

Travaux pratiques : synthèse de l'acide benzoïque

Objectif: réaliser la synthèse d'un composé organique.				
Compétence évaluée	A	B	C	D
Mettre en œuvre un protocole expérimental				

Première partie : protocole de la synthèse.

L'acide benzoïque de formule C_6H_5-COOH est un acide carboxylique dont la chaîne carbonée est un cycle benzénique. Il est très utilisé dans l'industrie agro-alimentaire en tant que conservateur. Sa synthèse est réalisée en oxydant l'alcool benzylique de formule $C_6H_5-CH_2OH$ par les ions permanganates en milieu basique. Le mélange réactionnel est rendu basique par l'ajout de carbonate de sodium.

Manipulation n°1

- Introduire dans un ballon, dans l'ordre :
 - 2,00 g de carbonate de sodium,
 - 100 mL d'eau distillée,
 - 4,5 g de permanganate de potassium,
 - 2,5 mL d'alcool benzylique,
 - quelques grains de pierre ponce.
- Observer le schéma du montage en annexe.
- Placer le ballon dans le chauffe-ballon, adapter le réfrigérant et chauffer à reflux à ébullition douce pendant 25 minutes.

Questions :

- Ecrire la formule topologique de l'acide benzoïque et de l'alcool benzylique. A quel classe d'alcool ce dernier appartient-il ?
- Ecrire la demi-équation électronique du couple ion permanganate/ion manganèse MnO_4^- / Mn^{2+} en milieu acide.
- Ecrire la demi-équation électronique du couple acide benzoïque/alcool benzylique en milieu acide, en utilisant les formules semi-développées, puis les formules topologiques.
- En déduire l'équation de la réaction entre l'ion permanganate et l'alcool benzylique en milieu acide.
- En milieu basique, le réducteur associé à l'ion permanganate est le dioxyde de manganèse. Ecrire la demi-équation électronique du couple MnO_4^- / MnO_2 en milieu basique, en additionnant de part et d'autre des ions HO^- en quantités adéquates à partir de l'équation écrite en milieu acide.
- Procéder de même pour le couple acide benzoïque/alcool benzylique en milieu basique.
- En déduire l'équation de réaction de la synthèse réalisée.
- les ions carbonate CO_3^{2-} réagissent avec l'eau selon une réaction acido-basique. Les couples mis en jeu sont :

$$HCO_3^-(aq) / CO_3^{2-}(aq) \quad H_2O(l) / HO^-(aq)$$
 Ecrire les demi-équations acido-basiques et l'équation de la réaction entre les ions carbonates et l'eau.
- En déduire la façon dont le carbonate de sodium rend basique le mélange réactionnel.
- Nommer les différents éléments du montage de synthèse.

Deuxième partie : extraction de l'acide benzoïque du mélange à l'état final.

Manipulation n°2

- Retirer le chauffe-ballon et laisser refroidir le mélange.
- Observer le schéma de la manipulation en annexe.
- Filtrer sous vide à l'aide du filtre Büchner.
- Verser le filtrat dans une ampoule à décanter. Ajouter environ 40 mL de dichlorométhane.
- Agiter lentement en prenant soin de dégazer. Laisser décanter.

- Recueillir la phase aqueuse dans un erlenmeyer. Placer l'erlenmeyer dans un bain de glace. Ajouter avec précaution 10 mL d'acide chlorhydrique.
- L'acide benzoïque cristallise. Filtrer sous vide de nouveau et sécher l'acide benzoïque.
- Peser le produit obtenu.

Questions :

- Légender le montage de filtration sous vide.
- Quelles sont les espèces chimiques présentes à la fin de la synthèse ? Quelles sont celles présentes dans le filtrat ?
- Quel est l'objectif de l'extraction au dichlorométhane ? Que reste-t-il dans la phase aqueuse après cette opération ?
- Expliquer la formation d'acide benzoïque lorsque l'on ajoute l'acide chlorhydrique.
- Montrer que l'alcool était en excès lors de la synthèse.
- Calculer la masse théorique d'acide benzoïque que l'on aurait pu obtenir.
- Calculer le rendement de cette synthèse.

