

L'acide benzoïque

L'acide benzoïque, découvert au 16^{ème} siècle, est naturellement présent dans certains fruits, comme les myrtilles, et certaines plantes. On le trouve aussi en moindre mesure dans la poudre de cacao. En 1837, il a été obtenu par oxydation de l'amygdaline extraite des amandes amères. Il est utilisé comme conservateur (E210) dans des cosmétiques, des produits pharmaceutiques et dans certains aliments tels que les jus de fruits, confitures ou fromages.



Benjoin



Cranberry



Amandes

L'**acide benzoïque** (E210) est un acide carboxylique aromatique dérivé du benzène. Il est utilisé comme conservateur alimentaire et est naturellement présent dans certaines plantes. L'acide benzoïque est peu soluble dans l'eau mais très soluble dans l'éthanol.

Pictogrammes

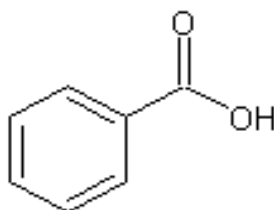


Solubilité dans l'eau

10°C	1,5 g.L ⁻¹
20°C	2,4 g.L ⁻¹
95°C	68 g.L ⁻¹

Aspect : poudre blanche ou cristaux incolores ($T_{\text{fus}} = 122^{\circ}\text{C}$)

La formule topologique de l'acide benzoïque est la suivante :

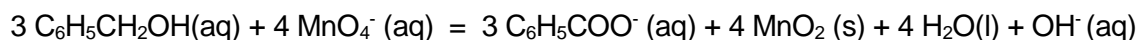


Espèce chimique	Alcool benzylique	Acide benzoïque	Permanganate de potassium	Hydroxyde de sodium
Masse molaire moléculaire (g.mol ⁻¹)	108	122	158	40
Masse volumique (g.mL ⁻¹)	1,04	1,27	2,70	2,13
Température de fusion (° C)	-15	122	240	318

Les objectifs de cet exercice sont d'étudier la synthèse de l'acide benzoïque, d'en faire son analyse et de procéder à son identification.

Synthèse de l'acide benzoïque :

L'obtention de l'ion benzoate est réalisée dans un premier temps par oxydation de l'alcool benzylique en présence de permanganate de potassium. Cette transformation peut être modélisée par une réaction dont l'équation est donnée ci-dessous :



Puis l'acide benzoïque est obtenu par ajout de quelques millilitres d'acide chlorhydrique concentré au milieu réactionnel.

Document 1 : protocole expérimental

Transformation des réactifs

- Dans un ballon bicol muni d'un réfrigérant à eau et d'un système d'agitation, on a préalablement introduit 2,6 mL d'alcool benzylique. Ajouter alors avec précaution environ 25 mL d'une solution d'hydroxyde de sodium à 25 % en masse.
- Ajouter alors dans le ballon quelques grains de pierre ponce puis le fixer au réfrigérant.
- Porter le mélange à ébullition DOUCE puis, tout en continuant à chauffer, verser **progressivement** (pendant environ 30 minutes) 100 mL d'une solution de permanganate de potassium à 0,5 0 mol.L⁻¹ grâce à l'ampoule de coulée.
- Une fois l'addition terminée, chauffer à reflux pendant 15 min.

Traitement du produit brut obtenu

- Refroidir jusqu'à température ambiante, puis filtrer sur papier filtre pour éliminer le solide marron formé.
- Ajouter au filtrat une solution d'acide chlorhydrique à 35 % (sous hotte) jusqu'à obtenir un pH voisin de 1 (environ 3 pipettes pasteur).
- Refroidir l'erlenmeyer dans un bain de glace, puis filtrer sous vide (filtration sur Büchner) en rinçant abondamment à l'eau distillée glacée.
- Sécher le produit brut à l'étuve à 80°C pendant quelques minutes. La masse expérimentale de produit obtenu est notée m_{exp} et vaut 2,4 g.

Partie 1 : Synthèse de l'acide benzoïque

L'objectif de cette partie est de déterminer la valeur du rendement d'une synthèse de l'acide benzoïque.

1.1. Donner la formule semi-développée de la molécule de l'acide benzoïque. Entourer le groupe caractéristique principal et nommer alors la fonction associée.

1.2. Calculer les valeurs des quantités de matières initiales n_1 d'alcool benzylique et n_2 du permanganate de potassium introduites à l'état initial.

