

	APP	REA	VAL	COM	SECU

**Prérequis**

TP03 : réaliser une filtration sous vide, un séchage.

**17. Précipitation de l'acide benzoïque /1**

## • Manipulation

- ↳ Transvaser la phase aqueuse dans un erlenmeyer, et le placer dans un bain d'eau glacée.
- ↳ Mettre sous agitation.
- ↳ Acidifier le milieu jusqu'à un pH inférieur à 2,2 avec une solution d'acide chlorhydrique. (Le  $pK_a$  de l'acide benzoïque vaut  $pK_a = 4,2$ ) ajoutée à la pipette Pasteur.
- ↳ Le pH de la solution est contrôlé régulièrement à l'aide de papier pH.

Remarque : la réaction est exothermique.

- Décrivez votre manipulation à l'aide de la fiche méthode.

**18. Essorage /1**

## • Manipulation

- ↳ Essorer le solide obtenu sur entonnoir Büchner.
- ↳ Casser le vide, mais laisser les cristaux dans l'entonnoir Büchner.

**19. Lavage des cristaux /1**

## • Manipulation

- ↳ Recouvrir les cristaux avec l'eau glacée, et casser longuement les cristaux à l'aide de la spatule. C'est l'étape de trituration.
- ↳ Mettre en route l'aspiration pour 10 min et placer une feuille de papier aluminium sur l'entonnoir.

- Décrivez les manipulations **18.** et **19.** à l'aide de la fiche méthode.

**20. Séchage /0.5**

## • Manipulation

- ↳ Mesurer la masse de la boîte de Pétri, puis y déposer les cristaux essorés et lavés.

- Décrivez l'aspect des cristaux (couleur, éclat, etc. ...)

- ↳ Placer les cristaux à l'étuve.

## 21. Masse de cristaux issus du brut réactionnels /0.5

---

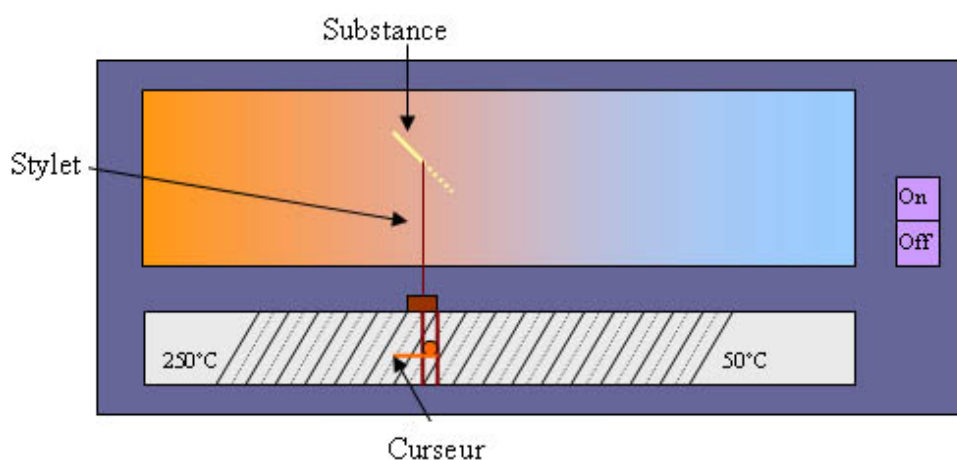
- Retirer les cristaux de l'étuve et peser la boîte de Pétri. En déduire la masse de cristaux obtenus.
- Comparer ce résultat avec la masse maximale de cristaux que l'on peut obtenir, déterminée précédemment (Réf : 6,11 g.)
- En déduire le rendement de cette synthèse de l'acide benzoïque. Expliquer ce résultat.

## 22. Caractérisation des cristaux par mesure de leur température de fusion /0.5

---

- La mesure de la température de fusion des cristaux permet d'identifier un solide et de contrôler sa pureté. La présence d'impuretés abaisse la température de fusion.
- Utilisation du banc Kofler

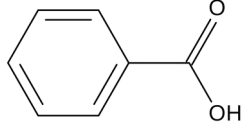



Le banc Kofler est l'appareil de mesure permettant d'estimer une température de fusion. Il s'agit d'une plaque métallique dont la température de surface varie régulièrement de la droite  $\sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$  vers la gauche  $\sim 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ .



En déplaçant lentement de la droite vers la gauche, un échantillon des cristaux à identifier, ceux-ci fondent lorsque la surface de la plaque est la même que la température de fusion. Le banc ayant été étalonné auparavant, on peut évaluer la température de fusion des cristaux.

- Résultat
  - ↳ Indiquer la valeur mesurée de la température de fusion des cristaux synthétisés.
  - ↳ Comparer votre résultat à la valeur tabulée suivante :  $T_{\text{fusion}}(\text{Acide benzoïque}) = 122,35\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Conclure.

## Données de sécurité

	Acide benzoïque	Acide chlorhydrique (6 mol·L <sup>-1</sup> )	Acide chlorhydrique (37 %)
<b>Formules</b>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> COOH  	HCl <sub>(g)</sub> ou (H <sup>+</sup> <sub>(aq)</sub> + Cl <sup>-</sup> <sub>(aq)</sub> )	HCl <sub>(g)</sub> ou (H <sup>+</sup> <sub>(aq)</sub> + Cl <sup>-</sup> <sub>(aq)</sub> )
<b>Ébullition</b>	249,9 °C		48°C (à 37%)
<b>Fusion</b>	122,35 °C		-30°C (à 37%)
<b>Densité</b>	1,3		1,19 (à 37%)
<b>Solubilité (20 °C)</b>	2,9 g·L <sup>-1</sup> dans l'eau		700 g·L <sup>-1</sup> dans l'eau
<b>Aspect</b>	Cristaux blancs	Solution aqueuse incolore	Transparent, très légèrement jaunâtre
<b>Pictogrammes</b>			
<b>Avertissement</b>	Danger	Attention	Danger
<b>DANGER : Phrases H</b>	Provoque une irritation cutanée. Provoque de graves lésions des yeux. Risque avéré d'effets graves pour les organes à la suite d'expositions répétées ou d'une exposition prolongée en cas d'inhalation.	Peut être corrosif pour les métaux. Provoque une irritation cutanée. Provoque une sévère irritation des yeux. Peut irriter les voies respiratoires.	Peut être corrosif pour les métaux. Provoque des brûlures de la peau et de graves lésions des yeux. Peut irriter les voies respiratoires.
<b>PRUDENCE/ Prévention : Phrases P200</b>	Porter un équipement de protection des yeux. EN CAS DE CONTACT AVEC LA PEAU: Laver abondamment à l'eau et au savon. EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX: Rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer. Consulter un médecin en cas de malaise.	EN CAS DE CONTACT AVEC LA PEAU: Laver abondamment à l'eau et au savon. EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX: Rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer.	Porter des gants de protection/ des vêtements de protection/ un équipement de protection des yeux/ du visage. EN CAS D'INGESTION: Rincer la bouche. NE PAS faire vomir. EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX: Rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer. EN CAS d'exposition prouvée ou suspectée: Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin.