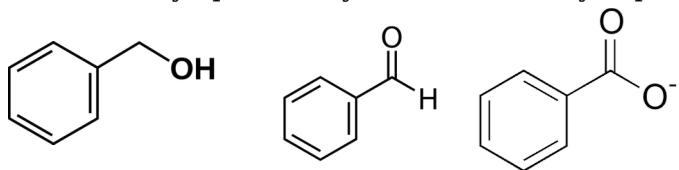


**Synthèse d'un conservateur alimentaire : l'acide benzoïque(E210)****I. Étape 1 de la synthèse****Doc 1 : Principe**

L'alcool benzylique est oxydé en benzaldéhyde puis en anion benzoate



Alcool benzylique    Benzaldéhyde    ion benzoate

**Doc 2 : Protocole**

Dans un ballon de 500 mL, introduire :

- quelques grains de pierre ponce,

- 2,0g de carbonate de sodium Na<sub>2</sub>CO<sub>3(s)</sub>,

- 2,4mL d'alcool benzylique (situé sous la hotte),

- 4,5 g de permanganate de potassium (K<sup>+</sup><sub>(aq)</sub> + MnO<sub>4</sub><sup>-</sup><sub>(aq)</sub>).

Chauffer à reflux pendant 30 minutes (Voir figure 1).

Couper le chauffage et abaisser le support élévateur.

Après environ cinq minutes, refroidir le ballon avec de l'eau du robinet.

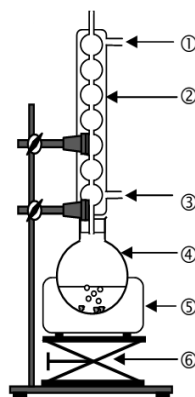
**Doc 3 : Montage**

Figure 1  
Chauffage à reflux

**Doc 4 : Comparaison avant-après**

Début de la réaction

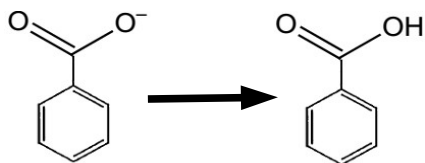


Fin de la réaction



**Questions**

- La coloration du filtrat est-elle en accord avec la détermination précédente du réactif limitant ?
- Nommer les points 1 à 6 du montage de filtration sous pression réduite.
- Indiquer la valeur du pH du filtrat.

**III. Étape 3 de la synthèse****Doc 6 : Transformation de l'anion benzoate en acide benzoïque**

Refroidir le filtrat dans un bain de glace.

Ajouter progressivement 40 mL d'une solution d'acide chlorhydrique ( $\text{H}_3\text{O}^+ + \text{Cl}^-$ ) concentré.

Effectuer une filtration sur Büchner.

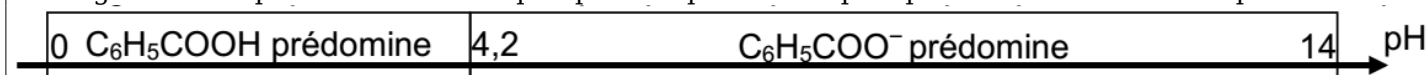
Après avoir taré une capsule de pesée, mesurer la masse de produit obtenu.

Mesurer le pH du filtrat, noté  $\text{pH}_2$ .

**Doc 7 : Diagramme de prédominance : acide benzoïque / anion benzoate :**

Selon le pH du milieu réactionnel l'acide benzoïque peut se transformer en anion benzoate. Ces deux espèces chimiques forment un couple acide/base.

Le diagramme de prédominance indique quelle espèce est la plus présente en fonction du pH.

**Doc 8 : Solubilité**

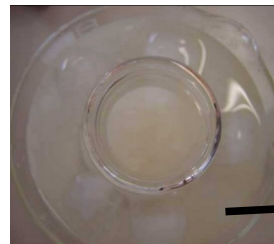
Solubilité : C'est la masse maximale de soluté que l'on peut dissoudre dans un litre de solution.

Solubilité de l'anion benzoate dans l'eau :  $650 \text{ g.L}^{-1}$  à  $25^\circ\text{C}$ .

Solubilité de l'acide benzoïque dans l'eau :  $1,7 \text{ g.L}^{-1}$  à  $0^\circ\text{C}$  ;  $2,1 \text{ g.L}^{-1}$  à  $10^\circ\text{C}$  ;  $3,4 \text{ g.L}^{-1}$  à  $25^\circ\text{C}$  ;  $68 \text{ g.L}^{-1}$  à  $95^\circ\text{C}$ .

