Spécialité : Synthèse d'un conservateur

Bac S 2007 Métropole (ancien programme) · Exercice 3 **4 points** **Durée conseillée 52 min**

1.1 Donner, sans justifier, le nom des parties manquantes ❶, ❷ et ❸ du texte décrivant le protocole (verrerie, nom de montage).

❶ : une **éprouvette graduée** (le volume de soude, « environ 20 mL », n'a pas à être précis).

❷ : un **montage de chauffage à reflux**.

❸ : un dispositif de **filtration sous vide** (fiole à vide et entonnoir Büchner).

❶ éprouvette graduée ; ❷ chauffage à reflux ; ❸ filtration sous vide (Büchner)

COMPRENDRE
Le mot « environ » oriente vers une verrerie peu précise : la soude est en large excès, une pipette jaugée serait inutile. Le mot « rapidement » oriente vers la filtration sous vide, bien plus rapide qu'une filtration par gravité.

1.2 Nommer les éléments du montage de la figure 3 repérés par les lettres A, B et C.

A : réfrigérant à boules (réfrigérant à eau).

B : ballon bicol (ballon à deux cols).

C : chauffe-ballon.

A : réfrigérant à boules. B : ballon bicol (à deux cols). C : chauffe-ballon.

PIÈGE
Ne pas confondre avec une distillation : ici le réfrigérant est vertical et rien n'est recueilli. L'eau entre toujours par le bas du réfrigérant et sort par le haut.

COMPRENDRE
Les vapeurs montent dans le réfrigérant, s'y condensent au contact de la paroi froide et retombent dans le ballon : on chauffe sans perdre de matière. Le haut du réfrigérant reste ouvert, ce qui évite toute surpression.

1.3 Interpréter le chromatogramme réalisé lors de la synthèse et conclure quant à la nature du solide obtenu.

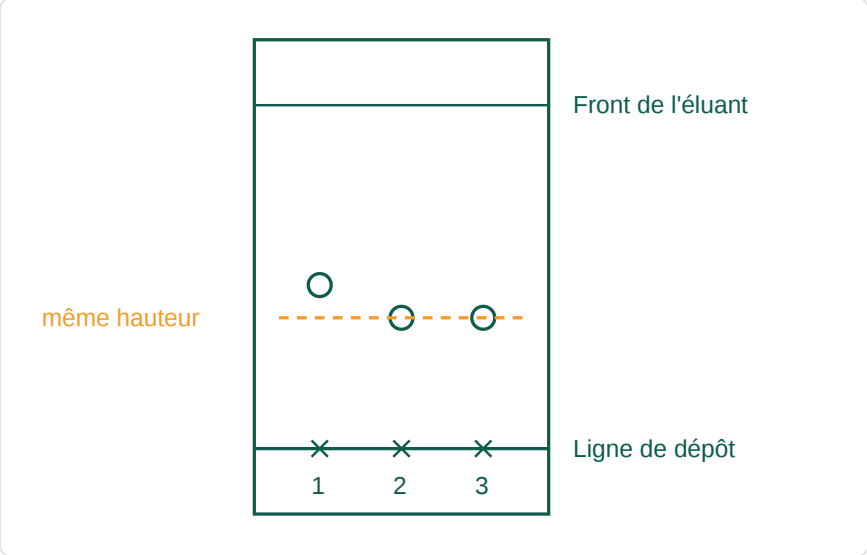
Le dépôt 2 (solide obtenu) ne donne qu'une seule tache : le solide ne contient qu'une seule espèce chimique révélée sous UV, il est pur.

Cette tache est à la même hauteur que celle du dépôt 3 (acide benzoïque pur) : c'est la même espèce.

Aucune tache du dépôt 2 n'est à la hauteur de celle du dépôt 1 : le solide ne contient pas d'alcool benzylique.

Le solide synthétisé est bien de l'acide benzoïque, et il est pur.

