

## Corrigé Synthèse

### Vérifier l'essentiel

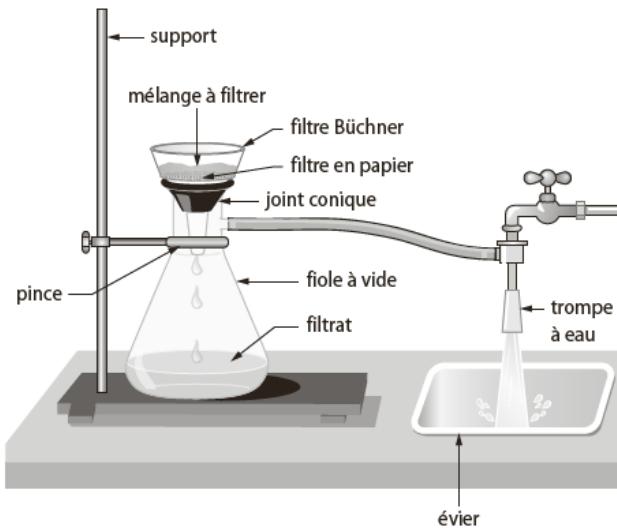
- |                  |                  |                  |
|------------------|------------------|------------------|
| <b>1</b> A et C. | <b>4</b> B.      | <b>7</b> A et C. |
| <b>2</b> B.      | <b>5</b> B et C. | <b>8</b> A et C. |
| <b>3</b> A.      | <b>6</b> A et B. |                  |

**11** 1. L'aniline est toxique, il convient donc de la manipuler avec blouse, gants et masques sous la hotte. L'acide et l'anhydride éthanoïque étant corrosifs, il convient de les manipuler avec les mêmes précautions.

2. L'aniline est soluble dans l'eau, en ajouter améliorerait donc sa dissolution mais l'anhydride éthanoïque, réactif de cette synthèse est décomposé par l'eau. On préférera donc dissoudre l'aniline dans de l'acide éthanoïque.

**12** 1. D → B → A → E → C

2. Schéma d'une filtration sur Büchner :



La filtration sur Büchner est une méthode de filtration sous vide partiel. Le différentiel de pression entre l'air contenu dans la fiole et l'air extérieur permet une filtration plus rapide.

La précaution à prendre a lieu lorsque l'on ferme le robinet d'eau : un retour d'eau peut avoir lieu. C'est pourquoi on conseille de placer un flacon de garde. L'autre solution consiste à détacher le tube qui lie la trompe à la fiole à vide avant de fermer le robinet.

**20** 1. La benzoïne est isolée du milieu réactionnel lors des étapes **③** à **⑥**. Synthèse du produit brut : étapes **①** et **②** Séparation (ou isolement ou extraction) : étapes **③** et **④** Purification : étapes **⑤** à **⑨** Identification (caractérisation) : étape **⑩**.

2. La benzoïne est peu soluble dans l'eau. Sa solubilité est encore moindre dans l'eau salée. D'autre part, la solubilité décroît avec la température.

3. Refroidir le mélange réactionnel dans le mélange d'eau salée glacée va donc conduire à la précipitation de la benzoïne.

$$\text{18} \quad 1. \quad n(\text{C}_7\text{H}_5\text{NO}_3) = \frac{m(\text{C}_7\text{H}_5\text{NO}_3)}{M(\text{C}_7\text{H}_5\text{NO}_3)}$$

$$= \frac{0,50}{151} = 3,3 \times 10^{-3} \text{ mol.}$$

$$n(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}) = \frac{\rho(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}) \cdot V(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})}{M(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})}$$

$$= \frac{(0,785 \times 10)}{58} = 0,14 \text{ mol.}$$

$$n(\text{OH}^-) = [\text{OH}^-] \cdot V(\text{OH}^-) = 2,0 \times 5,0 \times 10^{-3} \\ = 10 \times 10^{-3} \text{ mol.}$$

