Spécialité : Synthèse d'un fébrifuge: l'acétanilide

Bac S 2008 Asie (ancien programme) · Exercice 2 **4 points** **Durée conseillée 52 min**

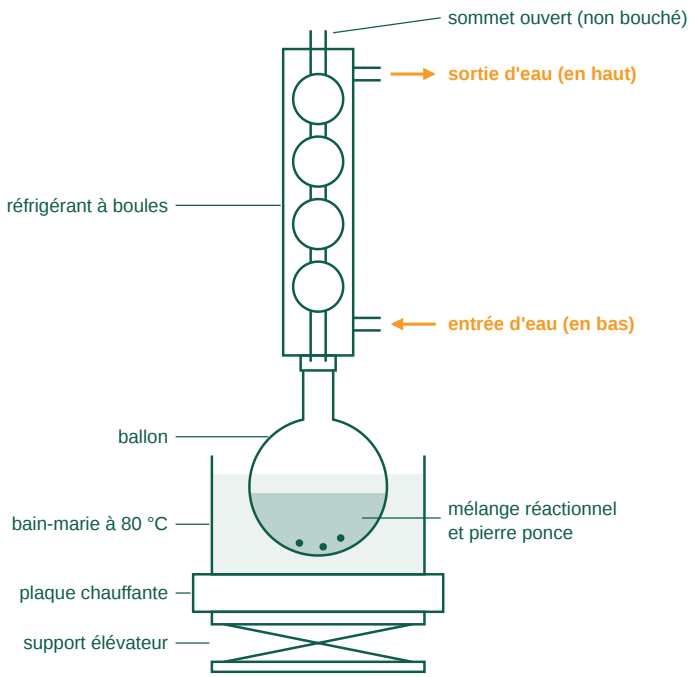
1.1.1 Faire un schéma annoté du montage à reflux et préciser le sens de circulation de l'eau dans le réfrigérant.

Le ballon, plongé dans le bain-marie, est surmonté d'un réfrigérant à boules vertical dont le sommet reste ouvert (voir schéma).

L'eau de refroidissement entre par le **bas** du réfrigérant et ressort par le **haut**.

PIÈGE
Boucher le sommet du réfrigérant : la pression augmenterait dans le montage pendant le chauffage. Un schéma sans légende ne rapporte pas les points.

COMPRENDRE
Avec une entrée par le bas, le manchon se remplit entièrement d'eau et chasse l'air : toute la paroi est refroidie. Alimenté par le haut, il resterait en partie vide.



1.1.1 · Montage de chauffage à reflux ; sens de circulation de l'eau en orange

1.1.2 Pourquoi chauffer ? Pourquoi à reflux ?

La température est un facteur cinétique : chauffer **accélère** la transformation.

Les vapeurs qui se forment montent dans le réfrigérant, s'y liquéfient au contact de la paroi froide et retombent dans le ballon.

On chauffe pour accélérer la réaction ; le reflux évite toute **perte de matière** (réactifs, produits, solvant).

COMPRENDRE
Le reflux garde aussi les vapeurs acides et irritantes à l'intérieur du montage au lieu de les laisser se répandre dans la salle.

1.1.3 À l'aide des données, justifier l'apparition des cristaux blancs après refroidissement.

Données utiles acétanilide : soluble dans l'eau chaude, très peu soluble dans l'eau froide ; aniline : soluble ; acide éthanoïque : très soluble

Après l'ajout d'eau, le mélange est essentiellement aqueux. L'acétanilide y reste dissous tant que le mélange est chaud.

En refroidissant, sa solubilité devient très faible : il ne peut plus rester en solution et passe à l'état solide. L'acide éthanoïque et l'aniline restante, solubles à froid, restent dissous.

L'acétanilide, très peu soluble dans l'eau froide, **cristallise** : ce sont les cristaux blancs.

COMPRENDRE
Les premiers 10 mL d'eau servent aussi à détruire l'excès d'anhydride éthanoïque, qui réagit vivement avec l'eau en donnant de l'acide éthanoïque. D'où l'ébullition observée et la prudence demandée.