MÉTHODE
Lecture d'une CCM en deux temps. Lecture verticale : le nombre de taches d'un dépôt indique le nombre d'espèces révélées. Lecture horizontale : deux taches à la même hauteur, sur la même plaque, correspondent à la même espèce.



1.3 · Chromatogramme du sujet : les taches des dépôts 2 et 3 sont à la même hauteur

2.1 Choisir, parmi les propositions a) à e), les deux demi-équations électroniques associées à la transformation étudiée.

Données utiles couples $C_6H_5CO_2^-\,(aq)$ / $C_6H_5CH_2OH\,(l)$ et $MnO_4^-\,(aq)$ / $MnO_2\,(s)$; milieu basique

Le milieu est basique : les demi-équations s'écrivent avec des ions HO^-, sans ions H^+. Cela écarte b) et e). La proposition c) est aussi écartée : elle fait intervenir Mn^{2+}, qui n'appartient pas au couple MnO_4^- / MnO_2.

Il reste a) et d) :

$$C_6H_5CO_2^-\,(aq) + 4\,e^- + 4\,H_2O\,(l) = C_6H_5CH_2OH\,(l) + 5\,HO^-\,(aq)$$

$$MnO_4^-\,(aq) + 3\,e^- + 2\,H_2O\,(l) = MnO_2\,(s) + 4\,HO^-\,(aq)$$

Vérification : 3 × a) écrite dans le sens de l'oxydation, ajoutée à 4 × d), échange 12 électrons. Après simplification de $15\ HO^-$ et de $8\ H_2O$, on retrouve l'équation du sujet :

$$3\,C_6H_5CH_2OH + 4\,MnO_4^- = 3\,C_6H_5CO_2^- + 4\,H_2O + 4\,MnO_2 + HO^-$$

Réponses a) et d).

PIÈGE
Les propositions b) et e) sont correctement équilibrées et correspondent aux bons couples : elles ne sont fausses que parce que le milieu est basique. Vérifier aussi la conservation des charges de chaque côté.

MÉTHODE
Pour passer d'une demi-équation écrite avec H^+ au milieu basique, ajouter de chaque côté autant de HO^- qu'il y a de H^+, remplacer $H^+ + HO^-$ par H_2O, puis simplifier les molécules d'eau.

2.2 Choisir la valeur de la quantité n_1 d'alcool benzylique présente dans les 2,0 mL prélevés.

Données utiles $V_1 = 2{,}0\ mL$; $\rho_1 = 1{,}0\ g \cdot mL^{-1}$; $M_1 = 108\ g \cdot mol^{-1}$

L'alcool benzylique est un liquide pur : sa masse est $m_1 = \rho_1\, V_1$, donc

$$n_1 = \frac{m_1}{M_1} = \frac{\rho_1\, V_1}{M_1}$$

$$n_1 = \frac{1{,}0 \times 2{,}0}{108} = 1{,}9 \times 10^{-2}\ mol$$

(aide au calcul : $\dfrac{2{,}0}{108} = 1{,}9 \times 10^{-2}$)

$n_1 = 1{,}9 \times 10^{-2}\ mol$: réponse a).

PIÈGE
La masse volumique est en $g \cdot mL^{-1}$: le volume reste en mL. Le convertir en litres donne la réponse c), mille fois trop petite. La réponse b) vient du quotient inversé.

COMPRENDRE
Deux chiffres significatifs, comme V_1 et ρ_1. L'épreuve se passait sans calculatrice : les aides au calcul remplacent la machine, mais il faut choisir celle qui correspond à l'expression littérale établie.

2.3 Les ions permanganate ont-ils été introduits en excès ? Choisir la bonne proposition, en s'aidant éventuellement d'un tableau d'évolution.

