

**16** Un solide en phase aqueuse est synthétisé.

Après l'étape de la transformation chimique, il faut réaliser l'étape de séparation.

1. Donner le nom du dispositif à utiliser pour la séparation.
2. Expliquer succinctement le principe de ce dispositif ; on pourra s'aider d'un schéma.

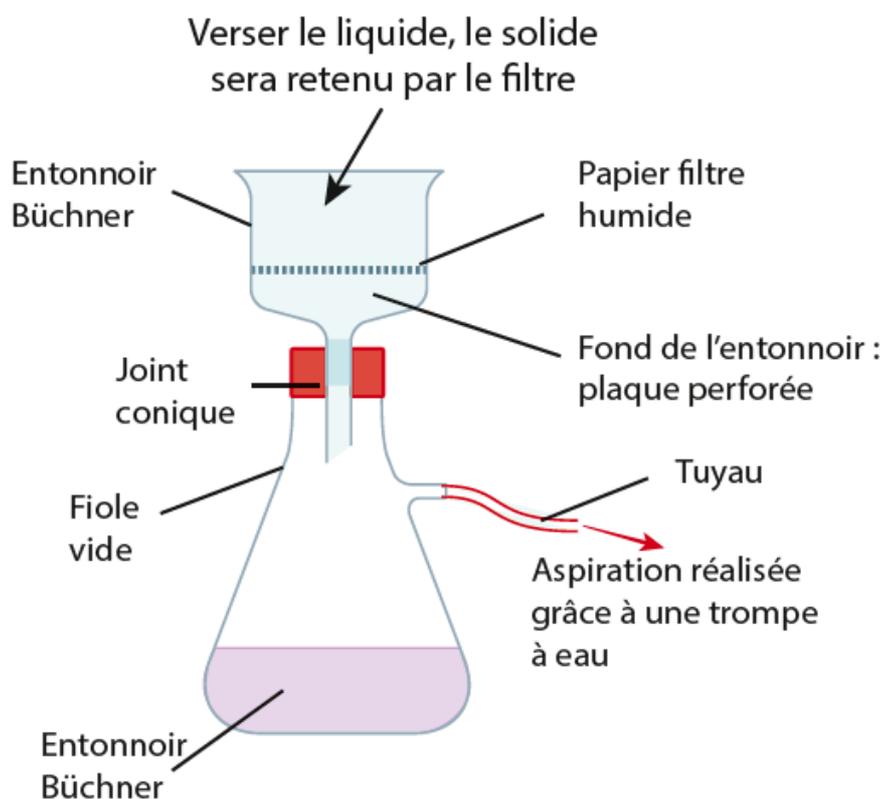
### Critères d'évaluation

- 1 Le dispositif a été dessiné correctement, ou bien il a été nommé.
- 2 Le schéma est lisible et correctement annoté et légendé, et l'aspiration de l'air est représentée. S'il n'y a pas de schéma, la réponse est donnée dans un français correct.

**16**

1. Pour séparer un solide du mélange réactionnel, il faut faire une filtration sous vide ou filtration simple.

2.



L'aspiration de l'air fait diminuer la pression dans la fiole, la force pressante de l'air extérieur sur le solide est plus grande. Ce dispositif accélère la filtration.

**20** Au laboratoire, il est demandé de réaliser une extraction liquide-liquide pour isoler les deux espèces du **doc. 1**.



*Le benzaldéhyde est présent dans l'arôme cerise.*

### Doc. 1 Données chimiques des espèces à extraire

Espèce chimique	Solubilité dans l'eau	Solubilité dans l'alcool	Solubilité dans l'acétone
Acide benzoïque	Peu soluble	Très soluble	Soluble
Benzaldéhyde	Peu soluble	Soluble en toutes proportions	Très soluble

► Choisir le solvant d'extraction approprié pour chacune des deux espèces chimiques.

**20**

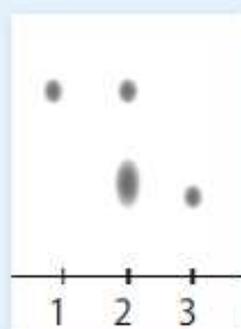
L'alcool étant totalement miscible avec l'eau, il ne peut pas être utilisé pour effectuer une décantation (si le solvant initial est bien l'eau). Il faut employer l'acétone pour l'acide benzoïque et pour le benzaldéhyde.

