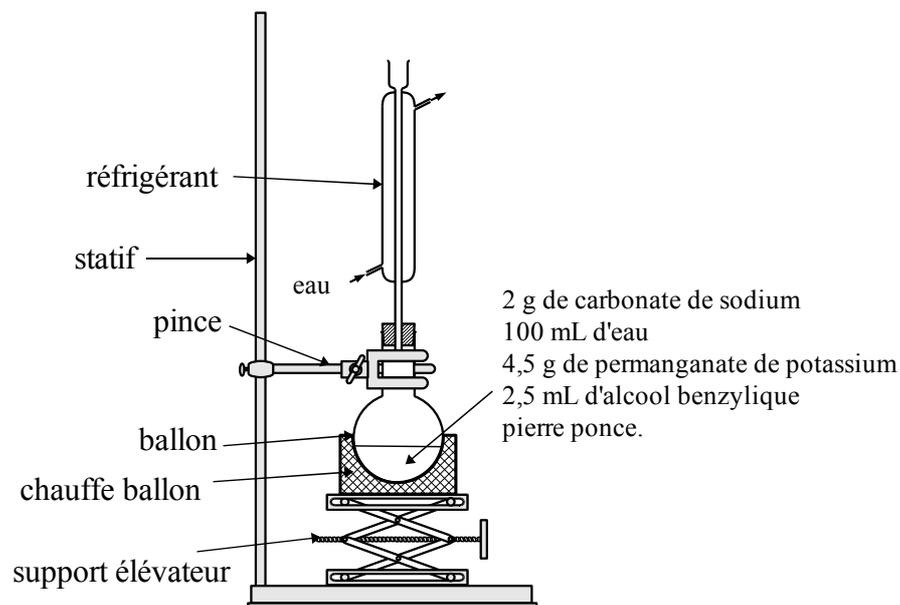


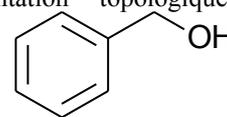
Préparation de l'acide benzoïque - corrigé

II- Synthèse de l'acide benzoïque

1) Montage de chauffage à reflux.

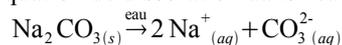


2) Représentation topologique de l'alcool benzylique

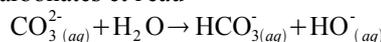


C'est un alcool de classe I (= alcool primaire) car le carbone lié au groupe fonctionnel est lié à un unique atome de carbone.

3) Formule brute du carbonate de sodium Na_2CO_3
Equation de dissolution dans l'eau.



4) Ecrire l'équation bilan la réaction entre les ions carbonates et l'eau



Il s'agit-il d'une réaction acido-basique car il y a un transfert de proton H^+ .

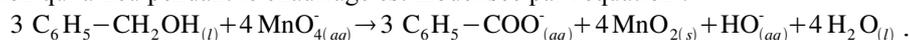
5) Le chauffage permet d'accélérer la synthèse (en augmentant la température, on augmente la mobilité des espèces chimiques donc on augmente les « chances » de rencontre donc on accélère la réaction).

La pierre ponce sert à régulariser l'ébullition.

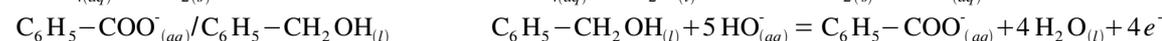
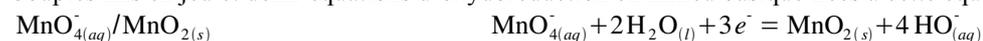
Le réfrigérant permet de condenser les espèces chimiques qui atteindraient leur température d'ébullition au cours du chauffage. On évite ainsi la perte d'espèces chimiques à l'état gazeux en évitant les surpressions car le réfrigérant est ouvert en haut. On parle de bouchon thermique.

On parle de chauffage à reflux car les espèces chimiques passées à l'état gazeux sous l'action de la chaleur sont condensées et reviennent à l'état liquide dans le mélange réactionnel.