2. Relativement à la stœchiométrie de la réaction, le réactif limitant est le 2-nitrobenzaldéhyde et  $x_m = \frac{m(\text{C}_7\text{H}_5\text{NO}_3)}{2} = 1,7 \times 10^{-3} \text{ mol.}$

$$n(\text{indigo}) = x_m = 1,7 \times 10^{-3} \text{ mol.}$$

$$3. \quad m(\text{indigo}) = n(\text{indigo}) \times M(\text{indigo}) = 1,7 \times 10^{-3} \times 262 = 0,45 \text{ g.}$$

$$R = \frac{\text{masse indigo obtenue}}{\text{masse indigo attendue}} = 45 \text{ %.}$$

$$\text{22} \quad 1. \quad n(\text{aniline}) = \frac{\rho(\text{aniline}) \cdot V(\text{aniline})}{M(\text{aniline})}$$

$$= \frac{(1,02 \times 10,0)}{93,0} = 0,110 \text{ mol.}$$

Au vu de la stœchiométrie de la réaction et dans la mesure où l'aniline est le réactif limitant,  $x_m = 0,110 \text{ mol.}$

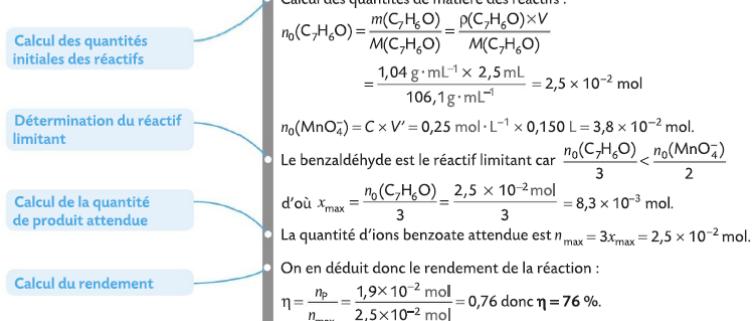
$$2. \quad n(\text{acétanilide}) = \frac{m(\text{acétanilide})}{M(\text{acétanilide})}$$

$$= \frac{11,2}{135,0} = 8,30 \times 10^{-2} \text{ mol.}$$

$$3. \quad R = \frac{n(\text{acétanilide obtenue})}{n(\text{acétanilide attendue})}$$

$$= \frac{8,30 \times 10^{-2}}{0,110 \times 100} = 75,4 \text{ %.}$$

### Le rendement d'une synthèse



### 10 Associer un schéma à une étape

Étape 1 : **e** ; Étape 2 : **a** ; Étape 3 : **b**.

### 11 Légender le schéma d'un montage

Étape 2 : Montage de chauffage à reflux

Étape 3 : Solide : Filtration sous vide

Liquide : Extraction liquide-liquide

Étape 4 : Solide : Mesure de la température de fusion

Liquide : Mesure de l'indice de réfraction / de la température d'ébullition.

### 18 Calculer un rendement

1. Le réactif limitant est le menthol car  $\frac{n_2}{1} < \frac{n_1}{1}$ .

$$2. n_p = \frac{m}{M} = \frac{12,0 \text{ g}}{198 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}} = 6,06 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

et  $n_{\max} = x_{\max} = 0,100 \text{ mol}$ .

$$\eta = \frac{n_p}{n_{\max}} = \frac{6,06 \times 10^{-2} \text{ mol}}{0,100 \text{ mol}} = 0,606 \text{ soit } 60,6 \%$$

### 19 Utiliser un rendement

$$x_{\max} = n_{\text{benzoïne max}} = \frac{n_{\text{benzaldéhyde initial}}}{2}$$

donc  $n_{\text{benzaldéhyde initial}} = 2 \times n_{\text{benzoïne max}}$

$$\text{de plus, } n_{\text{benzoïne max}} = \frac{n_{\text{benzoïne formée}}}{\eta} = \frac{0,037}{0,80} = 4,6 \times 10^{-2} \text{ mol.}$$

Donc  $n_{\text{benzaldéhyde initial}} = 2 \times 4,6 \times 10^{-2} = 9,3 \times 10^{-2} \text{ mol.}$

(9,3 en gardant le résultat exact du calcul précédent en mémoire de la calculatrice)

