

### Exercice

Un élève, qui veut s'exercer chez lui pour le BTS, souhaite réaliser la synthèse de l'acide benzoïque par hydrolyse du benzonitrile. Il introduit dans un ballon de 250 mL surmonté d'un réfrigérant 5 mL de benzonitrile et 60 mL de solution de soude à 10%. Il porte ensuite le mélange à reflux pendant 50 minutes. Enfin, il laisse refroidir le mélange réactionnel à l'air libre puis dans un bain de glace.

1) Proposer un mode opératoire permettant à cet élève de récupérer l'acide benzoïque (expliquer l'intérêt de chacune des étapes).

L'acide benzoïque ainsi obtenu est humide ( $m_1 = 9,4$  g). Une CCM permet à l'élève d'en déduire que le produit n'est pas pur. Il décide alors de le purifier par recristallisation. Il prélève  $m_2 = 5,2$  g de brut humide qu'il met à sécher dans son étuve personnelle et recristallise  $m_3 = 4,2$  g. Il obtient alors  $m'_2 = 3$  g de brut sec et  $m'_3 = 1,7$  g de produit pur sec.

3) Expliquer le principe de la CCM. Quels dépôts auriez-vous fait pour vérifier la pureté de l'acide benzoïque? Qu'a observé l'élève pour en déduire le caractère impur de l'acide benzoïque?

4) Proposer un mode opératoire de la recristallisation.

5) Calculer le rendement en produit brut, le rendement de séchage, le rendement de la recristallisation et le rendement en produit pur. L'élève (qui est un bon élève) a calculé au préalable que la masse théorique qu'il devait obtenir était  $m_{th} = 5,98$  g.

6) Citer deux méthodes permettant de vérifier la pureté de l'acide benzoïque recristallisé autre que la CCM.

### Données :

NaOH :  $T_f = 318$  °C     $T_{eb} = 1390$ °C

Benzonitrile :  $T_f = -12,7$  °C     $T_{eb} = 191$  °C

Peu soluble dans l'eau, très soluble dans l'éthanol, l'éther et l'acétone.

Acide benzoïque :  $T_f = 122$ °C     $t_{eb} = 249,2$  °C

Peu soluble dans l'eau froide, soluble dans l'eau chaude, soluble dans l'éthanol, l'éther et l'acétone.

$pK_A = 4,2$

Acide chlorhydrique au demi :  $M = 36,5$  g.mol<sup>-1</sup>, pureté = env. 20% en masse

Hydrogénocarbonate de sodium :  $pK_{A1} = 6,4$  ,     $pK_{A2} = 10,2$