1.3. Déterminer le réactif limitant de cette réaction de synthèse. Vous pourrez vous aider d'un tableau d'avancement.

1.4. Compléter le schéma en annexe *figure 1*.

1.5. Nommer le montage que vous venez de légender. Préciser l'intérêt de ce type de montage, en donnant deux arguments.

1.6. Expliquer quelle espèce chimique est éliminée lors de la filtration.

L'équation de la réaction entre l'ion benzoate produit et l'acide chlorhydrique $\text{H}_3\text{O}^+(\text{aq})$ au cours de l'étape de traitement s'écrit :



1.7. Expliquer le rôle de l'ajout d'acide chlorhydrique.

1.8. Donner l'intérêt de refroidir l'erenmeyer avant de filtrer son contenu sur Büchner.

1.9. En vous aidant de la question 1.3, calculer la valeur de la quantité de matière n_{acide} d'acide benzoïque que l'on peut synthétiser au maximum.

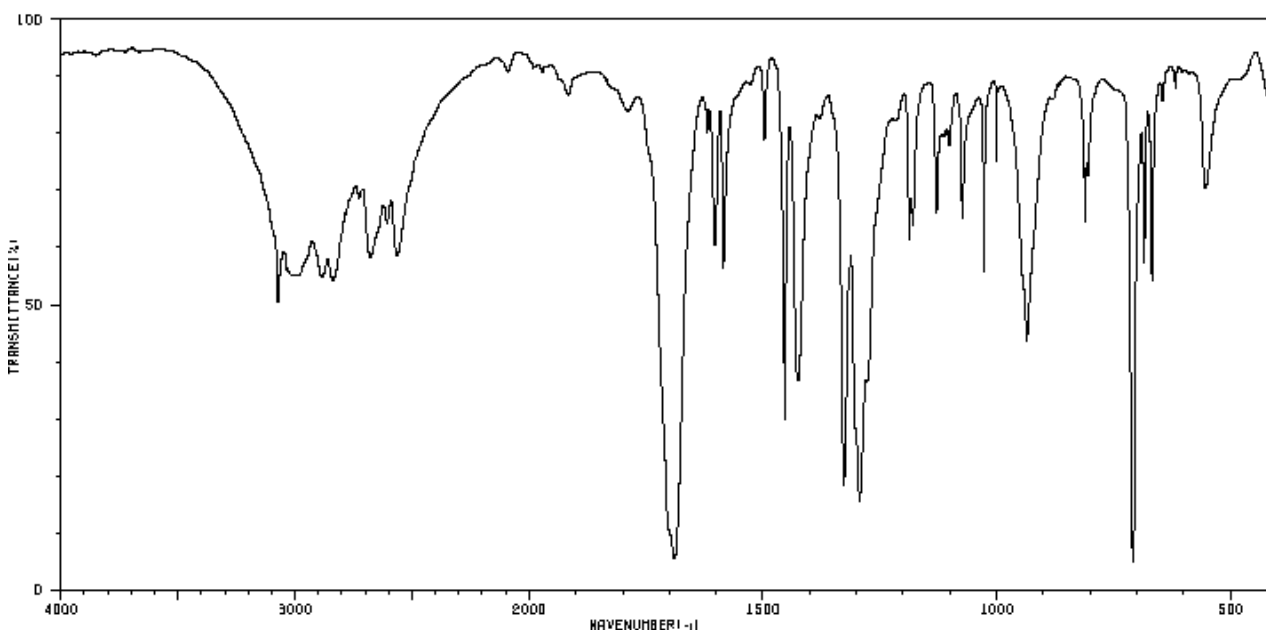
1.10. Calculer la valeur du rendement r de la réaction synthèse.

Partie 2 : identification du produit formé

On réalise des spectres infrarouges du réactif de départ et du produit obtenu.

2.1. Attribuer les spectres à chacune des espèces chimiques en justifiant votre réponse à l'aide de la table spectroscopique IR simplifiée.