**Doc 9 : Observations**

Erlenmeyer dans la glace avant ajout d'acide



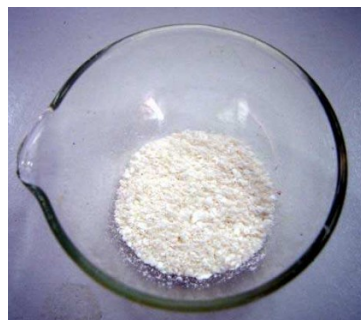
Erlenmeyer dans la glace après ajout d'acide

**Questions**

- Écrire l'équation de cette réaction rendue possible par l'ajout d'acide chlorhydrique (les anions chlorure étant spectateurs). Quelle particule se sont échangés les réactifs ?
- En consultant le diagramme de prédominance de l'acide benzoïque, indiquer quelle espèce prédomine dans le filtrat n°1.
- Après ajout d'acide chlorhydrique, quelle est la valeur du pH du filtrat n°2 ? Quelle espèce prédomine alors ?
- En consultant les données relatives à la solubilité expliquer l'apparition du solide blanc.

**Fin de l'étape 3**

Filtrage sur Büchner du solide obtenu



Le solide après séchage à l'étuve

**IV. Étape 4 de la synthèse****Doc 10 : Vérification de la pureté du produit obtenu**

Le banc de Köfler est constitué d'une surface métallique inoxydable chauffée par un dispositif permettant la décroissance continue de la température sur la longueur du banc. La substance à analyser est déposée directement sur la surface du banc.

On visualise la délimitation entre la phase solide et liquide, un index mobile permet de lire la température correspondante.



Étalonnage du banc de Köfler à 159°C

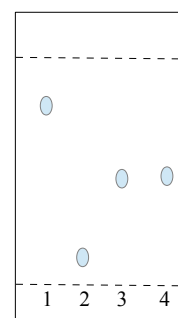


Lecture de la température de fusion du produit

**Doc 11 : Chromatographie**

Pour vérifier la pureté d'un produit, on peut utiliser la chromatographie sur couche mince.

On a déposé sur la plaque en 1 une goutte d'alcool benzylique, en 2 une goutte de benzaldéhyde, en 3 une goutte de solution aqueuse d'acide benzoïque commercial et en 4 une goutte de solution aqueuse obtenue par dissolution du solide blanc obtenu lors du TP. Après élution et révélation sous lampe à UV, on obtient le chromatogramme reproduit ci-après.

**Questions**

13. Quelle est la température de fusion du produit formé ? Sachant que la température de fusion de l'acide benzoïque :  $T_f = 122^\circ\text{C}$ , conclure sur sa pureté.

14. D'après la chromatographie, le produit obtenu est-il pur ?

15. Ce résultat est-il compatible avec la détermination précédente du réactif limitant ?

**V. Rendement****Doc 12 : Rendement**

On appelle rendement  $\eta$  le rapport de la quantité de produit  $n_{\text{effectif}}$  effectivement obtenue à la quantité de matière de produit  $n_{\text{max}}$  qu'on aurait pu obtenir :

$$\eta = \frac{n_{\text{effectif}}}{n_{\text{max}}}$$

**Doc 13 : résultat de l'expérience**

Pesée du produit formé

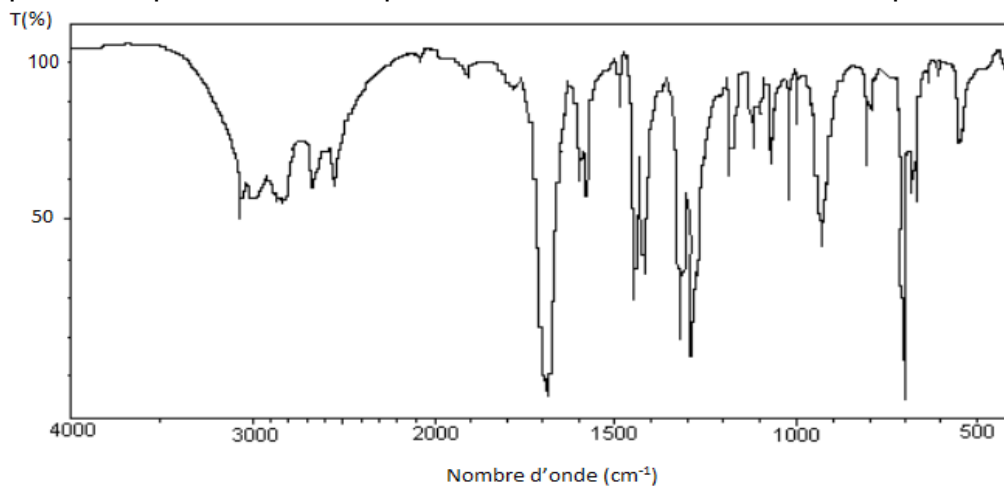
**Données :**Masse molaire moléculaire de l'acide benzoïque :  $M = 122 \text{ g.mol}^{-1}$ 

16. Déterminer le rendement de la synthèse. Commenter ce résultat.

La purification consiste à éliminer les impuretés ou des traces de solvant contenues dans le solide afin d'obtenir un produit pur.

Un produit impur qu'il faut purifier par recristallisation.

Pour vérifier la pureté du produit obtenu après recristallisation, on réalise un spectre infrarouge :



17. Le produit synthétisé puis recristallisé est-il pur ? Vous utiliserez le rabat V de votre livre pour justifier votre réponse.