

Exercices 1 Synthèses organiques

Les bases : étapes d'un protocole, montages, sécurité, rendement, CCM, banc Kofler

6 exercices · niveau ●○○ · durée conseillée : 1 h 30 · calculatrice autorisée

★ À RETENIR — Ce qu'il faut savoir faire à la fin de la feuille

- Reconnaître et justifier les étapes d'un protocole (transformation, séparation, purification, analyse); légender un montage; lire les pictogrammes de sécurité; calculer un rendement; exploiter une CCM et une mesure au banc Kofler.

■ RAPPEL — L'essentiel du chapitre

- Transformation** : chauffage à reflux. **Séparation** : filtration (simple ou sous vide), extraction liquide-liquide, décantation, lavage, séchage par un desséchant anhydre. **Purification** : distillation (liquide), recristallisation (solide). **Analyse** : CCM, température de fusion (banc Kofler), spectre IR.
- Liquide** : $m = \rho V$ avec $\rho = d \times \rho_{\text{eau}}$ ($\rho_{\text{eau}} = 1,00 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$) et $n = m/M$. **Rendement** : $\eta = n_{\text{exp}}/n_{\text{max}} = m_{\text{exp}}/m_{\text{max}}$ (n_{max} déduit de l'avancement maximal).
- CCM** : $R_f = h/H$ (h : distance parcourue par l'espèce, H : par l'éluant, depuis la ligne de dépôt); une espèce pure donne une seule tache; deux espèces identiques ont le même R_f .

Exercice 1 Les quatre étapes d'une synthèse

●○○

Opérations extraites de protocoles de synthèse, dans le désordre : **(a)** chauffer le mélange réactionnel à reflux pendant 30 min; **(b)** mesurer la température de fusion du solide obtenu au banc Kofler; **(c)** filtrer sous vide le solide qui a précipité; **(d)** recristalliser le solide dans l'éthanol; **(e)** extraire le produit de la phase aqueuse avec du cyclohexane, puis sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre; **(f)** distiller le liquide obtenu; **(g)** réaliser une CCM du produit et du réactif.

- Classer ces opérations selon l'étape à laquelle elles appartiennent : transformation, séparation, purification ou analyse.
- Quelle différence y a-t-il entre séparation et purification ? Pourquoi l'analyse est-elle indispensable ?
- Dans quel ordre ces quatre étapes se succèdent-elles ? Les opérations (c), (d) et (f) concernent-elles un produit solide ou un produit liquide ? Justifier.

Exercice 2 Pictogrammes de sécurité

●○○

- Associer chaque pictogramme à sa signification : corrosif • danger pour le milieu aquatique • inflammable • toxicité aiguë (mortel ou toxique) • nocif ou irritant • danger grave pour la santé (cancérogène, toxique pour certains organes...).
- L'étiquette du cyclohexane, solvant d'extraction très courant, porte les pictogrammes A, D, E et F. Citer quatre précautions à prendre lors de son utilisation et de son élimination.
- Pourquoi porte-t-on toujours une blouse en coton fermée et des lunettes de protection en salle de chimie ? Dans quel cas travaille-t-on sous la hotte ?



A



B



C



D



E



F

Exercice 3 Un premier rendement : la dibenzalacétone

●○○

La dibenzalacétone $C_{17}H_{14}O$, utilisée dans certaines crèmes solaires, se forme en milieu basique à partir de benzaldéhyde C_7H_6O et d'acétone C_3H_6O selon : $2 C_7H_6O + C_3H_6O \longrightarrow C_{17}H_{14}O + 2 H_2O$. On mélange $V_1 = 5,0 \text{ mL}$ de benzaldéhyde et $V_2 = 1,5 \text{ mL}$ d'acétone ; après purification, on obtient $m = 3,82 \text{ g}$ de dibenzalacétone. Données : benzaldéhyde : $M_1 = 106,1 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, $d_1 = 1,04$ • acétone : $M_2 = 58,1 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, $d_2 = 0,79$ • dibenzalacétone : $M = 234,3 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$.

