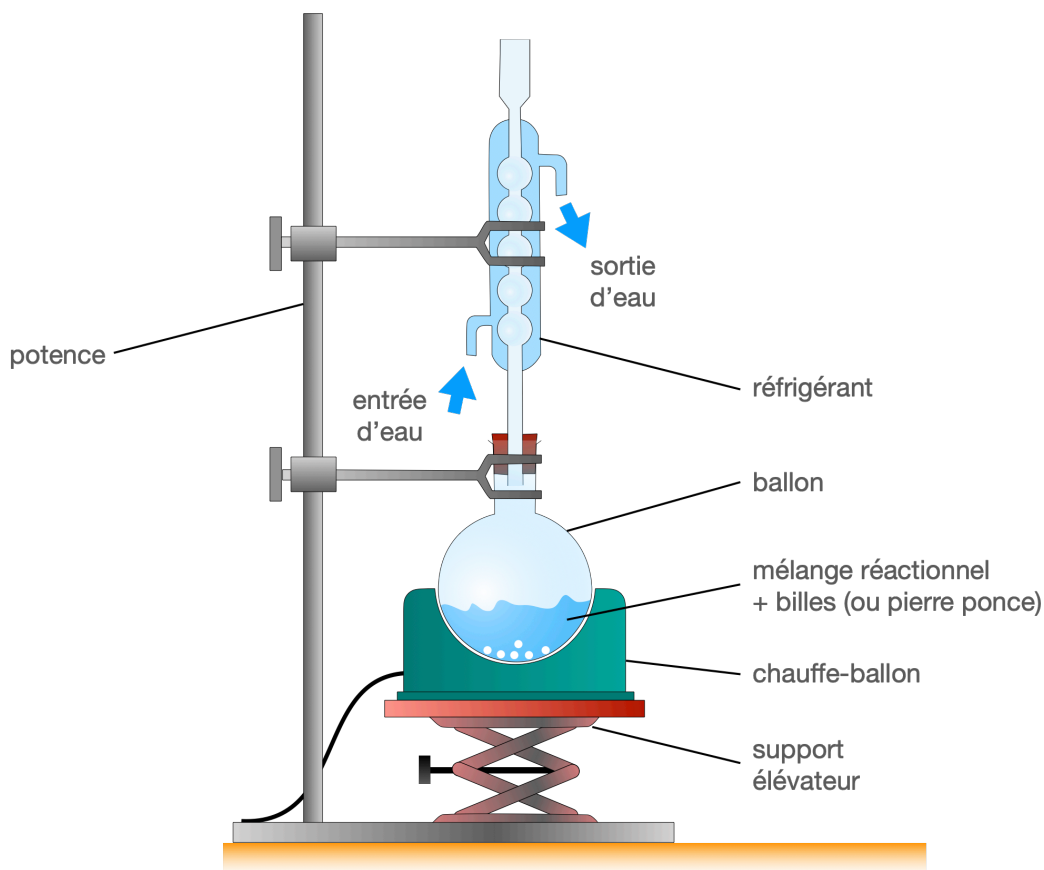


Dans ce TP, on va synthétiser un conservateur alimentaire, l'acide benzoïque, par oxydation de l'alcool benzylique par des ions permanganate. Un conservateur alimentaire est un additif alimentaire qui améliore, comme son nom l'indique, la conservation d'un aliment. En tant qu'additif alimentaire, il est référencé en Europe sous le code E210.