Spectre a



Spectre b

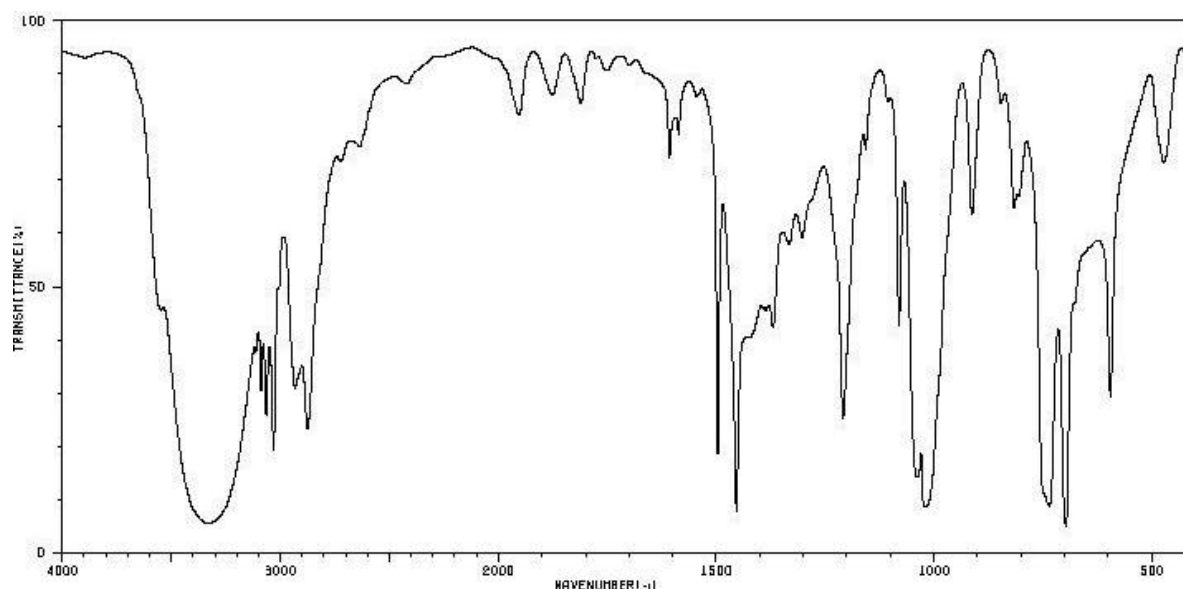


Table spectroscopique IR simplifiée :

Liaison	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Intensité
O-H alcool libre	3500 - 3700	forte, fine
O-H alcool lié	3200 - 3400	forte, large
O-H acide carboxylique	2500 - 3200	forte à moyenne, large
N-H amine	3100 - 3500	moyenne
N-H amide	3100 - 3500	forte
N-H amine ou amide	1560 - 1640	forte ou moyenne
C _{tri} - H	3000 - 3100	moyenne
C _{tét} - H	2800 - 3000	forte
C = O ester	1700 - 1740	forte
C = O amide	1650 - 1740	forte
C = O aldéhyde et cétone	1650 - 1730	forte
C = O acide	1680 - 1710	forte

Remarque :

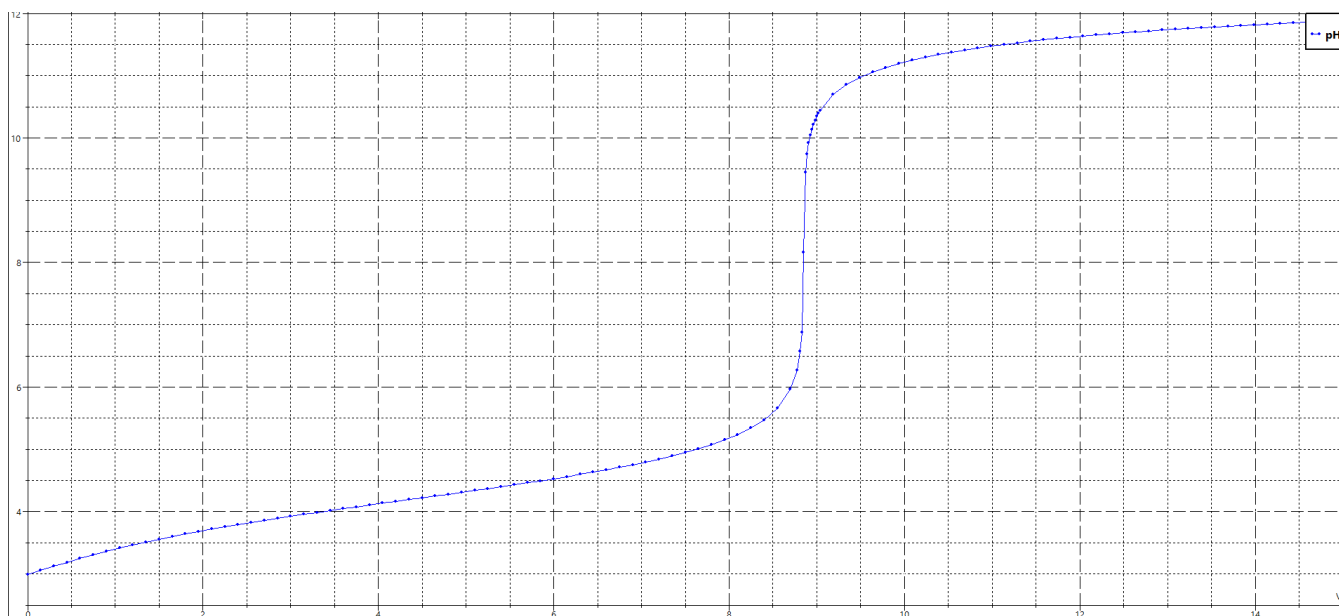
C_{tri} signifie que l'atome de carbone est trigonal, c'est-à-dire relié à trois voisins.

