Spécialité : Synthèse d'un amide

Bac S 2010 Amérique du Sud (ancien programme) · Exercice 4 **4 points** **Durée conseillée 52 min**

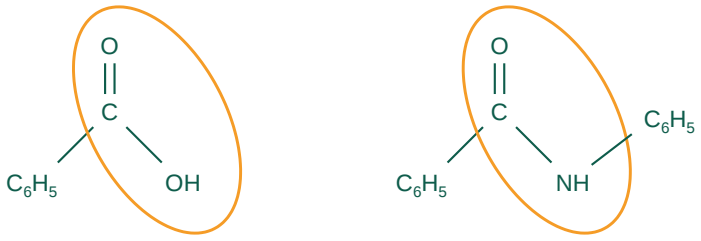
1 Recopier les molécules A et B, puis entourer et reconnaître les groupes caractéristiques acide carboxylique et amide.

Molécule A : le carbone porte à la fois une liaison double $C{=}O$ et un groupe $-OH$: c'est le groupe carboxyle, celui de la famille des acides carboxyliques.

Molécule B : le carbone du $C{=}O$ est directement lié à un atome d'azote : c'est le groupe amide.

A : groupe carboxyle $-COOH$ (acide carboxylique) ; B : groupe amide $-CO-NH^-$.

PIÈGE
Entourer seulement OH (ce serait un alcool) ou seulement NH (ce serait une amine). Le groupe comprend toujours le $C{=}O$ voisin.



A — groupe carboxyle : acide carboxylique

B — groupe amide

1 · Molécules A et B : groupes caractéristiques entourés

2 Quels sont les avantages d'un chauffage à reflux ?

Chauffer élève la température du mélange : la température est un facteur cinétique, la transformation est donc plus rapide.

Le réfrigérant à eau condense les vapeurs, qui retombent dans le ballon : il n'y a aucune perte de réactifs, de produit ni de solvant.

Le reflux accélère la transformation sans perte de matière.

COMPRENDRE
Le mélange bout à température constante, celle de l'ébullition du solvant : on peut chauffer trois heures sans que le ballon se vide.

3 Donner le rôle du toluène en utilisant le tableau fourni à la fin de l'exercice.

D'après le tableau, toutes les espèces citées sont solubles dans le toluène, en particulier le réactif solide (chlorure de N-phénylammonium) et le produit. Les réactifs dissous se rencontrent facilement dans un mélange homogène.

Le toluène est le solvant de la synthèse.

4 Calculer la quantité de matière n_1 de chlorure de benzoyle C_6H_5COCl.

Données utiles $V = 11{,}7\ \text{mL}$; $\rho = 1{,}21\ \text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$; $M(C_6H_5COCl) = 140{,}5\ \text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$

Le chlorure de benzoyle est un liquide : sa masse est $m_1 = \rho V$, avec $V = 11{,}7\ \text{mL} = 11{,}7\ \text{cm}^3$.

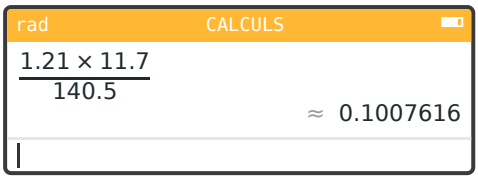
$$n_1 = \frac{\rho V}{M(C_6H_5COCl)} = \frac{1{,}21 \times 11{,}7}{140{,}5}$$

$n_1 = 0{,}101\ \text{mol}$

PIÈGE
Convertir le volume en litres alors que ρ est en $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$: le résultat serait mille fois trop petit. Ici $1\ \text{mL} = 1\ \text{cm}^3$, aucune conversion.

COMPRENDRE
Les données ρ et V ont trois chiffres significatifs : le résultat en garde trois.

À LA CALCULATRICE



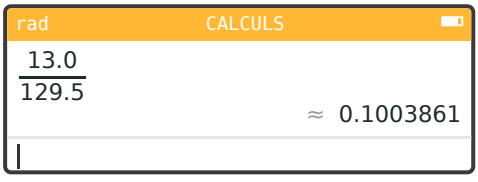
5 Calculer la quantité de matière n_2 de chlorure de N-phénylammonium $C_6H_5NH_3Cl$.

Données utiles $m_2 = 13{,}0$ g ; $M(C_6H_5NH_3Cl) = 129{,}5$ g · mol^{-1}

$$n_2 = \frac{m_2}{M(C_6H_5NH_3Cl)} = \frac{13{,}0}{129{,}5}$$

$\boxed{n_2 = 0{,}100 \text{ mol}}$

À LA CALCULATRICE



6 Compléter le tableau d'avancement fourni en annexe et déterminer la valeur de l'avancement maximal x_{max}.

Données utiles $n_1 = 0{,}101$ mol (Q4) ; $n_2 = 0{,}100$ mol (Q5)

Les nombres stœchiométriques des deux réactifs valent 1 : dans l'état final il reste $n_1 - x_{max}$ et $n_2 - x_{max}$ (voir l'annexe).