1.1.4 Quel est l'intérêt d'effectuer une filtration sous vide ?

La trompe à eau crée une dépression dans la fiole : le liquide est aspiré à travers le filtre.

La filtration sous vide est plus **rapide** qu'une filtration simple et donne un solide mieux **essoré**.

MÉTHODE
Matériel à citer si un schéma est demandé : entonnoir Büchner, papier-filtre, fiole à vide, trompe à eau. Le solide reste sur le filtre, le filtrat est recueilli dans la fiole.

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

Le solide brut est dissous dans l'eau chaude, puis il réapparaît sous forme de cristaux lors du refroidissement, alors que les impuretés restent en solution.

Cette technique est une **recristallisation**.

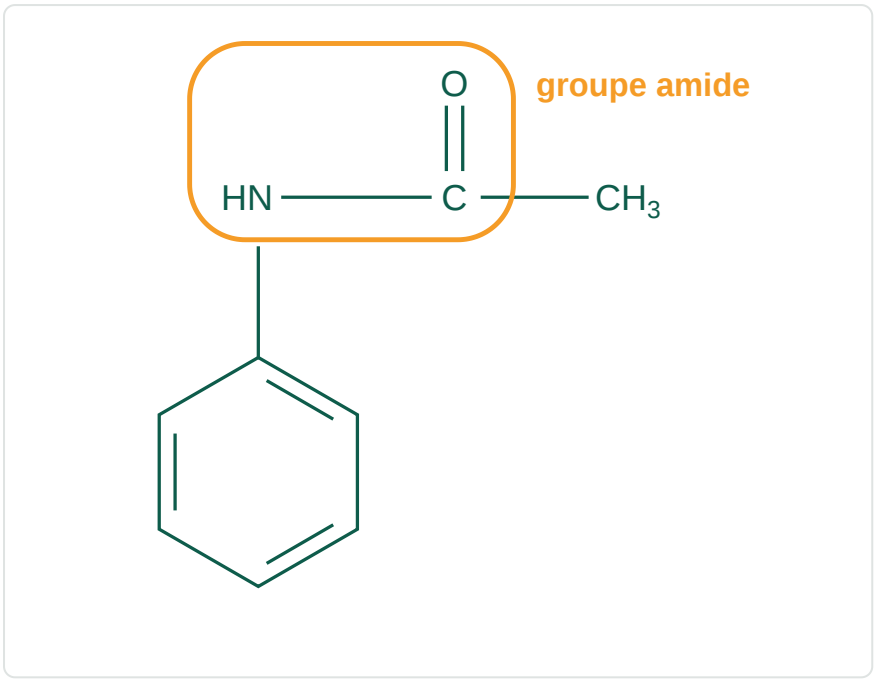
COMPRENDRE
Elle repose sur une différence de solubilité : le produit doit être soluble à chaud et très peu à froid dans le solvant choisi, les impuretés solubles à froid.

2 Recopier la formule de l'acétanilide et entourer le groupe caractéristique amide.

Le groupe amide associe un groupe carbonyle $C{=}O$ et un atome d'azote lié directement au carbone de ce groupe.

Groupe amide : $-CO-NH-$, entouré sur la formule.

PIÈGE
Entourer seulement NH (ce serait une amine) ou seulement $C{=}O$. Le groupe amide comprend à la fois l'azote, le carbone et l'oxygène.



2 · Formule de l'acétanilide, groupe amide entouré en orange

3.1 Quel est le nom du composé A de l'équation de la réaction ?

Données utiles aniline C_6H_7N ; anhydride éthanoïque $C_4H_6O_3$; acétanilide C_8H_9ON

Les nombres stœchiométriques valent tous 1 ; la conservation des éléments donne la formule brute de A :

C : $6+4-8=2$; H : $7+6-9=4$; O : $3-1=2$; N : $1-1=0$.

A a pour formule brute $C_2H_4O_2$, celle de l'acide éthanoïque du tableau de données.

A est l'**acide éthanoïque** CH_3COOH.

MÉTHODE
Quand une espèce manque dans une équation, on fait le bilan élément par élément entre réactifs et produits, puis on cherche la formule obtenue dans les données.