**23**

Une CCM est réalisée pour vérifier la pureté de l'acide benzoïque synthétisé à partir d'alcool benzylique.

► Dire si le produit synthétisé est pur ou non.

### Doc 1 Chromatogramme



1 : Alcool benzylique pur

2 : Acide benzoïque synthétisé

3 : Acide benzoïque pur

23

L'acide benzoïque synthétisé n'est pas pur. Son chromatogramme comporte deux taches : la plus basse montrant la présence de l'acide benzoïque et la plus haute de l'alcool benzylique.

21

Margot doit réaliser la synthèse de l'aspirine. Elle a retrouvé les différentes parties du protocole expérimental mais dans le désordre.

A. Mesurer le point de fusion des cristaux obtenus.

B. Les cristaux récupérés contiennent des impuretés. Les purifier par recristallisation. Filtrer de nouveau sur Büchner et sécher à l'étuve.

C. Introduire dans un ballon 6,0g d'acide salicylique, 12 mL d'anhydride éthanoïque et quelques gouttes d'acide sulfurique. Chauffer à reflux pendant 30 minutes.

D. Ajouter de l'eau froide dans le milieu réactionnel. Filtrer le mélange obtenu sur Büchner et récupérer les cristaux d'aspirine.

► Donner l'ordre correct des étapes de cette synthèse.

21

Les étapes se font dans l'ordre suivant : C, D, B, A.

26

Aide p. 166

Chloé et Antonin réalisent la synthèse d'un composé organique solide. Ils obtiennent, après purification, une masse  $m = 1,63$  g de ce composé.

La masse théorique est  $m_{\text{th}} = 2,11$  g.

► Calculer le rendement de la réaction.

26  $r = \frac{m_{\text{exp}}}{m_{\text{th}}}$ . Ici  $m_{\text{exp}}$  est  $m = 1,63 \text{ g}$

et  $m_{\text{th}} = 2,11 \text{ g}$ . Les unités concordent, le calcul peut être effectué.

$$r = \frac{1,63}{2,11} = 0,773 \text{ soit } 77,3\%.$$

**14** Aide p. 166 La dernière étape de la synthèse de la vitamine A consiste à chauffer à reflux un mélange de deux réactifs. Le rendement de la transformation est de 90%.

Donnée.  $M_{\text{vitamine A}} = 286 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ .



1. Rappeler le rôle du chauffage dans cette étape de la synthèse.

2. Expliquer pourquoi on chauffe «à reflux».

3. Déterminer la masse de vitamine A, notée  $m_{\text{exp}}$ , obtenue si la quantité de matière théorique obtenue est  $n_{\text{th}} = 0,035 \text{ mol}$ .

**14**

1. Chauffer augmente la vitesse de réaction.

2. Le chauffage à reflux évite les pertes de matière.

3.  $m = n_{\text{exp}} \times M(\text{vitamine A}) = n_{\text{th}} \times r \times M(\text{vitamine A})$

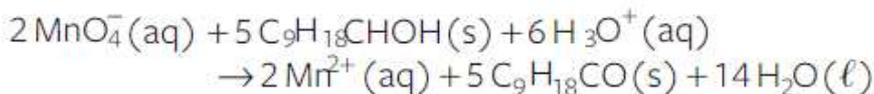
$$= 286 \times \frac{90}{100} \times 0,035 = 9,1 \text{ g}.$$

### 30 L'arôme de menthe

→ Analyser, réaliser

Maxime réalise la synthèse de la menthone (arôme de menthe) à partir du menthol.

L'équation de la transformation s'écrit :



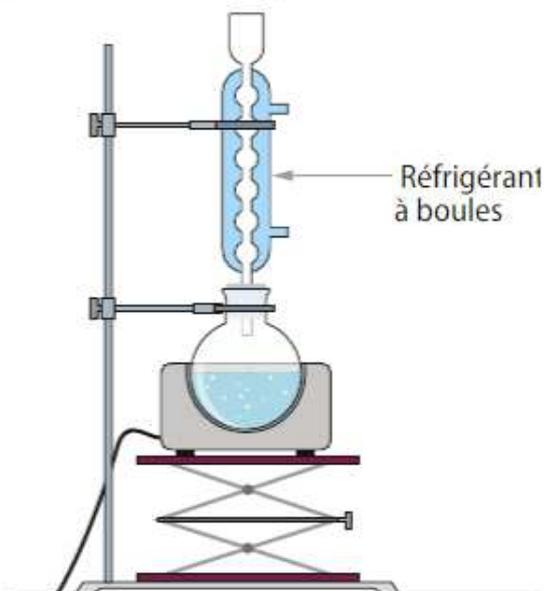
Maxime pèse une masse  $m_1 = 15,6 \text{ g}$  de menthol et mesure un volume  $V = 100 \text{ mL}$  de solution oxydante de concentration  $C = 0,80 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , acidifiée par quelques millilitres d'acide sulfurique concentré.

