

Protocole

Matériel disponible




Montage à reflux avec ampoule de coulée, pierre ponce

Eprouvette graduée 100 mL, pipettes jaugées de 20 mL, pipettes graduées de 10 mL, béchers 100 mL

Montage pour filtration sous vide (filtre Büchner, trompes à eau) ; glace ; balance

Cuve à chromatographie, tubes à essai, capillaires ; banc Kofler ; lunettes et gants

Solution d'hydroxyde de sodium (2 mol.L^{-1}) , solution d'acide chlorhydrique ($2,5 \text{ mol.L}^{-1}$) 

Solution de permanganate de potassium ($0,3 \text{ mol.L}^{-1}$)   , sulfite de sodium solide (Na_2SO_3)

Ethanol  , alcool benzylique , acide benzoïque solide 

Cyclohexane    , acétone  

Données

- masses atomiques molaires en g.mol^{-1} : C = 12 ; O = 16 ; H = 1
- masse volumique de l'alcool benzylique : $\mu = 1040 \text{ g.L}^{-1}$
- pK_a de l'acide benzoïque = 4,2
- couples redox (en milieu basique) : $\text{MnO}_4^- / \text{MnO}_2$; alcool benzylique / ion benzoate
- solubilités dans l'eau : acide benzoïque $2,4 \text{ g.L}^{-1}$ à 25°C , 68 g.L^{-1} à 95°C ; benzoate de sodium 650 g.L^{-1} à 25°C
- solubilité de l'acide benzoïque dans l'éther : très grande
- température de fusion de l'acide benzoïque : 122°C
- CCM de l'acide benzoïque (éluant : 3 mL de cyclohexane + 2 mL d'acétone) : $R_f = 0,7$

Réaction demi-équations redox :



Préparation et réaction

- mélange réactionnel dans le ballon du montage à reflux:

20 mL de solution d'hydroxyde de sodium (à 2 mol.L^{-1}) et **2 mL d'alcool benzylique**

pierre ponce (pour homogénéiser le mélange en cours d'ébullition)

- dans l'ampoule de coulée : **100 mL de permanganate de potassium** (à $0,3 \text{ mol.L}^{-1}$)

On porte à **ébullition douce** et on verse progressivement la solution de permanganate de II se forme un précipité brun de dioxyde de manganèse MnO_2 . Poursuivre l'ébullition douce pendant **30 minutes**.

Extraction

- Additionner quelques gouttes d'**éthanol** pour éliminer le permanganate en excès.
- Laisser refroidir le ballon à l'air puis sous l'eau du robinet.
- **Elimination** de l'oxyde de manganèse MnO_2 (précipité marron) **par filtrage sur Büchner** ; si le filtrat présente des traces de MnO_2 additionner quelques pointes de spatule de sulfite de sodium en chauffant légèrement.
- **Acidification** : sous la hotte, addition **très prudente** de 15 mL de solution **d'acide chlorhydrique** ; si le filtrat présente encore des traces de MnO_2 additionner une pointe de spatule de sulfite de sodium (Na_2SO_3).
- **Refroidissement dans la glace : précipitation** de l'acide benzoïque. L'acide benzoïque (majoritaire en milieu acide), peu soluble dans l'eau à basse température, précipite (attendre quelques minutes).
- **Filtrage** : récupérer l'acide benzoïque solide par filtrage sur Büchner ; laver le précipité en versant un peu d'eau froide à l'aide d'une pissette. Sécher à l'étuve. Peser et déduire la masse d'acide benzoïque obtenu.
- **Recristallisation** : dissoudre l'acide benzoïque dans suffisamment d'eau chaude ; puis laisser refroidir lentement ; l'acide benzoïque recristallise avec un meilleur degré de pureté.

Contrôle du produit

- Une pointe de spatule de chaque échantillon d'acide benzoïque est mise en solution dans l'éther en tube à essai. Réaliser une **chromatographie** (révélée aux UV) de l'acide benzoïque obtenu, comparée à l'acide benzoïque du commerce (éluant : 3 mL de cyclohexane + 2 mL d'acétone).
- Mesurer le **point de fusion** du produit obtenu à l'aide du banc Kofler.