

# SYNTHÈSE DE L'ACIDE BENZOÏQUE (= ADDITIF E 210)

## Données de sécurité :

Composé	Densité	T <sub>fus</sub> / T <sub>éb</sub>	Sécurité	
Acide benzoïque	-	T <sub>fus</sub> = 122,3°C T <sub>éb</sub> = 250°C		H315 H318 H372
Alcool benzylique	1,04	T <sub>fus</sub> = - 15°C T <sub>éb</sub> = 205°C		H302 H332
Solution de permanganate de potassium	-	-		
Solution d'hydroxyde de sodium	-	-		
Solution aqueuse d'acide chlorhydrique	-	-		

## Données numériques

### Propriétés de l'acide benzoïque :

- Solubilité dans l'eau : 2,4 g.L<sup>-1</sup> à 20°C et 68 g.L<sup>-1</sup> à 95°C
- Solubilité du benzoate de sodium : 400 g.L<sup>-1</sup> à 20°C
- pK<sub>A</sub> ( PhCOOH / PhCOO<sup>-</sup> ) = 4,2 à 25°C
- T<sub>fus</sub> (PhCOOH) = 122,3°C

### Données redox :

- MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> / MnO<sub>2</sub> : E°<sub>1</sub> = 1,69 V
- PhCOOH / PhCH<sub>2</sub>OH : E°<sub>2</sub> = -0,20 V

### Données acide base :

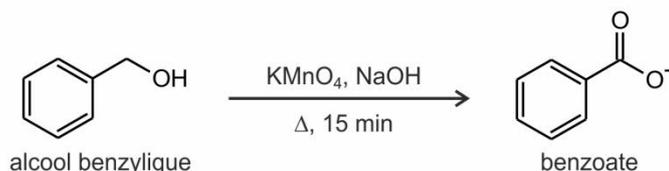
- K<sub>e</sub> = 10<sup>-14</sup>
- pK<sub>A</sub> ( Ph-COOH/PhCOO<sup>-</sup> ) = 5

# SYNTHÈSE DE L'ACIDE BENZOÏQUE

L'acide benzoïque, le benzoate de sodium ou de potassium sont couramment utilisés dans l'industrie agro-alimentaire en tant que conservateurs (respectivement E210, E211 et E212). Le rôle d'un conservateur est de protéger les denrées alimentaires des micro-organismes toxiques pour éviter un vieillissement précoce. Il est néanmoins nécessaire de contrôler l'utilisation de ces conservateurs, compte tenu de leur toxicité relative.

## 1 – Synthèse

L'acide benzoïque peut être obtenu par transformation chimique de nombreuses molécules organiques : hydrolyse du benzonitrile, oxydation du stilbène, du toluène, du benzaldéhyde, etc... Nous nous proposons de réaliser ici la synthèse de l'acide benzoïque par oxydation, en milieu basique, de l'alcool benzylique par le permanganate de potassium suivant le schéma réactionnel donné ci-dessous. Lors de cette synthèse, l'oxydant  $\text{MnO}_4^-$  se transforme en son réducteur  $\text{MnO}_2$ , solide brun (différent du réducteur usuel en milieu acide,  $\text{Mn}^{2+}$ )



**Protocole:** (*écrit en italique : ne serait pas demandé en concours, mais DOIT ETRE FAIT ici !*)

- **Étape 1 :** <sup>(1)</sup>Ajouter goutte à goutte, et pendant 20 minutes, à un mélange de 30 mL d'une solution de soude à 2 mol.L<sup>-1</sup> et 2 mL d'alcool benzylique au reflux, 40 mL d'une solution à 0,5 mol.L<sup>-1</sup> de permanganate de potassium. Maintenir au reflux encore pendant 25 minutes.  
*Vider (évier) et rincer le bécher et l'éprouvette graduée qui contenaient la soude (eau du robinet puis distillée). Garder ce bécher et cette éprouvette pour l'acide chlorhydrique de l'étape 3.*
- **Étape 2 :** Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Si la solution surnageante est légèrement rose, appeler l'examineur.  
*Démonter l'ampoule de coulée dès que la température est acceptable pour contact manuel, et la nettoyer à l'aide d'un peu de la solution d'acide oxalique fournie (bidon "sels").*
- **Étape 3 :** <sup>(2)</sup> Filtrer le brut réactionnel sur célite, dans un büchner propre et vide.  
Transvaser le filtrat dans un erlenmeyer de 250 mL à col large, maintenu à 0°, ajouter un barreau aimanté, et, sous agitation douce, <sup>(3)</sup> acidifier la solution avec de l'acide chlorhydrique concentré, jusqu'à obtenir un pH voisin de 1.  
<sup>(4)</sup>Laver le solide avec un minimum d'eau distillée glacée et l'essorer.
- **Étape 4 :** <sup>(5)</sup>Purification du produit : Recristalliser dans de l'eau. Essorer le produit purifié, et le laisser sécher à l'étuve à 80°C. Prendre alors un point de fusion, et un spectre IR pour identification.
- **Nettoyage :** *laver le ballon à l'aide d'un peu d'acide oxalique (bidon "sels") (Ecouvillon disponible). Laver toute la vaisselle à l'eau du robinet (caisses bleues). Les solides et les gants seront jetés dans la poubelle rouge. Ranger les pinces dans les tiroirs (laisser les noix en place). Ranger les agitateurs chauffants et chauffe-ballon dans les placards.*

## 2- Questions

1. Effectuer le montage nécessaire à l'étape 1 et appeler l'examineur pour vérification.
2. A l'aide des données de sécurité des différents réactifs et produits, indiquer quelle(s) étape(s) nécessite(nt) une précaution particulière, et laquelle ?
3. Reproduire et <sup>(6)</sup>compléter le tableau d'engagement suivant :

Espèce	Masse molaire ( $g.mol^{-1}$ )	Quantité introduite ou max obtenue (mL ou g )	Quantité en mmol
Alcool benzylique			
KMnO <sub>4</sub>			
NaOH			
Acide Benzoïque <b>Si total</b>			

4. <sup>(7)</sup>Donner un bilan critique de vos résultats. Calculer le rendement et caractériser la pureté du produit obtenu.

### Questions de l'examineur pendant la séance :

1. *Quel est le principe d'un reflux ?*
2. *Que contient le filtrat dans le büchner à la filtration sur célite de l'étape 3 ?*
3. *Pourquoi met-on l'erenmeyer dans de la glace ( étape 3 ) ? Pourquoi l'acidification fait-elle apparaître un solide?*
4. *Quelles sont les impuretés éliminées par le lavage à l'eau ( étape 3 ) ? Comment choisir un solvant de lavage?*
5. *Quel est le principe d'une recristallisation. Quelle méthode de refroidissement choisissez-vous, et pourquoi ?*
6. *Identifier la raie caractéristique du groupe C=O dans le spectre IR : est-elle différentiable de la raie du groupe C=O du benzaldéhyde? Le spectre IR montre-t-il que votre produit est sec ou pas ?*