### 23 À chacun son rythme

#### Synthèse d'un savon

$$1. n_{\text{triester}}^{\text{ini}} = \frac{m}{M(\text{triester})} = \frac{20,0}{890} = 2,25 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

$$n_{\text{HO}^-}^{\text{ini}} = C \times V = 10,0 \times 40,0 \times 10^{-3} = 4,00 \times 10^{-1} \text{ mol.}$$

2. a.  $\frac{n_{\text{triester}}^{\text{ini}}}{1} < \frac{n_{\text{HO}^-}^{\text{ini}}}{3}$  donc le triester est le réactif limitant.

$$b. x_{\max} = \frac{n_{\text{triester}}^{\text{ini}}}{1} = \frac{n_{\text{savon}}^{\text{max}}}{3} = 2,25 \times 10^{-2} \text{ mol.}$$

Donc  $n_{\text{savon}}^{\text{max}} = 6,75 \times 10^{-2} \text{ mol.}$

$$3. n_{\text{savon}}^{\text{formé}} = \frac{m'}{M(\text{savon})} = \frac{15,0}{306} = 4,90 \times 10^{-2} \text{ mol.}$$

$$4. \eta = \frac{n_{\text{savon}}^{\text{formé}}}{n_{\text{savon}}^{\text{max}}} = \frac{4,90 \times 10^{-2}}{6,75 \times 10^{-2}} = 0,726 \text{ soit } 72,6 \%$$

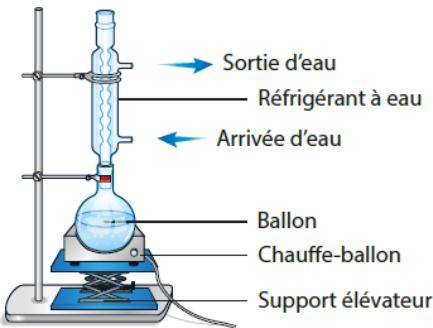
### 9 Légender le schéma d'un montage

I Faire un schéma adapté.

- Schématiser et légendier le montage de chauffage à reflux photographié ci-contre.



### 9 Légender le schéma d'un montage



Montage de distillation fractionnée.

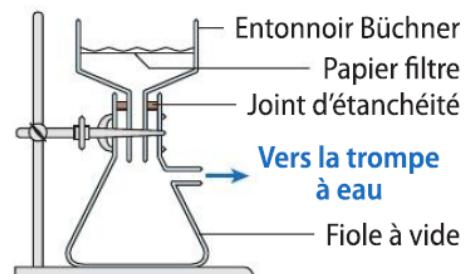
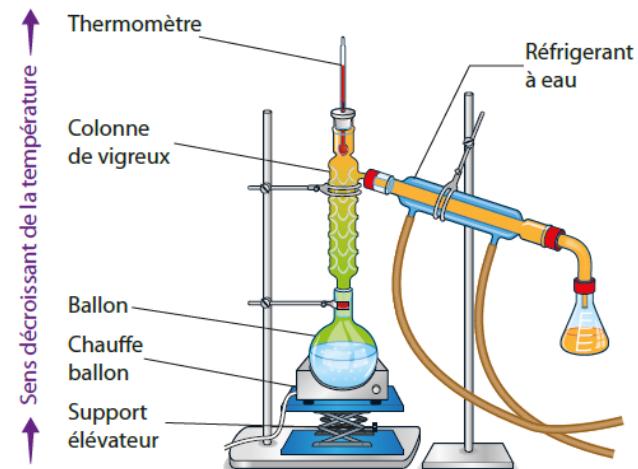


Schéma légendé de la filtration sur entonnoir Büchner.

# ÉTAPES D'UNE SYNTHÈSE CHIMIQUE

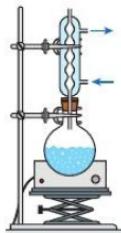
## 1 Transformation des réactifs en produits

- Accélérée par l'agitation et le chauffage

### Montage à reflux

Intérêts :

- évite les pertes de matière
- sécurité



### Sécurité

Lire les pictogrammes avant toute manipulation d'espèces chimiques.

