Première S Activité : **Extraire et identifier un conservateur d'une boisson**

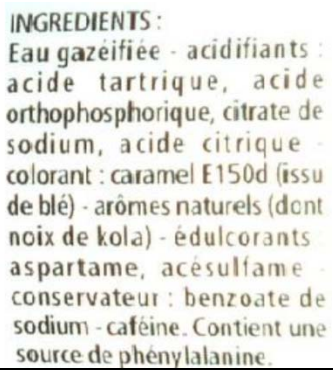
Contexte :

Les conservateurs sont des substances qui prolongent la durée de conservation des aliments en les protégeant des altérations dues aux micro-organismes. La présence d'un conservateur dans les aliments et les boissons est repérée par un code européen (E200 à E297).
L'acide benzoïque C_6H_5COOH et l'ion benzoate $C_6H_5COO^-$ sont utilisés dans l'industrie comme conservateurs alimentaires pour leurs propriétés fongicides et antibactériennes. Ils sont présents en particulier dans de nombreuses boissons gazeuses « light ». On trouve également l'acide benzoïque à l'état naturel dans des arbustes du genre Styrax (extrême orient) sous forme d'un baume ou résine appelé Benjoin ou storax.

Comment extraire un conservateur contenu dans une boisson?

Documents à votre disposition :

Information 1 : l'étiquette d'un soda light


INGREDIENTS :
Eau gazéifiée - acidifiants : acide tartrique, acide orthophosphorique, citrate de sodium, acide citrique - colorant : caramel E150d (issu de blé) - arômes naturels (dont noix de kola) - édulcorants : aspartame, acésulfame - conservateur : benzoate de sodium - caféine. Contient une source de phénylalanine.

Information 2 : à propos des solutions d'acide sulfurique concentré

« L'eau dans l'acide c'est stupide, L'acide dans l'eau c'est beau »
La réaction entre l'acide sulfurique et l'eau est très exothermique.
Lors du mélange d'une solution d'acide sulfurique et d'une solution aqueuse, il faut toujours ajouter l'acide dans l'eau et non l'inverse. L'ajout doit se faire très lentement.
Sécurité : Cf. étiquette dans la salle

Information 3 : à propos de l'acide benzoïque et du benzoate de sodium

	Acide benzoïque ***C_6H_5COOH***	Benzoate de sodium ***$C_6H_5COONa(s)$***
État physique	Solide moléculaire blanc	Solide ionique blanc
Solubilité dans l'eau	Très soluble à chaud (68 $g.L^{-1}$ à 95°C) Faiblement soluble à 25 °C (3,4 $g.L^{-1}$) Très peu soluble à froid.	Très soluble à chaud et à froid
Solubilité dans des solvants organiques	Soluble dans l'acétone, le cyclohexane et l'éther…	Peu soluble à chaud et à froid
Sécurité	Cf. étiquettes dans la salle	

Information 4 : de l'ion benzoate à l'acide benzoïque

On peut obtenir l'acide benzoïque en réalisant la réaction entre les ions benzoate, $C_6H_5COO^-_{(aq)}$ et les ions oxonium $H_3O^+_{(aq)}$ provenant d'une solution acide (comme par exemple la solution d'acide sulfurique de formule ($2H_3O^+(aq) + SO_4^{2-}(aq)$).

L'équation de la réaction est :

$$\mathbf{C_6H_5COO^-_{(aq)} + H_3O^+_{(aq)} \rightarrow C_6H_5COOH_{(aq)} + H_2O}$$

Travail à effectuer

On dispose d'une solution aqueuse « S », simulant une boisson light, qui contient de l'acide citrique, des sucres et du benzoate de sodium (E211).

1- L'extraction (40 min conseillées)

- Quel est le conservateur présent dans le soda light et dans la solution S ?
- Ecrire son équation de dissolution.
- Proposer, en utilisant les données fournies, une démarche expérimentale permettant d'extraire d'un volume V = 20,0 mL de solution « S » de l'acide benzoïque sous forme solide, $C_6H_5COOH(s)$.
- Ecrire le protocole.

