

TP 10 : Démarche expérimentale sur le benzoate de sodium

Capacités expérimentales travaillées :

- Conduire des synthèses, des purifications, des caractérisations et des analyses de la pureté de produits à l'aide de protocoles donnés
- Choisir la verrerie adaptée à la transformation réalisée et aux conditions opératoires mises en œuvre. Réaliser le ou les montages appropriés et en expliquer le principe et l'intérêt.
- Choisir ou justifier un protocole de séparation ou de purification d'un produit, sur la base de données fournies. Élaborer et mettre en œuvre un protocole de séparation de deux espèces dissoutes dans une phase liquide.
- Mettre en œuvre une chromatographie sur couche mince pour l'identification d'un produit.
- À partir d'une mesure appropriée, déterminer le rendement d'une synthèse, d'une méthode de séparation.

Le benzoate de sodium PhCO_2Na est un additif couramment employé dans l'industrie agro-alimentaire, sous l'appellation codée E211.



Il en existe de nombreuses voies de synthèse tant à l'échelle industrielle qu'au laboratoire.

But du TP : Etudier une voie de synthèse du benzoate de sodium à partir d'un ester, le benzoate d'éthyle PhCO_2Et .

Objectifs : Synthétiser, identifier et purifier le benzoate de sodium.

Produits mis à disposition :

- Benzoate d'éthyle pur
- Solution d'acide chlorhydrique à environ 4 mol/L
- Solution de soude à environ 4 mol/L
- Ethanol, diéthyléther
- Acétone
- Cyclohexane

Document 1 : Mention(s) de danger du benzoate d'éthyle PhCO_2Et



H315 : Provoque une irritation cutanée

H 319 : Provoque une sévère irritation des yeux

Document 2 : Mention(s) de danger de la soude et de l'acide chlorhydrique.



H314 - Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves

Document 3 : Mention(s) de danger du benzoate de sodium PhCO_2Na . 

H319 : Provoque une sévère irritation des yeux

Document 4 : Mentions de danger de l'acide benzoïque PhCO_2H .



H318 : Provoque des lésions oculaires graves

H372 : Risque avéré d'effets graves pour les organes (poumons) à la suite d'exposition prolongée (en cas d'inhalation).

Document 5 : informations utiles sur les produits chimiques utilisés

Produits chimiques	Formule brute	M (g/mol)	Tfus (°C)	Teb (°C)	Densité
Benzoate d'éthyle	$\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_2$	150,18	-34	212	1,045
Benzoate de sodium	$\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_2\text{Na}$	144,11	300		
Acide benzoïque	$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$	122,12	122		

Constante d'acidité de l'acide benzoïque à 25°C : pK_A ($\text{PhCOOH}/\text{PhCOO}^-$) = 4,2

Hydrosolubilité de l'acide benzoïque 3 g/L.

Document 6 : Propriétés physico-chimiques de différents solvants

Solvant	Eau	Dichlorométhane	Ethanol	Diéthyléther	
Solubilité de l'acide benzoïque	moyenne à chaud, faible à froid	moyenne	bonne à chaud, faible à froid	bonne	
Solubilité benzoate d'éthyle	très faible	soluble	soluble	soluble	
Densité	1,0	1,3	0,8	0,6	
Miscibilité à l'eau	-	Non miscible	miscible	Non miscible	
Pictogramme					

Document 7 : Premières étapes de la synthèse

- Dans un ballon sous agitation magnétique, introduire 5 mL de benzoate d'éthyle, puis 20 mL d'une solution de soude à 4 mol/L.
- Adapter un réfrigérant à boule puis porter au reflux durant 30 minutes, jusqu'à ce que la phase organique surnageante ait disparue
- Arrêter alors le chauffage, laisser redescendre à température ambiante.

Travail préparatoire :

1. Écrire l'équation-bilan modélisant cette transformation chimique. [ANA-RAI]
2. Proposer un mécanisme pour cette transformation. [REA]
3. Pourquoi faut-il agiter le mélange réactionnel au cours de la transformation. Pourquoi le mélange réactionnel est-il chauffé ? [ANA]
4. Interpréter la disparition de la phase organique. [ANA]
5. Que contient le mélange réactionnel en fin de réaction ? Quelles sont les impuretés éventuellement présentes ? [ANA, REA]
6. Proposer un moyen d'isoler l'acide benzoïque du mélange réactionnel. [ANA]
7. Remplir les éléments manquants de l'organigramme donné en fin de TP [ANA]

Travail pratique

1ere séance :

1. Traitement du brut réactionnel

Compte tenu du faible nombre de büchner ainsi que du nombre limité de place sous la hotte, nous allons réaliser deux groupes qui vont travailler en parallèle. Nous ferons une interversions des groupes lors de la phase suivante :

Groupe A :

- Mettre en œuvre le protocole proposé dans le travail préparatoire afin d'isoler l'acide benzoïque.
- Mettre le produit isolé sous aluminium. Il sera inséré dans l'étuve par la suite

Groupe B

- Réaliser une plaque CCM du brut pour discuter de sa pureté. On rappelle qu'il faut diluer les échantillons dans l'éluant avant de les déposer. Éluant utilisé : cyclohexane/acétone 2/1.
- Réaliser si vous avez le temps, une température de fusion du produit considéré.

8. Faire un schéma de la plaque CCM obtenue. Justifier qualitativement les rapports frontaux des différents composés. [REA]
9. L'acide benzoïque est-il pur ? [VAL]

Optionnel : S'entraîner à réaliser un montage à reflux

- Réflexion préalable : Quelles sont les erreurs à éviter lorsqu'on réalise un montage à reflux ?
- Réaliser le montage à reflux

En fin de séance :

- S'autoévaluer (demander la feuille d'autoévaluation au professeur)

2eme séance :

- 1. Intervertir les groupes A et B de la première séance**
- 2. Purification de l'acide benzoïque par recristallisation**
 - Proposer un protocole pour purifier l'acide benzoïque

Optionnel en fonction du temps : Réaliser une CCM pour s'assurer de la pureté du produit

10. Calculer le rendement de cette synthèse. [REA]

☐ **A la fin du TP, rendre un compte-rendu par binôme** présentant la démarche suivie pour la synthèse du benzoate de sodium, comprenant la réponse à l'ensemble des questions.