

T.P. C4 : Synthèse et caractérisation de l'acide benzoïque (2/2)

IV.- Purification de l'acide benzoïque par recristallisation

- E.58. : Conserver qqcs cristaux de produit non recristallisé dans une coupelle pour l'identification.
- E.59. : Faire chauffer environ 20 mL d'eau distillée dans un bécher et préparer un mélange réfrigérant eau + glace. Placer la pissette dans ce mélange.
- E.60. : Dans un erlenmeyer de 100 mL, introduire l'acide benzoïque obtenu et ajouter en petites portions (3 mL en 3 mL), l'eau distillée chaude (préparée en E.59.) jusqu'à disparition complète des cristaux.
- E.61. : Refroidir l'erlenmeyer surmonté d'un réfrigérant à air dans le mélange réfrigérant.
- E.62. : Si les cristaux n'apparaissent pas spontanément, gratter le fond de l'erlenmeyer avec une baguette de verre pour induire la cristallisation (on pourrait aussi introduire quelques grains d'acide benzoïque pure déjà synthétisé).
- S.63. : Faire le schéma de cette opération de recristallisation.
- E.64. : Filtrer sur büchner (ou sur entonnoir) le mélange présent dans l'erlenmeyer. Rincer ce dernier à l'eau distillée froide (celle de la pissette refroidie) et filtrer cette eau de rinçage.
- Q.65. : Expliquer le principe de la recristallisation.
- E.66. : Mettre les cristaux obtenus sur deux feuilles de papier filtre et les recouvrir avec deux autres. Bien les essorer.
- E.67. : Porter ensuite les cristaux, bien étalés sur une coupelle en verre ou une boîte de Pétri, à l'étuve à 110 °C, pendant 10 min.
- E.68. : Après séchage, peser la masse des cristaux obtenus (si la coupelle est chaude, mettre un isolant entre la coupelle et la balance électronique). On obtient : $m_2 = \dots, \dots$ g.

V.- Rendement de la réaction

- Q.69. : Déterminer, à partir des données, la masse d'acide benzoïque que l'on obtiendrait si la réaction était totale et que la synthèse se faisait sans perte : masse $m_0 = \dots, \dots$ g.
- Q.70. : Calculer le rendement r_1 de la synthèse sans purification : $r_1 = m_1 / m_0$
- Q.71. : Calculer le rendement r_2 de la synthèse avec purification : $r_2 = m_2 / m_0$
- Q.72. : Commenter le résultat.

VI.- Identification de l'acide benzoïque

1) Par mesure du point de fusion

- E.73. : Utiliser un Banc Köfler : une notice explicative du banc Köfler ainsi que son principe de fonctionnement est disponible sur le site web : <http://slampert.com>
- E.74. : Réaliser l'étalonnage du banc Köfler : sur la plaque métallique propre à l'aide du produit pur.
- E.75. : Nettoyer la plaque à l'aide d'un coton ou d'un papier essuie-tout imprégné d'un peu d'alcool en le déplaçant **de la partie la plus froide vers la partie la plus chaude**.
- E.75. : Mesurer la température de fusion des cristaux non purifiés $\theta_{f,1}$ et des cristaux purifiés $\theta_{f,2}$.
- E.76. : Comparer vos valeurs trouvées avec celle de l'acide benzoïque. Conclure.

2) Par chromatographie sur couche mince C.C.M.

- E.77. : Dans un bécher de 100 mL, on a introduit environ 20 mL d'éluant disponible sous la hotte (mélange acétone/cyclohexane : 10/20). On a préparé une cuve à chromatographie en plaçant l'éluant sur une hauteur de 1 cm puis en fermant.
- E.78. : Préparer une plaque de chromatographie : sans toucher à la surface blanche, on a tracé la ligne de dépôt à 15 mm du bord inférieur. Sur celle-ci, on a tracé 4 croix correspondant chacune à 4 dépôts : E_1, E_2, E_3 et E_4
- E.79. : On dépose les 4 échantillons suivants sur la plaque de CCM au niveau de la ligne de base sur les croix à l'aide de cure-dents (les dépôts doivent être fins < à 3 mm) :
- E_1 : benzaldéhyde ; E_2 : cristaux non purifiés ; E_3 : cristaux purifiés ; E_4 : acide benzoïque commercial
- E.80. : Réaliser l'élution de la plaque jusqu'à ce que l'éluant arrive à 15 mm du bord supérieur de la plaque. Sortir ensuite la plaque à l'aide d'une pince et marquer le front de l'éluant au crayon à papier.
- E.81. : Révéler la plaque sous la lampe à U.V. et entourer les taches.
- S.82. : Coller ou faire un schéma du chromatogramme obtenu.
- Q.83. : Définir et calculer les rapports frontaux des différentes taches.
- Q.84. : Interpréter le chromatogramme obtenu.