Attention : La démarche expérimentale devra respecter les normes de sécurité.

- Mettre en œuvre cette démarche expérimentale après validation par le professeur.

2- L'identification par CCM (chromatographie sur couche mince) (40 min conseillées)

- Prélever quelques cristaux obtenus lors de l'extraction et les dissoudre dans environ 2 mL d'acétone.
- Placer l'éluant au fond de la cuve à chromatographie et fermer la cuve.
- Tracer une ligne de dépôt sur la plaque de silice et effectuer 2 dépôts à partir des solutions suivantes :
  - Solution d'acide benzoïque (produit de référence du laboratoire) dans l'acétone,
  - Solution obtenue à partir des cristaux dissous dans l'acétone.
- Vérifier la qualité de vos dépôts à l'aide de la lampe UV.
- Placer la plaque dans l'éluant sans faire de vagues et ne pas toucher à la cuve à chromatographie pendant l'élution !
- Après élution, sécher la plaque et observer sous une lampe UV.
- Entourer avec soin les taches obtenues.
- Coller votre chromatographie sur votre compte rendu.

- Les dépôts sont-ils purs ?
- Les dépôts contiennent-ils de l'acide benzoïque ?

3- Solubilité dans l'eau.

- Ecrire la formule semi-développée et de Lewis de l'acide benzoïque.
- Cette molécule est-elle polaire ? Justifier.
- Justifier que l'acide benzoïque est soluble dans l'eau.

4- Purification du solide obtenu par recristallisation

principe: le choix du solvant est délicat : il faut prendre un solvant dans lequel le composé à purifier est très soluble à chaud, peu soluble à froid; les impuretés sont supposées être présentes en petites quantités et rester solubles dans le solvant lors du retour aux basses températures. Si des impuretés restent insolubles à chaud, on doit « filtrer à chaud » (ce ne sera pas le cas ici). On dissout le solide à recristalliser dans un minimum de solvant à ébullition, et on laisse refroidir le mélange pour que les cristaux se forment. On filtre sur Buchner pour récupérer les cristaux formés.

- Quel solvant devra-t-on utiliser pour purifier par recristallisation l'acide benzoique ? Justifier.

Voici le protocole proposé :
(1) Sur une plaque chauffante (placer le curseur de température à mi-course environ), placer un erlemeyer pyrex contenant environ 20 mL de solvant (mesuré très grossièrement sur les graduations de l'erlenmeyer)
(2) Verser dans l'erlemeyer contenant les cristaux à recristalliser 5mL de solvant (mesuré à la pipette graduée de 10 mL) ; tenir cet erlenmeyer avec la pince en bois, et le placer sur la plaque chauffante à côté de l'erlemeyer contenant le solvant. Agiter légèrement en tenant avec la pince en bois. Lorsque l'eau est à ébullition, s'il reste des cristaux d'acide benzoïque non dissout, verser (à l'aide de la pipette graduée, presque au goutte à goutte) un minimum de solvant à ébullition prélevée dans l'autre erlenmeyer.
(3) Dès que tous les cristaux sont dissous (solution limpide ou presque), laisser refroidir l'erlenmeyer à température ambiante (et arrêter la plaque chauffante) ; observer l'apparition des cristaux. Lorsque la température du milieu est assez proche de la température ambiante, finir le refroidissement dans un bain d'eau froide puis de glace (aujourd'hui on peut se contenter de mettre l'erlenmeyer quelques instants au réfrigérateur).
(4) filtrer sur Buchner ; récupérer le solide restant au fond de l'erlemeyer avec un minimum de solvant froid. Tamponner avec un morceau de papier filtre les cristaux obtenus. Arrêter la trompe à vide puis transvaser les cristaux dans une coupelle dont on a au préalable mesuré la masse à vide. Mettre la coupelle contenant les cristaux à l'étuve à 80°C

- Pourquoi faut-il peser la coupelle à vide ?
- Pourquoi faut-il mettre la coupelle contenant les cristaux à l'étuve ?
- Pourquoi ne faut-il pas trop utiliser de solvant lors de la purification ?