EXERCICE C - FOUR À MICRO-ONDES POUR SYNTHÈSE ORGANIQUE (5 points)

Mots-clés : synthèse organique



Un dispositif de chauffage est nécessaire pour réaliser de nombreuses synthèses organiques. Le montage à reflux est couramment utilisé au laboratoire ou dans l'industrie. Cependant depuis les années 1980, les fours micro-ondes domestiques constituent une alternative.

L'objectif de cet exercice est d'étudier la synthèse d'un principe actif utilisé dans le traitement de l'épilepsie : la phénytoïne.

Les trois étapes de cette synthèse sont représentées ci-dessous :

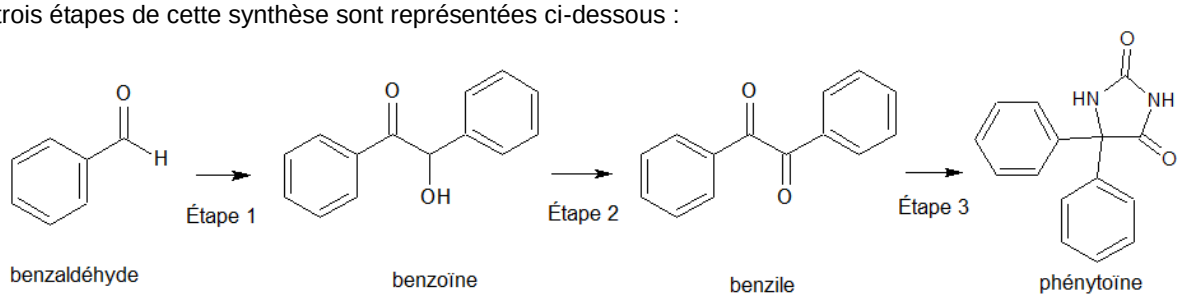


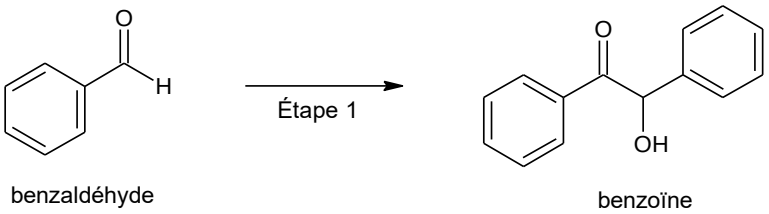
Figure 1. Schéma de synthèse de la phénytoïne

Données :

Espèce chimique	Hydroxyde de potassium	Urée	Benzile	Phénytoïne
Formule brute	KOH	CH_4N_2O	$C_{14}H_{10}O_2$	$C_{15}H_{12}N_2O_2$
Masse molaire en $g \cdot mol^{-1}$	56,1	60,1	210,2	252,3

1. Préparation de la benzoïne (étape 1)

On utilise un four à micro-ondes pour réaliser l'étape 1 de la synthèse qui est catalysée par le chlorure de thiamine.

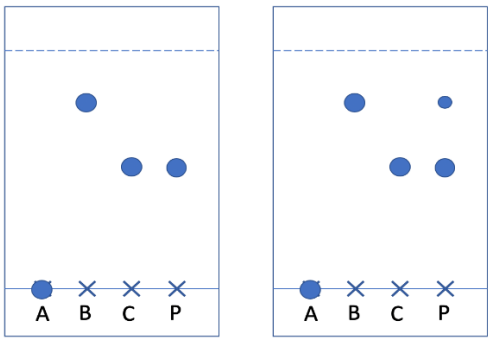


Le protocole expérimental simplifié est le suivant :

- **a-** dans un erlenmeyer de 100 mL, introduire 1,35 g de chlorure de thiamine, environ 4 mL d'eau, 15 mL d'éthanol à 95 %, 7,0 mL d'une solution aqueuse d'hydroxyde de potassium ($K^+(aq)$; $HO^-(aq)$) de concentration $1{,}1\ mol \cdot L^{-1}$ puis agiter à température ambiante ;
- **b-** ajouter 2,0 mL de benzaldéhyde ;
- **c-** recouvrir d'un entonnoir et chauffer à l'aide d'un four à micro-ondes pendant 1 min à la puissance de 600 W, sortir du four et laisser cristalliser à température ambiante puis refroidir dans un bain eau-glace ;
- **d-** filtrer sur Büchner, laver les cristaux avec de l'eau glacée et les rincer avec un mélange refroidi eau-éthanol ; on obtient des cristaux blancs ;
- **e-** purifier le produit à l'aide d'une recristallisation dans l'éthanol.