Données utiles $n_1 = 1{,}9 \times 10^{-2}$ mol (2.2) ; $n_2 = 3{,}0 \times 10^{-2}$ mol

Tableau d'évolution (quantités en mol, avancement x) pour les deux réactifs de l'équation $3\,C_6H_5CH_2OH + 4\,MnO_4^- = \ldots$:

	$C_6H_5CH_2OH$	MnO_4^-
état initial	n_1	n_2
en cours	$n_1 - 3x$	$n_2 - 4x$
état final	$n_1 - 3x_{max}$	$n_2 - 4x_{max}$

Si l'alcool benzylique est limitant : $n_1 - 3x_{max} = 0$, soit $x_{max} = \dfrac{n_1}{3} = \dfrac{1{,}9 \times 10^{-2}}{3} = 6{,}3 \times 10^{-3}$ mol.

Si l'ion permanganate est limitant : $n_2 - 4x_{max} = 0$, soit $x_{max} = \dfrac{n_2}{4} = \dfrac{3{,}0 \times 10^{-2}}{4} = 7{,}5 \times 10^{-3}$ mol.

La plus petite valeur est la bonne : $x_{max} = 6{,}3 \times 10^{-3}$ mol. L'alcool benzylique est le réactif limitant ; il reste des ions permanganate à l'état final.

Les ions permanganate ont été introduits en excès : réponse a).

PIÈGE
Comparer directement n_1 et n_2 ne prouve rien : il faut diviser chaque quantité par son nombre stœchiométrique, 3 pour l'alcool et 4 pour l'ion permanganate, avant de comparer.

COMPRENDRE
L'excès de permanganate garantit que tout l'alcool, réactif dont dépend la quantité de produit, est consommé. Il en reste environ 5×10^{-3} mol, que l'éthanol ajouté en fin de chauffage réduit.

2.4 Choisir la valeur de la masse théorique maximale m_{max} d'acide benzoïque qu'il aurait été possible d'obtenir.

Données utiles $n_1 = 1{,}9 \times 10^{-2}$ mol (2.2) ; $M_3 = 122$ g · mol^{-1} ; alcool benzylique limitant (2.3)

L'oxydation est totale et l'alcool est limitant : d'après les nombres stœchiométriques (3 pour 3), la quantité d'ions benzoate formée est $3x_{max} = n_1$.

Lors de la cristallisation, un ion benzoate donne une molécule d'acide benzoïque : la quantité maximale d'acide est donc $n_3 = n_1$.

$$m_{max} = n_1\, M_3$$

$$m_{max} = 1{,}9 \times 10^{-2} \times 122 = 2{,}3 \text{ g}$$

(aide au calcul : $1{,}9 \times 122 = 2{,}3 \times 10^2$)

$m_{max} = 2{,}3$ g : réponse c).

PIÈGE
La réponse a) vient de $\dfrac{n_1}{M_3}$, la réponse b) de l'emploi de 5,4 à la place de n_1. La masse volumique ρ_3 ne sert pas : elle figure dans le tableau comme donnée inutile.

2.5 Choisir la valeur du rendement r de la synthèse effectuée.

Données utiles coupelle vide : $m = 140{,}4$ g ; coupelle et cristaux secs : $m' = 141{,}8$ g ; $m_{max} = 2{,}3$ g (2.4)

Le rendement est le quotient de la masse d'acide benzoïque réellement obtenue par la masse maximale attendue.

Masse obtenue : $m_3 = m' - m = 141{,}8 - 140{,}4 = 1{,}4$ g.

$$r = \frac{m_3}{m_{max}} = \frac{m' - m}{m_{max}}$$

$$r = \frac{1{,}4}{2{,}3} = 0{,}61$$

(aide au calcul : $\dfrac{1{,}4}{2{,}3} = 0{,}61$)

$r = 61\,\%$: réponse b).

PIÈGE
La masse obtenue est celle des cristaux seuls : il faut retrancher la masse de la coupelle. La peser avant séchage complet fausserait aussi le rendement, l'eau résiduelle étant comptée comme du produit.

COMPRENDRE
Le rendement est inférieur à 100 % : une partie de l'acide benzoïque reste dissoute dans le filtrat et l'eau de rinçage, et de la matière est perdue lors des filtrations et des transferts.