

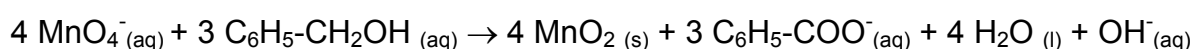
Contexte :

Une synthèse chimique est l'obtention d'un composé chimique faisant intervenir au moins une transformation chimique. Les synthèses chimiques sont souvent utilisées à l'échelle industrielle pour produire des substances que l'on retrouve dans les médicaments, l'alimentation, les tissus, les produits d'hygiène et d'entretien, les produits de beauté etc. Dans l'industrie, un protocole d'une synthèse n'est retenu que si le rendement est satisfaisant.

Comment synthétiser un conservateur, l'acide benzoïque, et estimer le rendement de cette synthèse ?

Documents à votre disposition :

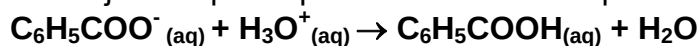
Information 1 : L'équation de la réaction de synthèse de l'ion benzoate



Information 2 : L'extraction de l'acide benzoïque

Rappel du protocole mis au point lors de l'activité expérimentale précédente :

1- Former l'acide benzoïque en ajoutant peu à peu de l'acide sulfurique.



2- Refroidir pour faire précipiter l'acide benzoïque.

3- Filtrer sur Büchner.

Information 3 : Quelques propriétés physiques de l'acide benzoïque

- Températures de changement d'état : $T^\circ_{\text{fusion}} = 122,35 \text{ }^\circ\text{C}$; $T^\circ_{\text{ébullition}} = 249,9 \text{ }^\circ\text{C}$
- Solubilité dans l'eau à $20 \text{ }^\circ\text{C}$: $2,9 \text{ g.L}^{-1}$;
- Solubilité bonne dans le chloroforme, l'éthanol et l'acétone
- Masse volumique $\rho = 1,3 \text{ g.mL}^{-1}$

Information 4 : Quelques masses molaires

Permanganate de potassium : $M(\text{KMnO}_4) = 158,0 \text{ g.mol}^{-1}$

Alcool benzylique : $M(\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}) = 108,0 \text{ g.mol}^{-1}$

Acide benzoïque : $M(\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH}) = 122,0 \text{ g.mol}^{-1}$

Information 5 : Le rendement d'une synthèse

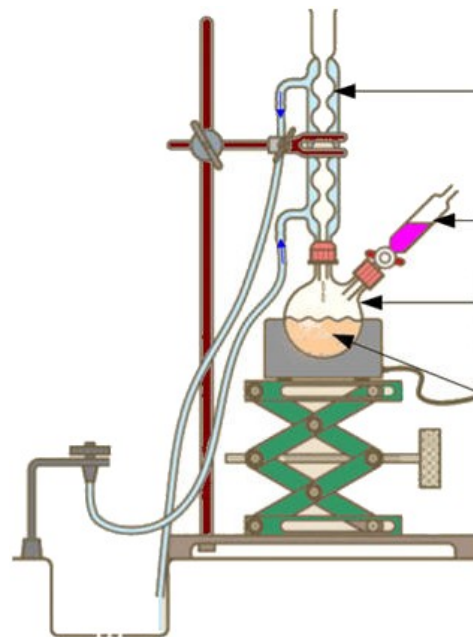
Le rendement d'une synthèse est le rapport de la quantité de matière obtenue (ou de la masse obtenue) sur la quantité théorique maximale attendue (ou de la masse attendue).

$$r = \frac{n_{\text{obtenue}}}{n_{\text{attendue}}} = \frac{m_{\text{obtenue}}}{m_{\text{attendue}}}$$

Il peut être exprimé en %.

1- Le chauffage à reflux

- Introduire dans un ballon à fond rond :
 - o 1,5 mL correspondant à 1,6 g d'alcool benzylique
 - o 1,0 g de carbonate de sodium
 - o un barreau aimanté
- Placer le ballon dans le bain marie, adapter le réfrigérant, faire circuler l'eau.
- Chauffer doucement (200°C max) de façon à porter à ébullition.
- Verser dans l'ampoule de coulée, 60,0 mL d'une solution de permanganate de potassium à $c = 1,3 \cdot 10^{-1} \text{ mol.L}^{-1}$ à l'aide d'une éprouvette.
- Adapter l'ampoule de coulée sur le ballon.
- Verser à l'aide de l'ampoule environ 10 mL de solution toutes les minutes.
- Maintenir une ébullition douce pendant 30 minutes à partir de ce moment (surveiller : risques de projection...) et pendant ce temps avancer la partie 3 et légender le schéma.
- Laisser refroidir.



2- Extraction de l'acide benzoïque du mélange réactionnel

- Séparer la phase liquide de la phase solide du mélange obtenu par filtration.
- Schématiser cette étape.
- Récupérer la phase liquide (filtrat).
- Extraire l'acide benzoïque de la phase liquide en utilisant l'information 2.
- Mesurer la masse d'acide benzoïque obtenu.
- Le placer pendant 10 minutes à l'étuve puis le peser à nouveau.
- Expliquer pourquoi la dernière phrase d'un protocole de synthèse est souvent : « Peser le produit obtenu jusqu'à masse constante ».
- Comment pourrait-on vérifier que le solide blanc obtenu est bien de l'acide benzoïque ?

3- Calcul du rendement

- À partir de l'équation chimique, montrer que la masse théorique attendue d'acide benzoïque est $m_{\text{theo}} = 1\text{g}$.

Pour cela :

- o Montrer que le permanganate de potassium est le réactif limitant.
- o En déduire l'avancement maximal.
- o En déduire la quantité de matière d'ion benzoate formé.
- o En déduire la quantité de matière d'acide benzoïque formé.
- o En déduire la masse théorique d'acide benzoïque formé
- Calculer le rendement de cette synthèse.
- Commenter le résultat.
- Proposer des solutions pour améliorer ce rendement.