Tableau de données

Nom	Formule	M (g.mol ⁻¹)	θ_{fus} (°C)	Solubilité dans l'eau	d
Alcool benzylique	C ₆ H ₅ -CH ₂ OH	108	- 15,3	Soluble	1,05
Benzoate de sodium	C ₆ H ₅ -COONa	144	> 300	Très soluble	-
Acide benzoïque	C ₆ H ₅ -COOH	122	122	Peu soluble	-
Permanganate de potassium	KMnO ₄	158	50	Soluble	-
Dichlorométhane	CH ₂ Cl ₂	85	- 95	Non miscible	1,32

Fiche-méthode : équilibrer une demi-équation d'oxydo-réduction d'un couple oxydant/réducteur en milieu basique

Procédure	Exemple
On écrit les 2 membres du couple en équilibrant le métal.	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} \rightleftharpoons 2\text{Cr}^{3+}$
En solution aqueuse, on équilibre les éléments oxygène O avec de l'eau (solvant de la solution aqueuse)	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} \rightleftharpoons 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$
En milieu acide, on rajoute des ions hydrogène pour équilibrer les éléments hydrogène H	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ \rightleftharpoons 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$
Les électrons équilibrent les charges !	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ + 6\text{e}^- \rightleftharpoons 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$
En milieu basique, on rajoute des ions hydroxyde HO ⁻ pour neutraliser les ions H ⁺	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ + 14\text{HO}^- + 6\text{e}^- \rightleftharpoons 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O} + 14\text{HO}^-$
$\text{H}^+ + \text{HO}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O}$	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}_2\text{O} + 6\text{e}^- \rightleftharpoons 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O} + 14\text{HO}^-$
On simplifie les molécules d'eau excédentaires	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 7\text{H}_2\text{O} + 6\text{e}^- \rightleftharpoons 2\text{Cr}^{3+} + 14\text{HO}^-$

Schéma du montage à reflux

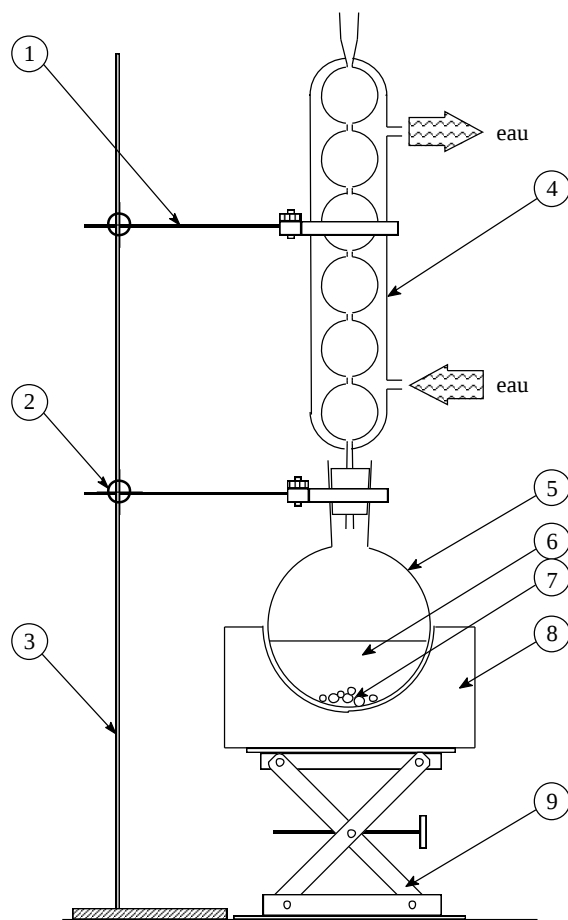


Schéma de la filtration sous vide