3.2 Calculer la quantité de matière initiale d'anhydride éthanoïque.

Données utiles $V_2 = 15{,}0$ mL ; $\rho_2 = 1{,}08$ g · mL^{-1} ; $M_2 = 102$ g · mol^{-1}

La masse d'anhydride introduite est $m_2 = \rho_2 V_2$, donc

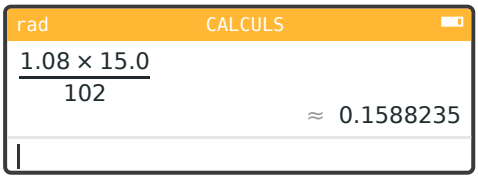
$$n_2 = \frac{m_2}{M_2} = \frac{\rho_2 V_2}{M_2} = \frac{1{,}08 \times 15{,}0}{102} = 0{,}159 \text{ mol}$$

$n_2 = 0{,}159$ mol

PIÈGE
Utiliser $n = CV$ ou le volume molaire : l'anhydride est un liquide pur, il faut passer par sa masse.

COMPRENDRE
Les données ont trois chiffres significatifs : le résultat en garde trois. La masse volumique est en g · mL^{-1} et le volume en mL : aucune conversion n'est nécessaire.

À LA CALCULATRICE



3.3 Quel est le réactif limitant ? On pourra s'aider d'un tableau d'évolution du système.

Données utiles $n_1 = 0{,}110$ mol d'aniline ; $n_2 = 0{,}159$ mol d'anhydride éthanoïque (3.2)

Quantités de matière en mol (l'acide éthanoïque, solvant, est déjà présent en grande quantité) :

	aniline	anhydride	acétanilide	A
initial	$0{,}110$	$0{,}159$	0	excès
en cours	$0{,}110 - x$	$0{,}159 - x$	x	excès
final	$0{,}110 - x_{\max}$	$0{,}159 - x_{\max}$	$x_{\max}$	excès

Si l'aniline est limitante : $0{,}110 - x_{\max} = 0$, soit $x_{\max} = 0{,}110$ mol.

Si l'anhydride est limitant : $0{,}159 - x_{\max} = 0$, soit $x_{\max} = 0{,}159$ mol.

On retient la plus petite valeur : $x_{\max} = 0{,}110$ mol.

Le réactif limitant est l'**aniline** ; $x_{\max} = 0{,}110$ mol.

MÉTHODE
Tous les nombres stœchiométriques valant 1, il suffit de comparer les quantités initiales : $0{,}110 < 0{,}159$, donc l'aniline s'épuise la première.

3.4 Quelle masse maximale d'acétanilide peut-on espérer obtenir ?

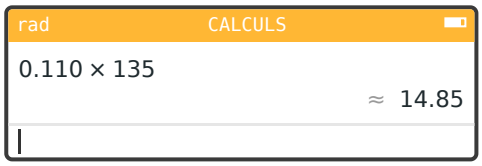
Données utiles $x_{\max} = 0{,}110$ mol (3.3) ; $M = 135\ \text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$

Si la transformation est totale, il se forme $n_{\max} = x_{\max}$ d'acétanilide, donc

$$m_{\max} = x_{\max}\, M = 0{,}110 \times 135 = 14{,}9\ \text{g}$$

$m_{\max} = 14{,}9$ g

À LA CALCULATRICE



3.5 Définir et calculer le rendement de cette synthèse.

Données utiles $m = 11{,}6$ g ; $m_{\max} = 14{,}85$ g (3.4, valeur non arrondie)

Le rendement est le quotient de la masse de produit réellement obtenue par la masse maximale attendue si la transformation était totale et sans perte :

$$\eta = \frac{m}{m_{\max}} = \frac{11{,}6}{14{,}85} = 0{,}781$$

$\eta = 0{,}781$, soit environ $78\ \%$

PIÈGE
Calculer avec la valeur arrondie $14{,}9$ g donne $0{,}779$: on garde la valeur non arrondie dans les calculs intermédiaires.

COMPRENDRE
Le rendement est inférieur à 1 : une partie du produit est perdue lors des filtrations, des transferts et de la recristallisation, où un peu d'acétanilide reste dissous.

À LA CALCULATRICE