C_{tét} signifie que l'atome de carbone est tétragonal, c'est-à-dire relié à quatre voisins.

2.2. Proposer une autre méthode d'identification du produit obtenu.

Partie 3 : Analyse de l'acide benzoïque

On souhaite déterminer la pureté de l'acide benzoïque obtenu. Pour cela, on effectue un dosage direct suivi par pH-métrie de cet acide benzoïque. On dissout les 2,4 g d'acide benzoïque synthétisés dans une fiole jaugée de 1 L. On obtient alors la solution S. On prélève un volume $V_A = 25,0 \text{ mL}$ de solution S, que l'on dose par une solution d'hydroxyde de sodium à $5,0 \cdot 10^{-1} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. On obtient la courbe ci-dessous :



Titration de 25 mL de solution d'acide benzoïque par de la soude à 0,050 mol.L⁻¹

L'équation de la réaction s'écrit :



- 3.1. Donner le protocole de dissolution en détaillant les étapes et la verrerie utilisée.
- 3.2. Légender le schéma à compléter dans l'annexe *Figure 2*.
- 3.3. Citer la verrerie utilisée pour prélever le volume V_A .
- 3.4. Définir l'équivalence d'un titrage.
- 3.5. Déterminer la concentration en quantité de matière $C_{\text{ac benz}}$ de l'acide benzoïque contenue dans la solution S.
- 3.6. En déduire la masse réelle d'acide benzoïque contenue dans les 2,4 g de produit synthétisé.
- 3.7. Déterminer alors la pureté de l'acide benzoïque obtenu, sachant que la pureté d'une espèce chimique peut se calculer à l'aide de la relation suivante :

$$p = \frac{\text{masse chimique pure}}{\text{m'échantillon}}$$

- 3.8. En déduire le rendement corrigé en acide benzoïque.

ANNEXE A RENDRE AVEC LA COPIE

Figure 1 :

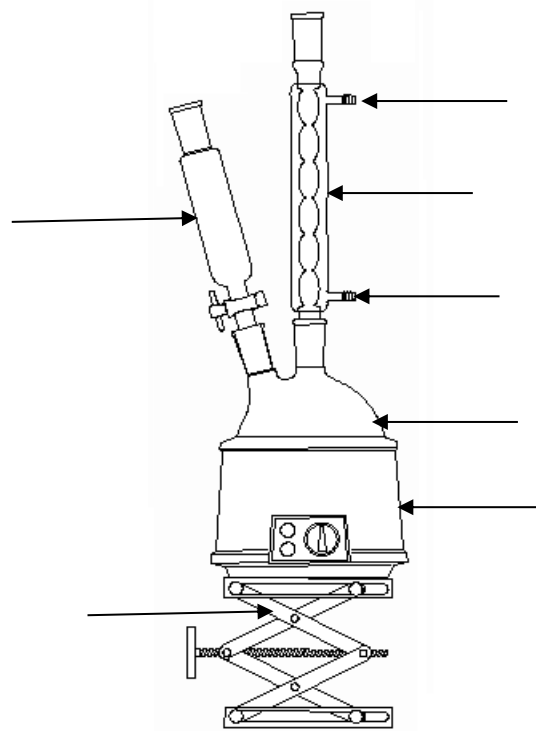


Figure 2 :