6) La transformation qui a lieu pendant le chauffage est modélisée par l'équation :



Couples mis en jeu et demi-équations d'oxydoréduction en milieu basique liées à cette équation.



7) masse d'alcool benzylique introduite : $m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}} = V_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}} \times d_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}} = 2,5 \times 1,05 = 2,625 \approx 2,6 \text{ g}$

quantité d'alcool benzylique introduite : $n_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}} = \frac{m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}}}{M_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}}} = \frac{2,625}{108} \approx 2,4 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$

quantité d'ions permanganates introduite : $n_{\text{MnO}_4^-} = \frac{m_{\text{MnO}_4^-}}{M_{\text{KMnO}_4}} = \frac{4,5}{158} \approx 2,8 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$

	avancement	$3 \text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}_{(l)} + 4 \text{MnO}_4^-_{(aq)} \rightarrow 3 \text{C}_6\text{H}_5\text{-COO}^-_{(aq)} + 4 \text{MnO}_{2(s)} + \text{HO}^-_{(aq)} + 4 \text{H}_2\text{O}_{(l)}$					
état initial	0	$2,4 \cdot 10^{-2}$	$2,8 \cdot 10^{-2}$	0	0	0	excès
état intermédiaire	x	$2,4 \cdot 10^{-2} - 3x$	$2,8 \cdot 10^{-2} - 4x$	3x	4x	x	excès
état final	x_{max}	$2,4 \cdot 10^{-2} - 3x_{\text{max}}$ 0,003	$2,8 \cdot 10^{-2} - 4x_{\text{max}}$ 0	$3x_{\text{max}}$ $2,1 \cdot 10^{-2}$	$4x_{\text{max}}$ $2,8 \cdot 10^{-2}$	x_{max} $0,7 \cdot 10^{-2}$	excès

$$2,4 \cdot 10^{-2} - 3x \geq 0 \Leftrightarrow x \leq 0,008 \text{ mol} \quad \text{et} \quad 2,8 \cdot 10^{-2} - 4x \geq 0 \Leftrightarrow x \leq 0,007 \text{ mol}$$

donc $x_{\text{max}} = 0,007 \text{ mol}$ L'alcool benzylique est légèrement en excès. Les ions permanganates constituent le réactif limitant.

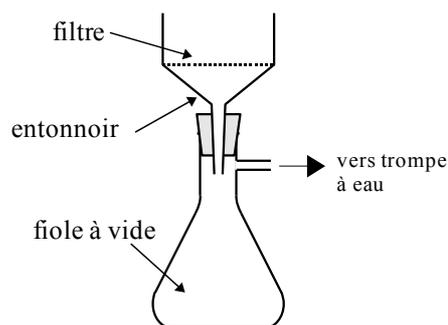
Rq : il n'est pas utile de remplir les cases grisées pour répondre à cette question.

8) Les espèces présentes dans le milieu réactionnel à la fin du chauffage si on considère que la réaction est totale sont :

- alcool benzylique (introduit en excès)
- ions hydrogénocarbonate (issus de l'action de l'eau sur les ions carbonate) et ions carbonate éventuellement
- oxyde de manganèse, ions benzoate et ions hydroxyde (formés)
- eau (introduite + formée)
- ions potassium et ions sodium (spectateurs)

III- Extraction de l'acide benzoïque

1) Dispositif de filtration sur Büchner.

