

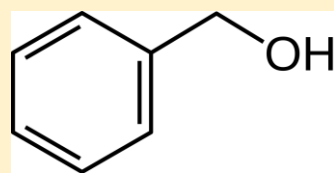
TP 13 : Synthèse d'un conservateur, l'acide benzoïque



Dans cette activité, on réalisera toutes les étapes d'une synthèse organique pour obtenir et caractériser de l'acide benzoïque, un conservateur qu'on trouve naturellement dans le fruit de canneberges (cramberries)

Etape 1 : Stratégie de synthèse

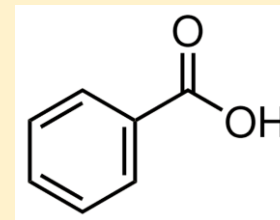
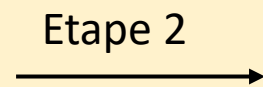
L'acide benzoïque peut-être synthétisé en deux étapes en utilisant l'alcool benzylique comme précurseur :



Alcool benzylique

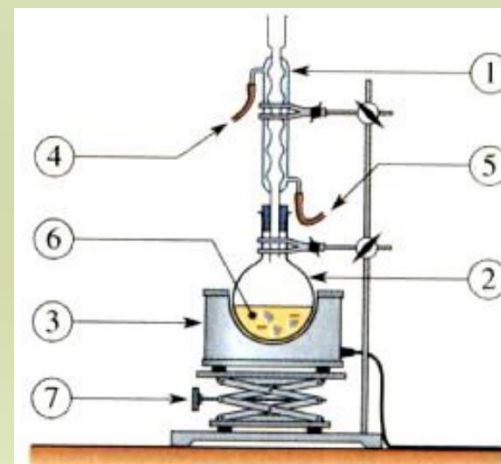


Produit A



Acide benzoïque

- ❑ En vous aidant de la banque de réactions, et des documents en fin de diaporama, proposer une stratégie de synthèse permettant de passer de l'alcool benzylique à l'acide benzoïque. Vous identifierez les conditions expérimentales de l'étape 1 et 2 et donnerez la formule topologique de l'espèce A.
- ❑ Proposer ensuite un protocole expérimental permettant de réaliser la synthèse et l'extraction de l'acide benzoïque. Vous légenderez pour cela le montage ci-contre et complétez avec les étapes importantes



Etape 2 : Réalisation du protocole

- ❑ Réaliser le protocole précédent à partir de 2,5 mL d'acide benzoïque, 100mL de solution de permanganate de potassium à $0,2 \text{ mol.L}^{-1}$ (déjà introduit dans le ballon) et 2g de carbonate de calcium. **Attention : faire vérifier le montage avant de commencer le chauffage.**
- ❑ Pendant le chauffage, déterminer le réactif limitant de la réaction et en déduire la masse maximale d'acide benzoïque formé en supposant la réaction totale.

Espèce chimique	Alcool benzylique	Acide benzoïque
Aspect	Liquide incolore à l'odeur douce et florale	Solide blanc
Masse volumique (en g.mL^{-1})	1,04	
Masse molaire (en g.mol^{-1})	108	122
Température de fusion		122,35°C

- ❑ Après une trentaine de minutes de chauffage, mener le protocole à son terme et récupérer l'acide benzoïque solide dans un bécher.

Etape 2 : Purification

L'acide benzoïque obtenu n'est pas pur. Il contient encore des traces d'alcool benzylique. On doit donc procéder à une recristallisation.

La recristallisation est une technique expérimentale qui permet de purifier un solide. La méthode consiste à dissoudre le solide dans un minimum de solvant chaud, puis, une fois que tout est dissous, à laisser refroidir le solvant. Le choix du solvant est important; il doit posséder les caractéristiques suivantes :

- Le solide et les impuretés doivent être solubles dans le solvant chaud
- Les impuretés doivent rester solubles dans le solvant froid, mais pas le solide.

Ainsi, en laissant le solvant refroidir, seul le solide pourra cristalliser, les impuretés restant dissoutes dans le solvant. On obtient alors un solide pur (visible d'aspect).

- Le solvant utilisé pour la recristallisation de l'acide benzoïque est l'eau. Justifier pourquoi en vous aidant du document 1.
- Procéder à la recristallisation de l'acide benzoïque, puis filtrer les cristaux obtenus sur Büchner

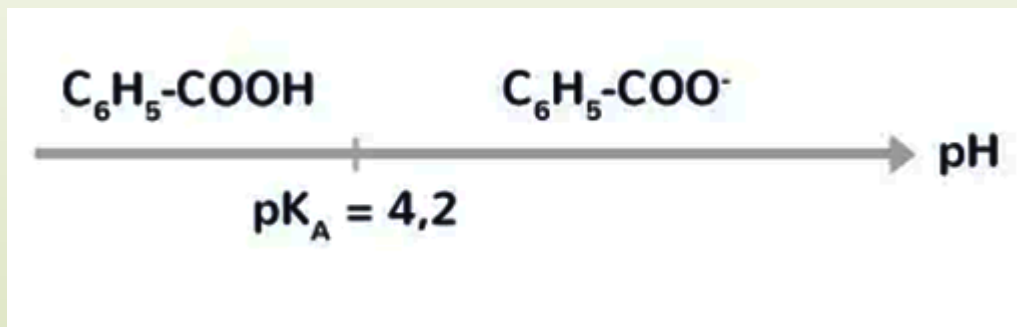
Etape 3 : Caractérisation

- ❑ Vérifier la pureté du solide obtenu en mesurant son point de fusion sur banc Kofler.



Document 1 : Informations sur les espèces disponibles

Diagramme de prédominance de l'acide benzoïque



Solubilité

Solvant	Alcool benzylique	Acide benzoïque
Eau chaude	Soluble	Soluble
Eau froide	Soluble	Insoluble
Ethanol	Très soluble	Très soluble
Acétone	Très soluble	Très soluble

Propriétés des espèces :

- L'alcool benzylique est nocif par ingestion et inhalation
- Le permanganate de potassium est un bon oxydant en milieu acide et en milieu basique. Dans les deux cas, il forme lors de la réaction un solide brun de dioxyde de manganèse MnO_2 .
- Le carbonate de calcium est un solide blanc soluble dans l'eau qui libère des ions carbonate CO_3^{2-} du couple acide-base : HCO_3^-/CO_3^{2-}