Le corrigé détaillé est sur galilee.ac
Page 1 / 3
Sujet officiel du baccalauréat · Ministère de l'Éducation nationale
Voir le corrigé
scanner ou cliquer

On réalise deux chromatographies sur couche mince (CCM) des cristaux obtenus : une avant l'étape de recristallisation et une après cette étape. L'éluant utilisé est un mélange d'éther de pétrole et d'acétate d'éthyle. La révélation s'effectue sous une lampe UV, et les dépôts proviennent de solutions diluées d'un facteur 100 dans l'acétate d'éthyle.



Plaque 1 Plaque 2

A : dépôt de chlorure de thiamine
B : dépôt de benzaldéhyde (commercial)
C : dépôt de benzoïne (commercial)
P : produit obtenu

Figure 2. Reproduction des plaques de chromatographie sur couche mince (CCM) avant et après purification

1.1. Recopier la formule topologique de la benzoïne sur la copie. Entourer les groupes caractéristiques et nommer les familles fonctionnelles correspondantes.

1.2. Déterminer la valeur de la masse d'hydroxyde de potassium solide à prélever pour préparer les 100,0 mL de solution aqueuse d'hydroxyde de potassium utilisée dans l'étape **a**.

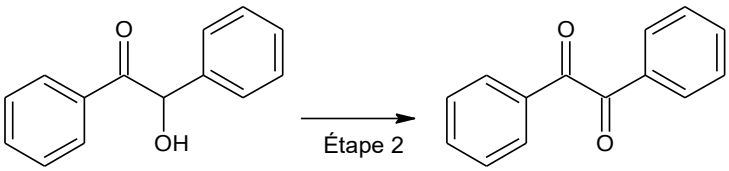
1.3. Donner l'état physique du produit obtenu à la fin de l'étape **c** du protocole expérimental.

1.4. Indiquer la plaque qui correspond à la CCM effectuée avant la purification. Justifier.

1.5. Proposer une autre méthode d'identification du produit obtenu en fin de synthèse.

2. Préparation du benzile (étape 2)

L'étape 2 de la synthèse est une oxydation de la benzoïne qui permet de former du benzile.



benzoïne benzile

2.1. Donner la formule brute de la benzoïne.

2.2. Justifier, à partir de la demi-équation électronique associée au couple oxydant / réducteur benzile / benzoïne, que l'étape 2 correspond bien à une oxydation de la benzoïne.

3. Préparation de la phénytoïne (étape 3)

L'étape 3 de la synthèse se réalise également à l'aide d'un four à micro-ondes, en milieu basique, en utilisant l'éthanol comme solvant. On introduit 1,00 g de benzile et 0,450 g d'urée. Après réaction, on obtient une masse de 1,11 g de phénythoïne.

Le corrigé détaillé est sur galilee.ac
Page 2 / 3
Sujet officiel du baccalauréat · Ministère de l'Éducation nationale
Voir le corrigé
scanner ou cliquer

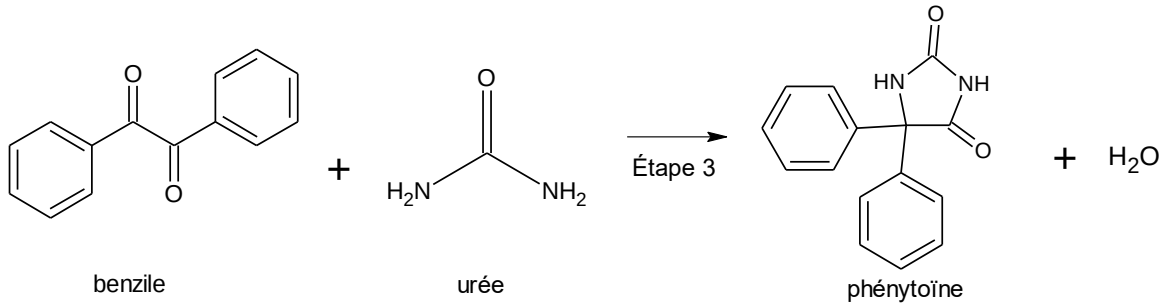


Figure 3. Équation de réaction modélisant l'étape 3 de la synthèse

Calculer le rendement de l'étape 3 de la synthèse de la phénytoïne.

Le corrigé détaillé est sur galilee.ac
Page 3 / 3
Sujet officiel du baccalauréat · Ministère de l'Éducation nationale
Voir le corrigé
scanner ou cliquer