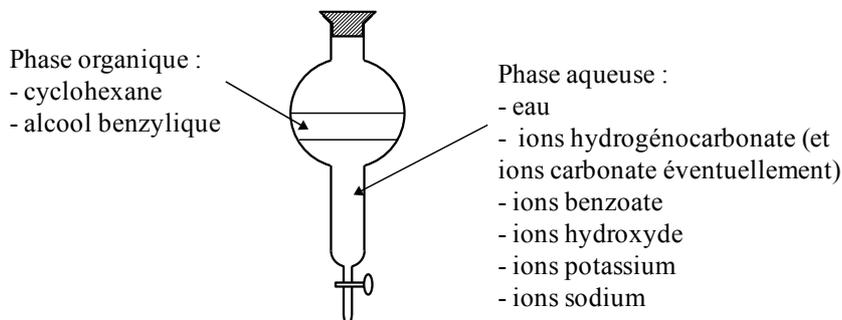


Le robinet doit être ouvert au maximum, il faut assurer l'étanchéité du système en utilisant un joint et en humidifiant le filtre avec le solvant du milieu réactionnel. Si l'on souhaite récupérer le filtrat, il faut éviter un éventuel retour d'eau en débranchant la trompe à vide avant de fermer le robinet.

2) Le filtrat est ce qui est récupéré dans la fiole à vide : il s'agit de tous les composés non solides : alcool benzylique, ions hydrogénécarbonate (et ions carbonate éventuellement), ions benzoate, ions hydroxyde, ions potassium et ions sodium, eau.

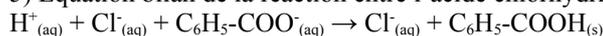
3) La phase organique est en haut dans l'ampoule à décanter car le cyclohexane est moins dense que l'eau.

4)



Toujours penser à dégazer régulièrement (en ouvrant le robinet) lors de l'utilisation d'une ampoule à décanter.

5) Equation bilan de la réaction entre l'acide chlorhydrique et l'ion benzoate.



C'est une réaction acido-basique.

6) On place l'erlenmeyer dans un bain de glace car l'acide benzoïque formé est moins soluble dans l'eau froide. Le but est de cristalliser (= rendre solide) le plus d'acide benzoïque possible.

7) Les composés minéraux éliminés lorsqu'on lave les cristaux d'acide benzoïque sont :

- les ions hydrogénécarbonate (et ions carbonate éventuellement)
- les ions hydroxyde
- les ions potassium
- les ions sodium

mais aussi l'acide benzoïque non cristallisé.

On utilise de l'eau froide pour le rinçage afin d'éviter de solubiliser l'acide benzoïque.

8) D'après le tableau d'avancement, la quantité de matière théorique d'ions benzoate que l'on aurait pu obtenir est :

$$n_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-COO}^- \text{ formé lors du chauffage}} = 2,1 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

$$\text{Or } n_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH après ajout d'acide}} = n_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-COO}^- \text{ formé lors du chauffage}}$$

$$\text{Donc } m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH}} = n_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH}} \times M_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH}} = 2,1 \cdot 10^{-2} \times 122 \approx 2,6 \text{ g}$$

La masse théorique maximale d'acide benzoïque qu'on peut ainsi récupérer est de 2,6 g.

$$10) \text{ rendement} = \frac{m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH expérimentale}}}{m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH théorique maximale}}}$$

Le rendement ainsi trouvé est supérieur à 100% car l'acide benzoïque formé n'est pas sec, il faudrait le passer à l'étuve pour éliminer toute l'eau.

Compléments :

Pour prouver que le produit obtenu est de l'acide benzoïque il existe différentes méthodes :

- Analyse de la pureté par chromatographie à partir de deux dépôts :

- un dépôt correspond à une solution alcoolique d'acide benzoïque du laboratoire.
- l'éluant est un mélange : 2/3 de cyclohexane + 1/3 de propanone.

On n'utilise pas d'eau dans laquelle l'acide benzoïque est soluble.

- le révélateur est le vert de bromocrésol (il permet de rendre les tâches visibles)

- l'autre dépôt correspond à une solution alcoolique du produit que l'on vient de fabriquer.

- si on a fabriqué de l'acide benzoïque pur les deux chromatogrammes sont identiques. Si l'acide benzoïque fabriqué n'est pas pur : il y aura une tache au niveau de l'acide benzoïque mais il peut y avoir d'autres taches (impuretés).

- Vérification du point de fusion : pour cela on utilise le banc Kofler et on compare la température de fusion de solide préparé à celle d'acide benzoïque du laboratoire.