Il réalise le dispositif du chauffage à reflux (**doc. 1**).

Il obtient une masse  $m' = 11,2 \text{ g}$  de menthone.



#### Doc. 1 Dispositif du chauffage à reflux



#### Données

	Menthol	Menthone
Formule brute	$\text{C}_9\text{H}_{18}\text{CHOH}$	$\text{C}_9\text{H}_{18}\text{CO}$
Couleur	Blanche	Incolore
Masse molaire ( $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ )	156	154
$\theta_{\text{ébullition}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	215	209
$\theta_{\text{fusion}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	43	-6,5

1. Rappeler l'utilité du réfrigérant à boules dans le montage de chauffage à reflux. Justifier le terme «reflux».
2. Calculer les quantités de matière des deux réactifs.
3. Donner le réactif limitant et calculer la masse théorique maximale  $m_2$  de menthone pouvant être obtenue.
4. Exprimer puis calculer le rendement de la synthèse.

**1.** Le réfrigérant permet de condenser les vapeurs produites par le chauffage et évite ainsi la perte de matière.

*Remarque :* Les boules augmentent la surface de contact entre les gaz et les parois froides du réfrigérant, cela permet une condensation plus importante.

$$\mathbf{2.} \quad n_i(\text{menthol}) = \frac{m_1}{M(\text{menthol})} = \frac{15,6}{156} = 0,100 \text{ mol};$$

$$n_i(\text{MnO}_4^-) = C \times V = 0,80 \times 0,100 = 0,080 \text{ mol.}$$

**3.** D'après l'équation :

– si le menthol est le réactif limitant, alors :

$$n_i(\text{menthol}) - 5x_{\text{max}} = 0, \text{ soit } x_{\text{max}} = \frac{0,100}{5} = 0,0200 \text{ mol.}$$

– si l'ion permanganate est limitant, alors :

$$n_i(\text{MnO}_4^-) - 2x_{\text{max}} = 0, \text{ soit } x_{\text{max}} = \frac{0,080}{2} = 0,040 \text{ mol.}$$

Le réactif limitant est le menthol car il conduit à la plus faible valeur de  $x_{\text{max}}$ .

$$n_f(\text{menthone}) = 5x_{\text{max}} = 0,100 \text{ mol.}$$

$$m_2 = n_f(\text{menthone}) \times M(\text{menthone}) = 0,100 \times 154 = 15,4 \text{ g.}$$

$$\mathbf{4.} \quad r = \frac{m'}{m_2} = \frac{11,2}{15,4} = 72,7 \text{ \%}.$$

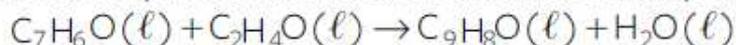
## 34 Synthèse de l'arôme de cannelle

→ Analyser, communiquer, réaliser

L'espèce chimique responsable de l'odeur de cannelle est le cinnamaldéhyde.

Les étapes de sa synthèse sont données dans le **doc. 1**.

On donne l'équation de la transformation chimique.



D'après l'équation de la réaction et les quantités de matière des réactifs, on aurait pu recueillir  $n'_3 = 4,9 \times 10^{-2}$  mol de cinnamaldéhyde.

Le volume de cinnamaldéhyde recueilli est  $V_3 = 4,5$  mL.

### Doc. 1 Synthèse du cinnamaldéhyde

1. On introduit 0,4 g d'hydroxyde de sodium et 2,0 mL d'éthanol dans un erlemeyer. On agite puis on laisse refroidir dans la glace. Sous la hotte, on ajoute 5,0 mL de benzaldéhyde et 5,0 mL d'éthanal puis on agite pendant 10 minutes à l'aide d'un agitateur magnétique.
2. Le contenu de l'erlenmeyer est versé dans une ampoule à décanter. On observe deux phases et on recueille la phase organique dans laquelle se trouve le cinnamaldéhyde.
3. Le cinnamaldéhyde synthétisé est utilisé pour effectuer une chromatographie sur couche mince.

