

Schématiser sur votre feuille les différentes étapes de la manipulation.

I. Synthèse de l'acide benzoïque

Manipulation 1 : Synthèse du benzoate de sodium par oxydation de l'alcool benzylique $C_6H_5-CH_2OH$ par le permanganate de potassium en milieu basique

1. Protocole expérimental

- Introduire dans un ballon :
 - 40 mL d'eau distillée (éprouvette)
 - 0,80 g de carbonate de sodium solide (verre de montre et balance au cg)
 - 1,80 g de permanganate de potassium solide.
 - 1,0 mL d'alcool benzylique (pipette jaugée).
 - quelques grains de pierre ponce.
- Agiter et éventuellement ajouter un peu d'eau distillée pour aider les particules solides à descendre dans le mélange.
- Placer le ballon dans un chauffe-ballon, et adapter un réfrigérant vertical (reflux).
- Porter à ébullition puis régler le chauffage de façon à avoir une ébullition douce pendant 20 minutes (régulateur en position 4). **SURVEILLER** ! Des projections sales et chaudes sont possibles.
- Retirer le chauffe-ballon et laisser refroidir le ballon en le posant sur le verre à pied puis en le passant sous l'eau froide.
- Filtrer le mélange obtenu.

Remarque : on se place ici en léger défaut d'oxydant pour ne pas être gêné par la couleur du permanganate dans les opérations ultérieures.

Manipulation 2 : Purification du benzoate de sodium et formation de l'acide benzoïque

2. Élimination des composés organiques

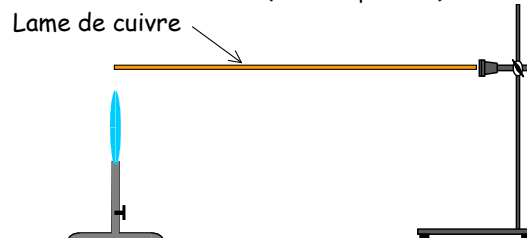
- Verser le filtrat dans une ampoule à décanter.
- Ajouter 20 mL environ de cyclohexane ; repérer les phases organique et aqueuse.
- Agiter et dégazer plusieurs fois ; laisser décanter.
- Enlever le bouchon et recueillir la phase aqueuse dans un erlenmeyer de 100 mL.

3. Formation de l'acide benzoïque

- Placer l'erlenmeyer contenant la phase aqueuse dans un cristalliseur rempli d'eau et de glace et ajouter dans l'erlenmeyer de l'acide chlorhydrique concentré (gants + lunettes) gouttes à gouttes (tube pipette souple) jusqu'à ce qu'il ne se forme plus de nouveaux cristaux.
- Filtrer à nouveau sur filtre Büchner et laver modérément les cristaux obtenus à l'eau distillée afin d'éliminer les composés minéraux restants.
- Recueillir les cristaux secs obtenus.

NB : le filtre Büchner permet une filtration plus rapide en travaillant sous un vide partiel réalisé à la trompe à eau.

Manipulation 3 : Identification de l'acide benzoïque
Banc Kofler « artisanal » (voir lien plus bas).



La poudre obtenue et de l'acide benzoïque du commerce sont déposés sur la lame de cuivre (zone froide) et déplacés vers la zone chaude.

Qu'observe-t-on ?

Que peut-on en déduire ? Pourquoi ?

II. Quelques données

- L'acide benzoïque, de formule C_6H_5-COOH , est un solide blanc, qui fond à $122\text{ }^\circ\text{C}$. C'est un acide dont la base conjuguée est l'ion benzoate : $C_6H_5-COOH / C_6H_5-COO^-$
- L'acide benzoïque est un composé moléculaire assez soluble dans des solvants organiques comme le cyclohexane ou le dichlorométhane, par contre, l'acide benzoïque est peu soluble dans l'eau : à $25\text{ }^\circ\text{C}$, sa solubilité dans l'eau est de $2,4\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$; à $10\text{ }^\circ\text{C}$, elle est de $1,5\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$.
- Le benzoate de sodium ($C_6H_5-COO^- + Na^+$), composé ionique, est au contraire très soluble dans l'eau : $600\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ à $25\text{ }^\circ\text{C}$.
- Dans les aliments, l'acide benzoïque et les ions benzoate sont utilisés comme conservateurs car ils ont des propriétés *fongicides*, même à faible dose (boissons, sodas...).
- En milieu basique, il se forme du dioxyde de manganèse, solide brun par action de l'alcool benzylique sur le permanganate de potassium, dont l'équation de réaction est la suivante :

$$3 C_6H_5-CH_2OH + 4 MnO_4^- \rightarrow 3 C_6H_5-COO^- + 4 MnO_2 + HO^- + 4 H_2O$$
- L'alcool benzylique et l'acide benzoïque sont très peu solubles dans l'eau mais très solubles dans le dichlorométhane ou le cyclohexane.

III. Questions

- 1- Quel est le rôle de la pierre ponce dans cette expérience ? Que signifie « fongicide » ?
- 2- Expliquer pourquoi le carbonate de sodium introduit permet d'être en milieu basique. Écrire l'équation de la réaction correspondante. Couples acide/base : HCO_3^- / CO_3^{2-}
- 3- Quelle est la classe de l'alcool benzylique de formule $C_6H_5-CH_2OH$? Montrer qu'il est bien introduit en léger excès. ($\mu = 1,05\text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$; $M(KMnO_4) = 158\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$; $M(C_6H_5-CH_2OH) = 108\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$.)
- 4- Quel est le rôle du réfrigérant à eau ?
- 5- Quel solide est éliminé du mélange réactionnel lors de la première filtration ?
- 6- Dans l'ampoule à décanter, quelles sont les espèces chimiques présentes dans la phase aqueuse ?
- 7- Écrire l'équation de la réaction entre l'acide chlorhydrique et l'ion benzoate. Est-ce une réaction d'oxydoréduction ?
- 8- Au moment de la formation de l'acide benzoïque, pourquoi place-t-on l'erlenmeyer dans un cristalliseur contenant de l'eau glacée ?
- 9- Quels sont les composés minéraux éliminés lorsque l'on lave les cristaux d'acide benzoïque sur le filtre Büchner ?

http://culturesciences.chimie.ens.fr/dossiers-experimentale-analyse-autresdocs-Film_banc_Kofler.html