## Protocole expérimental

### Étape 1 : la transformation – chauffage à reflux

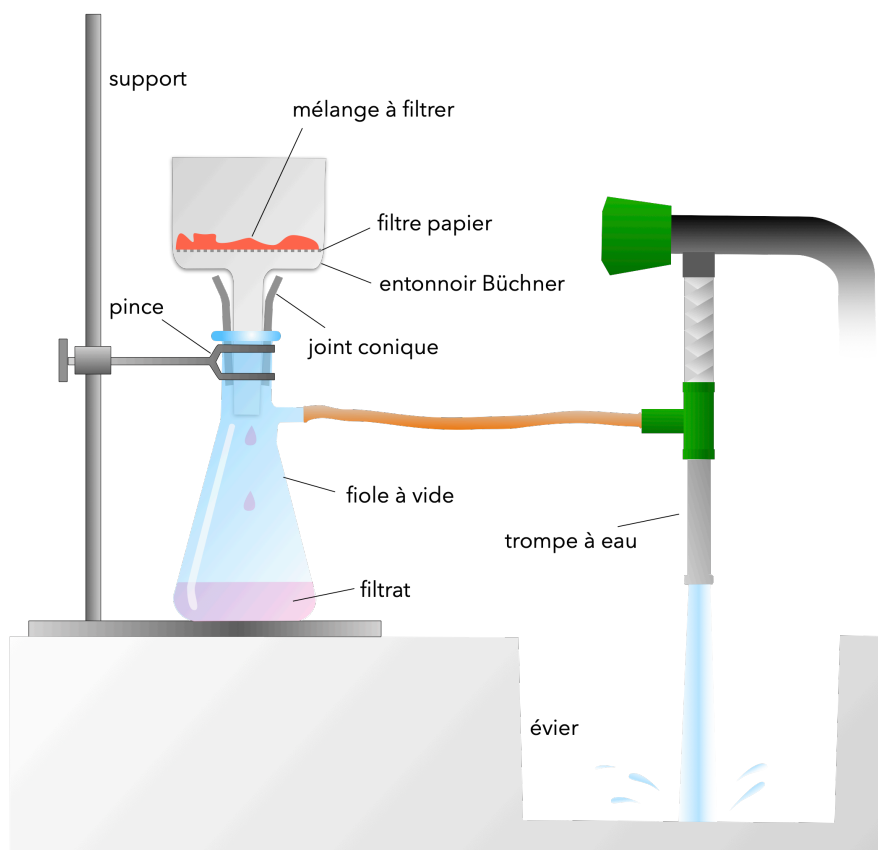
- Dans un ballon de 250 mL, posé sur un valet, introduire :
  - un peu de pierre ponce (pour homogénéiser l'ébullition),
  - 2,0 g de carbonate de sodium  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (déjà pesé),
  - Les 100 mL de solution aqueuse déjà préparée où a été dissous 4,5 g de permanganate de potassium ( $\text{KMnO}_4$ ),
  - [⚠ seulement après le reste et sous la hotte] 2,6 mL d'alcool benzylique.
- Placer le ballon dans un montage de chauffage à reflux.



DEMANDER VÉRIFICATION AU PROFESSEUR

- ⚠⚠⚠ Régler le chauffe ballon au maximum mais en étant prêt à tout moment à baisser le support élévateur (s'entraîner !) aux premiers signes d'ébullition (risque d'importantes projections si l'ébullition n'est pas tout de suite calmée en baissant la source de chauffage). Placer ensuite le réglage du chauffe-ballon en position médiane et approcher de nouveau le chauffe-ballon du ballon en étant prêt à baisser à nouveau le chauffe-ballon si ça s'emballe. Le chauffage dure 30 minutes.

## Étape 2 : isolement du produit d'intérêt – filtration sous vide



- Ôter le chauffe-ballon. Laisser refroidir quelques minutes puis placer le ballon dans un bain d'eau froide.
- Placer un filtre papier sur l'entonnoir Büchner. Veiller à ce qu'il soit bien centré pour empêcher le mélange de passer sur les côtés sans être filtré.
- Brancher la trompe à eau et enfoncer l'entonnoir Büchner sur la fiole à vide.
- Humidifier le papier filtre puis allumer le robinet (assez fort). Vérifier avec la paume de votre main sur l'entonnoir Büchner qu'il y a bien une dépression (aspiration).



### DEMANDER VÉRIFICATION AU PROFESSEUR

- Filtrer le milieu réactionnel sous pression réduite en versant doucement le contenu du ballon (ce n'est pas grave s'il reste des dépôts solides dans le ballon).
- Verser le filtrat dans un erlenmeyer.
- ⚠ Verser par petits ajouts successifs 40 mL d'acide chlorhydrique concentré (2 mol.L<sup>-1</sup>)
- Filtrer le mélange obtenu sous pression réduite puis laver les cristaux avec quelques mL d'eau froide, cette eau pouvant aussi servir à récupérer les cristaux restés collés dans l'erlenmeyer.
- Continuer la filtration jusqu'à ce que les cristaux soient bien secs.
- Placer les cristaux dans la boîte de Petri après avoir pesé la boîte de Petri vide.