▶ Rabat V

## 2 Extraction du produit brut

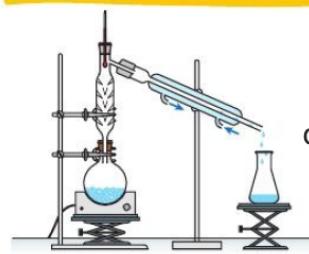
non miscible avec le mélange réactionnel

### Décantation



Liquide miscible avec le mélange réactionnel

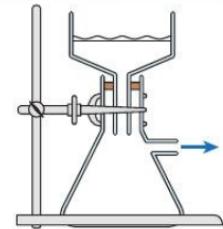
### Distillation fractionnée



### Produit brut à isoler

Solide dissous dans mélange réactionnel liquide

### Cristallisation puis filtration sur Büchner

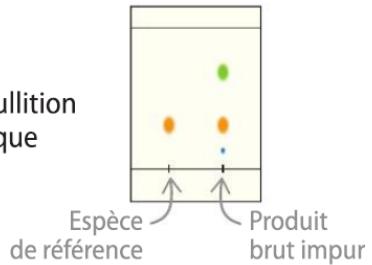


Il faut au moins 20 °C entre la température d'ébullition du produit à extraire et celle des autres espèces.

## 3 Analyse du produit brut

Techniques possibles :

- mesures de températures d'ébullition ou de fusion, de masse volumique
- spectroscopie IR
- chromatographie



## Efficacité de la synthèse

$$\eta = \frac{n_{\text{exp}}}{n_{\text{max}}}$$

Quantité de matière de produit obtenue expérimentalement

Quantité de matière maximale obtenue par un bilan de matière théorique

Plus le rendement  $\eta$  est proche de 1, plus la synthèse est efficace.

## 4 Purification

Utiliser les différences de solubilités des impuretés et du produit dans un même solvant (recristallisation, relargage).

On peut aussi utiliser la distillation fractionnée.

## Pictogrammes de sécurité

		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Brûle facilement ou très facilement ! Tenir éloigné de toute étincelle ou source de chaleur et des produits combustibles.</li> </ul>
		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Fait brûler les autres substances ! Tenir éloigné de toute étincelle ou source de chaleur et des produits combustibles.</li> </ul>
		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Poison mortel ! Ne pas toucher sauf nécessité. Manipuler avec précautions, toujours porter des gants.</li> </ul>
		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tue les animaux et les plantes ! Ne pas jeter dans les éviers, récupérer dans un récipient spécial après utilisation.</li> </ul>
		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Ronge les objets ou la peau ! Manipuler avec précautions, toujours porter des lunettes de sécurité.</li> </ul>
		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Dangereux en cas de contact ! Manipuler avec précautions, bien se laver les mains par la suite.</li> </ul>
		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Récipient contenant un gaz sous pression ! Manipuler avec précautions.</li> </ul>
		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Dangereux pour la santé ! Manipuler avec précautions, bien se laver les mains par la suite.</li> </ul>

	Bombe explosive (pour les dangers d'explosion ou de réactivité)		Flamme (pour les dangers d'incendie)		Flamme sur un cercle (pour les matières combustibles)
	Bouteille à gaz (pour les gaz sous pression)		Corrosion (peut être corrosif pour les métaux ainsi que la peau ou les yeux)		Tête de mort sur deux tibias (peut être毒ique ou mortel après une courte exposition à de petites quantités)
	Danger pour la santé (peut avoir ou est présumé avoir de graves effets sur la santé)		Point d'exclamation (peut entraîner des effets moins sévères sur la santé ou couche d'ozone*)		Environnement* (peut être nocif pour le milieu aquatique)
	Matières infectieuses présentant un danger biologique (pour les organismes ou les toxines susceptibles de causer des maladies chez l'humain ou chez l'animal)				

\* Le SGH établit également un groupe de dangers pour l'environnement. Ce groupe et les classes qu'il englobe n'ont pas été adoptés dans le SIMDUT 2015. Cependant, les différentes classes liées à l'environnement peuvent figurer sur les étiquettes et les fiches de données de sécurité (FDS). Le SIMDUT 2015 permet de fournir des renseignements concernant les dangers pour l'environnement.