- 3.1 Calculer les quantités de matière initiales de benzaldéhyde et d'acétone.
- 3.2 Établir le tableau d'avancement, déterminer l'avancement maximal et le réactif limitant.
- 3.3 En déduire la masse maximale de dibenzalacétone $m_{\max}$, puis le rendement de la synthèse.

Exercice 4 Le montage de chauffage à reflux

●○○

- 4.1 Nommer les éléments 1 à 6 du montage de la figure 1.
- 4.2 Pourquoi chauffe-t-on le mélange réactionnel ? Que deviennent les vapeurs qui montent dans l'élément 1 ? En déduire l'intérêt d'un chauffage « à reflux ».
- 4.3 Quel est le rôle des grains de pierre ponce ? et celui du support élévateur ?
- 4.4 Un élève réalise le montage de la façon suivante : il bouche le haut de l'élément 1 pour éviter les odeurs, fait entrer l'eau par le tube du haut et remplit le ballon aux trois quarts. Relever ses trois erreurs et expliquer, pour chacune, le risque ou le défaut qu'elle entraîne.

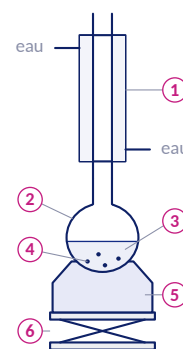


Figure 1 — Chauffage à reflux

Exercice 5 Suivre une oxydation par CCM

●●○

Le camphre (baumes décongestionnants) peut être obtenu par oxydation du bornéol. Pour suivre la transformation, on réalise une CCM (figure 2) : 1 bornéol pur • 2 camphre pur • 3 mélange réactionnel après 10 min • 4 mélange réactionnel après 45 min. La plaque est révélée aux vapeurs de diiode. Mesures (sur la plaque réelle) : $H = 6,0 \text{ cm}$; tache du dépôt 1 : $h_1 = 1,8 \text{ cm}$; tache du dépôt 2 : $h_2 = 3,6 \text{ cm}$.

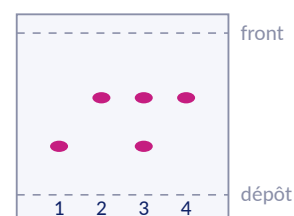


Figure 2 — Plaque révélée

- 5.1 Pourquoi doit-on révéler la plaque ? Pourquoi la ligne de dépôt doit-elle rester au-dessus du niveau de l'éluant dans la cuve ?
- 5.2 Calculer les rapports frontaux du bornéol et du camphre.
- 5.3 Quelles espèces le mélange contient-il après 10 min ? après 45 min ? Conclure sur l'état d'avancement de la transformation.

Exercice 6 Purifier et contrôler l'acétanilide

●●○

L'acétanilide pur (C_8H_9NO), autrefois utilisé contre la fièvre, fond à 114°C . On dépose au banc Kofler le solide brut obtenu par synthèse (figure 3) : la poudre fond à gauche du trait magenta.

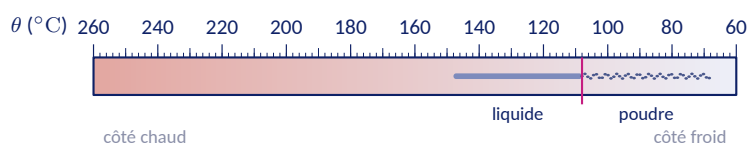


Figure 3 — Le produit brut sur le banc Kofler

- 6.1 Décrire le principe de la mesure au banc Kofler. Pourquoi l'étalonne-t-on avant usage ?
- 6.2 Lire la température de fusion du brut et conclure. Après recristallisation dans l'eau et séchage, le solide fond à 114°C : conclure à nouveau.