## Données

Espèces (Formule brute)	Masse molaire (g · mol <sup>-1</sup> )	Masse volumique (g · mL <sup>-1</sup> )	Solubilité ou miscibilité dans l'eau
Hydroxyde de sodium (NaOH)	40	2,13	Très soluble
Éthanol (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O)	46	0,8	Miscible
Benzaldéhyde (C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O)	106	1,04	Non miscible
Éthanal (C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O)	44	0,79	Miscible
Cinnamaldéhyde (C <sub>9</sub> H <sub>8</sub> O)	132	1,05	Non miscible

1. Calculer la quantité de matière  $n_1$  de benzaldéhyde et  $n_2$  d'éthanal introduits.
2. Calculer la quantité de matière  $n_3$  de cinnamaldéhyde synthétisé.
3. Calculer le rendement  $r$  de cette synthèse. Proposer une explication au fait que  $r$  soit inférieur à 100 %.

### Différenciation

#### Aides aux exercices

#### Aide pour l'exercice 31

Calculer les quantités de matière de permanganate de potassium et de benzaldéhyde. Déterminer le réactif limitant et calculer la quantité de matière d'acide benzoïque formé.

34

1.

$$n_1 = n_i(\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO}) = \frac{\rho_{\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO}} \times V_1}{M(\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO})} = \frac{1,04 \times 5,0}{106} = 4,9 \times 10^{-2} \text{ mol.}$$

$$n_2 = n_i(\text{C}_2\text{H}_4\text{O}) = \frac{\rho_{\text{C}_2\text{H}_4\text{O}} \times V_2}{M(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})} = \frac{0,79 \times 5,0}{44} = 9,0 \times 10^{-2} \text{ mol.}$$

$$2. n_3 = n_f(\text{C}_9\text{H}_8\text{O}) = \frac{\rho_{\text{C}_9\text{H}_8\text{O}} \times V_3}{M(\text{C}_9\text{H}_8\text{O})} = \frac{1,05 \times 4,5}{132} = 3,6 \times 10^{-2} \text{ mol.}$$

3. D'après l'équation, la réaction se fait mole à mole, le réactif limitant est celui introduit en plus petite quantité : c'est le benzaldéhyde et  $x_{\text{max}} = n_1 = 0,049 \text{ mol.}$

$$n_{1,\text{max}} = x_{\text{max}} = 0,049 \text{ mol.}$$

$$r = \frac{n_3}{n_{3,\text{max}}} = \frac{3,6 \times 10^{-2}}{4,9 \times 10^{-2}} = 0,735 = 73,5 \text{ \%}$$

# Objectif BAC

## 37 Synthèse du propanal



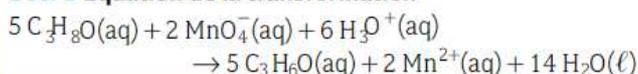
Le propanal est utilisé en parfumerie.

Vous faites un stage dans un laboratoire qui a pour client un parfumeur. Vous devez réaliser la synthèse du propanal à partir de propan-1-ol et de permanganate de potassium. Votre responsable vous procure quelques informations et documents nécessaires (docs 1 à 5).

### Doc. 1 Extrait d'un manuel de chimie organique

L'oxydation du propan-1-ol donne un aldéhyde en présence d'un excès de propan-1-ol, ou un acide carboxylique en présence d'un excès de permanganate.