Si C_6H_5COCl est limitant : $n_1 - x_{max} = 0$, soit $x_{max} = 0{,}101$ mol.

Si $C_6H_5NH_3Cl$ est limitant : $n_2 - x_{max} = 0$, soit $x_{max} = 0{,}100$ mol.

On retient la plus petite valeur : le réactif limitant est le chlorure de N-phénylammonium.

$\boxed{x_{max} = n_2 = 0{,}100 \text{ mol}}$

COMPRENDRE
Les deux réactifs sont introduits presque dans les proportions stœchiométriques : le chlorure de benzoyle n'est en excès que de moins de 1 %.

	C_6H_5COCl +	$C_6H_5NH_3Cl$ =	$C_6H_5CONHC_6H_5$ +	2 HCl(g)
État initial	n_1	n_2	0	0
État final si la transformation est totale	$n_1 - x_{max}$	$n_2 - x_{max} = 0$	x_{max}	$2\,x_{max}$

6 · Annexe complétée : tableau d'avancement (quantités en mol)

7 Trouver la masse maximale de N-phénylbenzamide $C_6H_5NHCOC_6H_5$ qu'il est possible d'obtenir et en déduire le rendement de la transformation chimique.

Données utiles $x_{max} = n_2$ (Q6) ; masse isolée $m_{exp} = 11{,}2$ g ; masses molaires atomiques de C, H, N, O

Formule brute du produit : $C_{13}H_{11}NO$.

$M = 13 \times 12{,}0 + 11 \times 1{,}0 + 14{,}0 + 16{,}0 = 197{,}0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$

D'après le tableau, $n(\text{amide})_{max} = x_{max}$, donc :

$$m_{max} = x_{max} \times M = \frac{13{,}0}{129{,}5} \times 197{,}0 = 19{,}8 \text{ g}$$

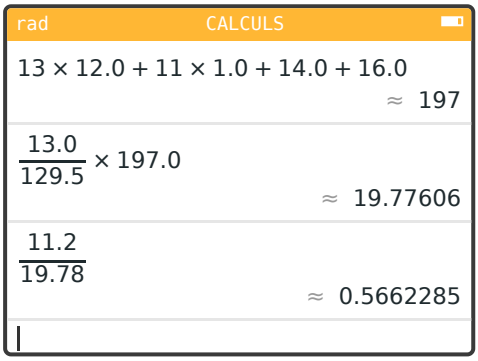
Rendement : $\eta = \dfrac{m_{exp}}{m_{max}} = \dfrac{11{,}2}{19{,}78} = 0{,}566$

$m_{max} = 19{,}8$ g et $\eta = 0{,}566$, soit environ $57\ \%$

PIÈGE
Oublier l'atome d'oxygène en comptant les atomes du produit : on trouverait $181{,}0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ et un rendement faux.

MÉTHODE
Garder la valeur non arrondie de x_{max} dans la calculatrice. Avec $0{,}100$ mol arrondi, on obtient $19{,}7$ g : l'écart est accepté, le rendement reste voisin de 57 %.

À LA CALCULATRICE



8 Le solide brut contient le N-phénylbenzamide, du chlorure de N-phénylammonium et de l'acide benzoïque. À l'aide du tableau, expliquer le principe de la recristallisation.

À chaud, les trois espèces sont solubles dans le mélange éthanol-eau : on dissout tout le solide brut dans un minimum de solvant chaud.

À froid, seul le N-phénylbenzamide est insoluble : en refroidissant, il cristallise, tandis que les deux impuretés restent dissoutes.

Une filtration sépare alors les cristaux du liquide.

La recristallisation exploite la différence de solubilité à froid entre le produit (insoluble) et les impuretés (solubles).

COMPRENDRE
Une partie du produit reste malgré tout dissoute dans le solvant froid ou est perdue au filtrage : la purification explique en partie le rendement de 57 %.

9 La température de fusion mesurée pour le produit recristallisé est de 162 °C. Conclure sur sa pureté à l'aide du texte encadré.

Le texte indique que le N-phénylbenzamide pur fond à 162 °C. La valeur mesurée est identique.

Le produit recristallisé est pur.

COMPRENDRE
Une impureté abaisse la température de fusion et étale la fusion sur plusieurs degrés. On la mesure au banc Kofler.

10 Citer une autre méthode permettant d'estimer la pureté d'un produit de synthèse.

On dépose sur une même plaque le produit obtenu et le N-phénylbenzamide de référence. Après élution et révélation, un produit pur ne donne qu'une seule tache, à la même hauteur que la référence.

La chromatographie sur couche mince (CCM).