Asie 2008 EXERCICE I. SYNTHÈSE D'UN FÉBRIFUGE : L'ACÉTANILIDE (4 points)

L'acétanilide C_6H_5 — NH — CO — CH_3 fut l'un des premiers fébrifuges (médicaments combattant la fièvre) synthétisé par l'industrie chimique à partir de l'aniline et du vinaigre (solution aqueuse d'acide éthanoïque). C'est un solide blanc.
Dans la synthèse décrite dans la suite, on remplacera l'acide éthanoïque par un dérivé de cet acide l'anhydride éthanoïque.

Au lycée, on prépare l'acétanilide en suivant le protocole suivant.
Étape 1 : synthèse de l'acétanilide.
- *dans un ballon rodé propre et sec, introduire V_1 = 15 mL d'acide éthanoïque qui joue ici le rôle de solvant, V_2 = 15,0 mL d'anhydride éthanoïque, V_3 = 10,0 mL d'aniline et quelques grains de pierre ponce ;*
- *adapter sur le ballon rodé un réfrigérant à boules ; chauffer le ballon au bain-marie à 80 °C pendant environ 20 minutes ;*
- *retirer le ballon du bain-marie et verser immédiatement par le sommet du réfrigérant 10 mL d'eau sans attendre le refroidissement en faisant attention aux vapeurs chaudes et acides ;*
- *lorsque l'ébullition cesse, ajouter 50 mL d'eau froide et agiter à température ambiante jusqu'à apparition des cristaux;*
- *lorsque les premiers cristaux blancs apparaissent, ajouter 50 mL d'eau glacée et refroidir le ballon dans la glace jusqu'à cristallisation complète ;*
- *effectuer une filtration sous vide en rinçant à l'eau distillée froide.*

Étape 2 : purification du produit obtenu.
- *dans un bécher, faire chauffer environ 50 mL d'eau ; y dissoudre la totalité du produit obtenu lors de l'étape 1 ; après dissolution, attendre la cristallisation ;*
- *effectuer une filtration sous vide ;*
- *placer le solide obtenu dans une coupelle préalablement pesée ;*
- *sécher à l'étuve à 90 °C ;*
- *la masse du produit obtenu est **m = 11,6 g.***

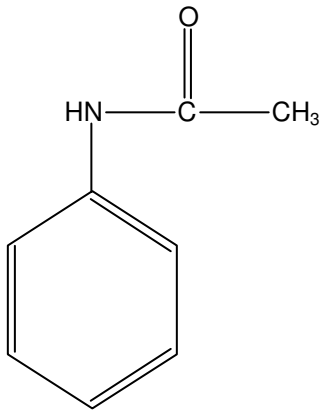
1. Questions à propos du mode opératoire.
1.1. À propos de l'étape 1.
1.1.1. Faire un schéma annoté du montage à reflux. Préciser le sens de circulation de l'eau dans le réfrigérant.
1.1.2. Pourquoi chauffer ? Pourquoi à reflux ?
1.1.3. En utilisant les données de la fin de l'exercice, justifier l'apparition des cristaux blancs après refroidissement.
1.1.4. Quel est l'intérêt d'effectuer une filtration sous vide ?

1.2. À propos de l'étape 2.
Comment appelle-t-on la technique de purification utilisée dans cette étape ?

2. À propos de l'acétanilide.

La formule de !'acétanilide, aussi appelée N- phényléthanamide, est donnée ci-contre.

Recopier cette formule et entourer le groupe caractéristique amide.



3. Rendement de la synthèse.

L'équation de la réaction entre l'aniline et l'anhydride éthanoïque est :

aniline + anhydride éthanoïque = acétanilide + A.

Dans cette équation, tous les nombres stœchiométriques sont égaux à 1.
La quantité de matière initiale d'aniline est 0,110 mol.

3.1. Quel est le nom du composé A de l'équation de la réaction ?
3.2. Calculer la quantité de matière initiale d'anhydride éthanoïque.
3.3. Quel est le réactif limitant ? On pourra s'aider d'un tableau descriptif de l'évolution du système chimique.
3.4. Quelle masse maximale d'acétanilide peut-on espérer obtenir ?
3.5. Définir et calculer le rendement de cette synthèse.

Données :

	formule brute	***masse volumique en g.mL^{-1}***	***masse molaire en g. mol^{-1}***	***solubilité dans l'eau chaude***	***solubilité dans l'eau froide***
aniline	C_6H_7N	*1,02*	*93*	*soluble*	*soluble*
anhydride éthanoïque	$C_4H_6O_3$	*1,08*	*102*	*	*
acétanilide	C_8H_9ON	*solide*	*135*	*soluble*	*très peu soluble*
acide éthanoïque	$C_2H_4O_2$	*1,05*	*60*	*très soluble*	*très soluble*

** L'anhydride éthanoïque réagit violemment avec l'eau à chaud et à froid.*