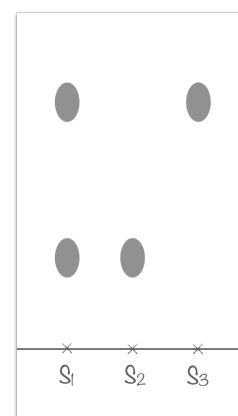


## Étape 3 : Identification de l'espèce chimique synthétisée – CCM

Pour identifier le produit obtenu, on effectue une chromatographie sur couche mince (CCM) :

- S<sub>1</sub> : solution du produit de synthèse obtenu dissous dans l'éthanol
- S<sub>2</sub> : solution d'alcool benzylique dans l'éthanol
- S<sub>3</sub> : solution acide benzoïque commercial dans l'éthanol

On obtient le chromatogramme ci-contre :



## Analyse du protocole

1. Quel est l'intérêt de chauffer le milieu réactionnel ?
2. Quel est l'intérêt du montage à reflux ?
3. Quel est l'intérêt d'une filtration sur Büchner par rapport à une filtration classique ?

## Observations

4. Décrire l'évolution de l'aspect du ballon au cours du chauffage.
5. Quelle est la couleur du filtrat obtenu juste après la première filtration ?
6. Que se produit-il lors de l'ajout d'acide chlorhydrique ?

## Interprétations

### Document 1 : Données physico-chimiques

La réaction réalisée pendant la phase de transformation met en jeu les couples oxydant-réducteur suivants :  $\text{MnO}_4^- (\text{aq}) / \text{MnO}_2 (\text{s})$  et  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^- (\text{aq}) / \text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH} (\text{aq})$

Espèce chimique	Permanganate de potassium	Oxyde de manganèse	Acide benzoïque	Alcool benzylique
Solubilité dans l'eau	soluble	insoluble	1,5 g.L <sup>-1</sup> à 10°C 2,4 g.L <sup>-1</sup> à 25°C 68 g.L <sup>-1</sup> à 95°C	soluble
Couleur	violet	solide marron	solide blanc	incolore
Masse molaire moléculaire	158 g.mol <sup>-1</sup>	86,9 g.mol <sup>-1</sup>	122 g.mol <sup>-1</sup>	108 g.mol <sup>-1</sup>
Densité				1,04

7. Établir les demi-équations puis l'équation bilan de la réaction mise en œuvre lors de cette transformation.
8. Établir le tableau d'avancement de la réaction et déterminer le réactif limitant.
9. Justifier alors la couleur du premier filtrat (question 5.).
10. Quel est probablement le solide brun éliminé après la première filtration ?

Lors de l'ajout d'acide chlorhydrique, l'ion benzoate  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^- (\text{aq})$  réagit avec l'ion oxonium  $\text{H}_3\text{O}^+ (\text{aq})$  pour former l'acide benzoïque  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH} (\text{aq})$ .

11. Écrire l'équation de cette réaction chimique.
12. Justifier la cristallisation de l'acide benzoïque lors de l'ajout d'acide chlorhydrique.
13. Pourquoi lave-t-on les cristaux à l'eau froide ?
14. Quelle méthode aurait-on pu employer si le produit d'intérêt avait été soluble dans le solvant ?
15. Comment pourrait-on purifier le produit obtenu s'il est solide ? Et s'il est liquide ?

## Conclusion

### Document 2 : Détermination du rendement d'une synthèse

Le calcul du rendement permet de déterminer l'efficacité d'une synthèse chimique. L'intérêt du chimiste sera déterminer des conditions opératoires permettant de l'optimiser pour s'approcher le plus près possible de 100%. Les pertes de rendement peuvent avoir diverses origines: réactions parasites, pertes lors des diverses étapes de la synthèses (filtration, séchage, recristallisation...).

Le rendement est souvent noté  $\eta$  :

$$\eta = \frac{\text{quantité de matière obtenue expérimentalement}}{\text{quantité de matière maximale théorique}} = \frac{\text{masse expérimentale}}{\text{masse maximale théorique}}$$

La masse de produit obtenu est la masse synthétisée, déterminée par pesée du produit obtenu.

La masse de produit théorique est la masse de produit correspondant à un rendement de 100%. Elle doit donc être calculée à partir de la masse des réactifs.

16. Rappeler le principe d'une chromatographie.
17. Interpréter le chromatogramme et conclure.
18. Déterminer la quantité de matière maximale d'acide benzoïque qu'on pourrait obtenir théoriquement.
19. Calculer le rendement  $\eta$  de la réaction et commenter.