### Doc. 2 Équation de la transformation



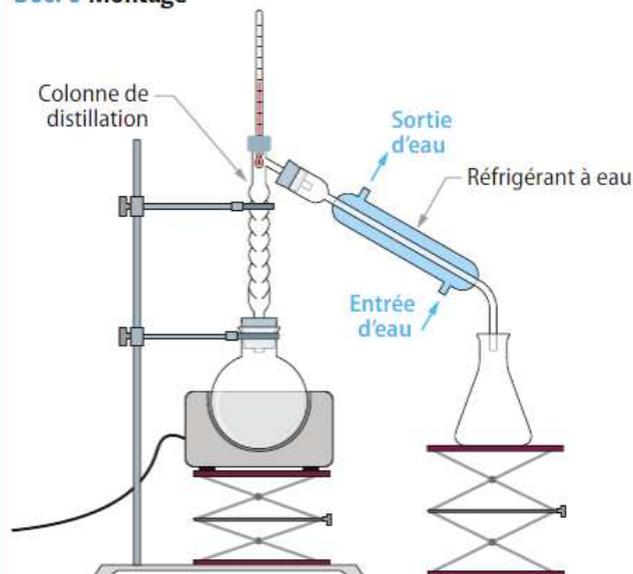
### Doc. 3 Protocole

- Dans un montage de distillation avec réfrigérant, on place 50 mL d'une solution acidifiée de permanganate de potassium de concentration  $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  et 5,0 mL de propan-1-ol.
- On chauffe doucement et les vapeurs montent dans la colonne, puis se condensent dans l'erlenmeyer situé en dessous du condenseur.
- On considèrera que l'acide est en excès.

### Doc. 4 Caractéristiques de quelques composés

	Formule semi-développée	$\theta_{\text{fus}}$ (°C)	$\theta_{\text{eb}}$ (°C)	Densité	Masse molaire ( $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ )
Propan-1-ol	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{OH}$	-127	97,2	0,804	60
Propanal	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CHO}$	-81	48,8	0,807	58
Propanone	$\text{CH}_3\text{-CO-CH}_3$	-95	56,5	0,792	58
Acide propanoïque	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-COOH}$	-22	141,1	0,992	72

### Doc. 5 Montage

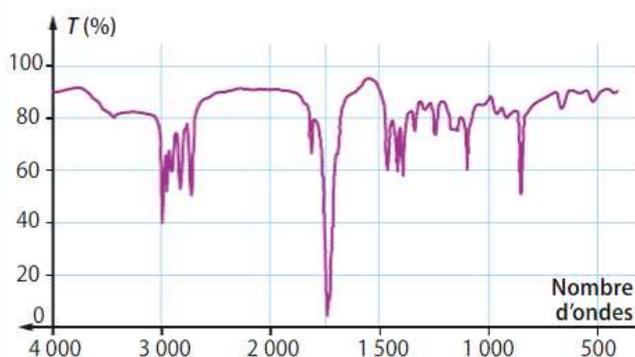


### Doc. 6 Lecture du thermomètre durant la synthèse.

Lorsque les premières gouttes de distillat se condensent, on lit la température affichée par le thermomètre.



### Doc. 7 Spectre IR du composé obtenu



1. Calculer la quantité de matière de permanganate de potassium introduit dans le ballon.
2. À l'aide des docs 3 et 4, montrer que la quantité de matière de propan-1-ol introduite est égale à 0,067 mol.
3. À l'aide des docs 1 et 3, déduire le produit de la synthèse.
4. Montrer que les informations données dans les docs 4, 6 et 7 confirment la réponse à la question précédente.

**37**

$$1. n_i(\text{permanganate}) = C_{\text{KMnO}_4} \times V_{\text{KMnO}_4} = 0,1 \times 50 \times 10^{-3} \\ = 5 \times 10^{-3} \text{ mol.}$$

$$2. n_i(\text{propan-1-ol}) = \frac{d_{\text{propanol}} \times \rho_{\text{eau}} \times V}{M(\text{propanol})} \\ = \frac{0,804 \times 1000 \times 5,0 \times 10^{-3}}{60} \\ = 6,7 \times 10^{-2} \text{ mol.}$$

**3.** Il faut ici déterminer le réactif limitant :

– si le propanol est le réactif limitant, alors :

$$n_i(\text{propanol}) - 5x_{\text{max}} = 0,$$

$$\text{soit } x_{\text{max}} = \frac{6,7 \times 10^{-2}}{5} = 1,3 \times 10^{-2} \text{ mol.}$$

– si l'ion permanganate est limitant, alors :

$$n_i(\text{MnO}_4^-) - 2x_{\text{max}} = 0$$

$$\text{soit } x_{\text{max}} = \frac{5 \times 10^{-3}}{2} = 2,5 \times 10^{-3} \text{ mol.}$$

Le réactif limitant est le permanganate car il conduit à l'avancement maximum le plus petit. L'espèce formée est un aldéhyde.

**4.** La température observée sur le thermomètre est de 49°C, ce qui correspond à la température d'ébullition du propanal.

Le spectre du propanal présente une bande d'absorption fine et intense due à la liaison C=O entre 1700 et 1750 cm<sup>-1</sup>, mais son spectre ne présente pas de bande large et moyenne due à la liaison O-H entre 3200 et 3600 cm<sup>-1</sup>.