



TP N° 13 : SYNTHÈSE DE CONSERVATEURS

Objectif :

➤ Réaliser la synthèse d'un conservateur et en déterminer le rendement.

I Informations concernant les produits :

L'acide benzoïque et l'ion benzoate sont des **additifs alimentaires**. Ils sont utilisés comme **conservateurs** car ils ont des propriétés fongicides (propriétés de tuer les champignons microscopiques), même à faible dose.

Leur code est composé par la lettre E, qui concerne tous les additifs agroalimentaires suivit d'un nombre. Pour les conservateurs on utilise le chiffre 200 :

Ex : E 210 pour l'acide benzoïque.

Cet **acide benzoïque** est très utilisé dans l'industrie agroalimentaire (**boissons gazeuses** notamment), il est généralement produit par synthèse.

II Synthèse du benzoate de sodium :

1) Protocole expérimental :

Nous allons **oxyder l'alcool benzylique** par le permanganate de potassium en **milieu basique** :

- a. Introduire dans un ballon les substances suivantes :
 - ✓ 2,0 g de carbonate de sodium
 - ✓ 100 mL d'eau
 - ✓ 4,5 g de permanganate de potassium
 - ✓ 2,5 mL d'alcool benzylique
 - ✓ Quelques grains de pierre ponce
- b. Mettez ce ballon dans un chauffe ballon, et surmontez-le d'un **chauffage à reflux**.
- c. Mettez en route le chauffage pour atteindre l'ébullition du mélange puis maintenez cette ébullition environ **20 minutes**.

Questions :

- d. Pendant ce temps de chauffage, **récrivez votre compte rendu** d'expérience en y faisant figurer des **schémas légendés**.
- e. En vous aidant du tableau d'avancement ci-dessous (**complétez-le**), **prévoyez le calcul** qui vous permettra de déterminer le **rendement de cette synthèse**.

$$4 \text{MnO}_4^- + 3 \text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH} \rightarrow 4 \text{MnO}_2 + \text{HO}^- + 3 \text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^- + 4 \text{H}_2\text{O}$$

Ei	0,024 mol	0	0	0	/
Ec	/
Ef	0	/

- f. A l'issu du chauffage, éteignez le chauffe-ballon et descendez-le afin que le mélange refroidisse (20 minutes environ). Laissez le réfrigérant « en marche » pendant toute cette phase.
- g. Terminez le refroidissement en passant le ballon sous l'eau froide.



- h. **Filtrez le mélange sous pression réduite** (filtration Buchner) en essayant de laisser le maximum de solide dans le ballon.
Le **filtrat doit être limpide**, au besoin utilisez deux papiers filtres ou filtrez deux fois.
- i. Nous pouvons maintenant **purifier le benzoate de sodium** en le lavant dans 40 mL de cyclohexane et en utilisant une **ampoule à décanter**.
Veillez à bien agiter et bien dégazer l'ampoule, **la phase à récupérer est celle du dessous**.

Questions :

N'oubliez pas de schématiser les différentes étapes du protocole sur votre feuille.

III Synthèse de l'acide benzoïque à partir du benzoate de sodium obtenu :

- a. Placez l'erenmeyer contenant le benzoate de sodium dans un cristallisoir **rempli d'eau et de glace**.
- b. Mettez **des gants et des lunettes** et ajoutez **progressivement** et avec précaution dans l'erenmeyer de **l'acide chlorhydrique** jusqu'à ce qu'il ne se forme plus de nouveaux cristaux.
- c. **Filtrez sur Buchner** et rincez plusieurs fois les cristaux obtenus avec de l'eau distillée froide.
- d. On recueille alors les cristaux sur du papier aluminium.

Questions :

- e. **Schématisez toutes les étapes** de ce deuxième protocole expérimental.
- f. En vous aidant du tableau d'avancement ci-dessous (**complétez-le**), prévoyez le calcul qui vous permettra de déterminer le **rendement** de cette synthèse. **Calculez-le**.

	H_3O^+	+ $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$	$\rightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$	+ H_2O
Ei	En excès	0	/
Ec	En excès	/
Ef	En excès	0	/

Qu'est-ce que le rendement d'une synthèse :

$$\eta = \frac{\text{Quantité de produit réellement obtenue}}{\text{Quantité de produit maximale de produit attendue}}$$