Le samedi 10 décembre 2011

Corrigé D.S de Spécialité Physique Chimie

Durée 1h. Total sur 30 points.

1. Donner le nom et l'utilité des trois montages proposés **en annexe**. En déduire celui qui est adapté à la manipulation décrite dans l'étape 1. (3 pts)

Le montage 1 est une distillation fractionnée qui permet de séparer les constituants d'un mélange homogène.
Le montage 2 est un chauffage à reflux qui permet de chauffer le mélange réactionnel donc accélérer la réaction sans perte de matière.
Le montage 3 est une hydrodistillation qui permet d'extraire les composés organiques présents dans des végétaux. Ce montage est adapté à l'étape 1.

2. Indiquer, **sur l'annexe**, le sens de circulation de l'eau dans le montage choisi. (1 pt)

L'eau arrive par la partie inferieure du réfrigérant et ressort par la partie supérieure.

3. Dans le protocole expérimental, quel est le nom donné à l'étape 2 ? Préciser son intérêt. (2 pts)

C'est un relargage. En ajoutant une solution ionique, on rend insoluble les composées organiques dans la phase aqueuse (voir tableau). Ils sont extraits de la phase aqueuse. On sépare bien ainsi l'huile essentielle de la phase aqueuse.

4. Dans l'étape 3, comment appelle-t-on cette opération ?

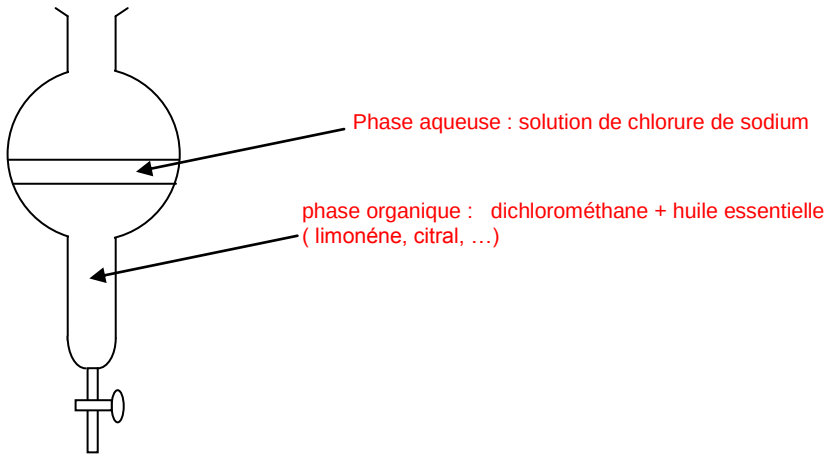
C'est une extraction liquide-liquide (0.5)

Comment appelle-t-on le dichlorométhane ? Justifier le choix de celui-ci. (2 pts)

C'est le solvant extracteur(0.5) . Le limonène et le citral y sont très solubles et il est non miscible avec la phase aqueuse.

5. Représenter l'ampoule à décanter en justifiant les positions respectives des deux phases. Préciser la composition des phases. (2 pts)

La densité du dichlorométhane (d=1,30) est supérieure à celle à celle de l'eau salée (d=1,1), la phase organique est sous la phase aqueuse.



6. Quel est le rôle du sulfate de magnésium anhydre ? (1 pt)

Le sulfate de magnésium anhydre fixe les éventuelles traces d'eau encore présentes dans la phase organique.

7. Quelle gamme de température choisir afin de vaporiser la totalité du dichlorométhane et obtenir l'huile essentielle d'orange pur ? Justifier (2 pts)

Pour obtenir l'huile essentielle, on doit vaporiser le dichlorométhane donc chauffer le mélange à une température égale ou supérieure à sa température d'ébullition mais inferieur à celle du citral ou du

limonène : 177°C >T>40°C

Identification

Afin d'identifier les constituants de l'huile extraite, on réalise une chromatographie sur couche mince (CCM). L'éluant est un mélange de cyclohexane et d'éther. On dépose 3 échantillons : limonène L, huile essentielle H et citral C. Le chromatogramme obtenu est représenté **en annexe.**

8. Que matérialisent les deux traits situés en haut et en bas du chromatogramme et repérés par les lettres A et B ? (1pt)

B est la ligne de dépôt et A est le front de l'éluant.

9. Interpréter ce chromatogramme. (2 pts)

Le chromatogramme montre pour l'huile essentielle H, cinq taches. L'huile essentielle est un mélange de cinq espèces chimiques. Deux taches ont respectivement le même rapport frontal que la tache du limonène et la tache du citral.

L'huile essentielle contient donc du limonène et du citral.

10. Déterminer le rapport frontal du citral. (2 pts)

Par définition : $R_f = \frac{h}{H}$ où h est la distance parcouru par le centre de la tache de citral et H la distance entre la ligne de dépôt et le front de l'éluant.

Pour le citral : $\mathbf{R_f = \frac{2,1}{6,2} = 0,34}$.

Exercice 2 : Synthèse de l'acétanilide (12 pts)

L'acétanilide (θ_{fusion}=115°C) est un amide, jadis utilisé comme antipyrétique.

Pour synthétiser l'acétanilide, on chauffe à reflux V_1 = 15,0 mL d'anhydride éthanoïque $(CH_3CO)_2O$ et V_2 = 10,0 mL d'aniline $C_6H_5NH_2$ avec quelques grains de pierre ponce.

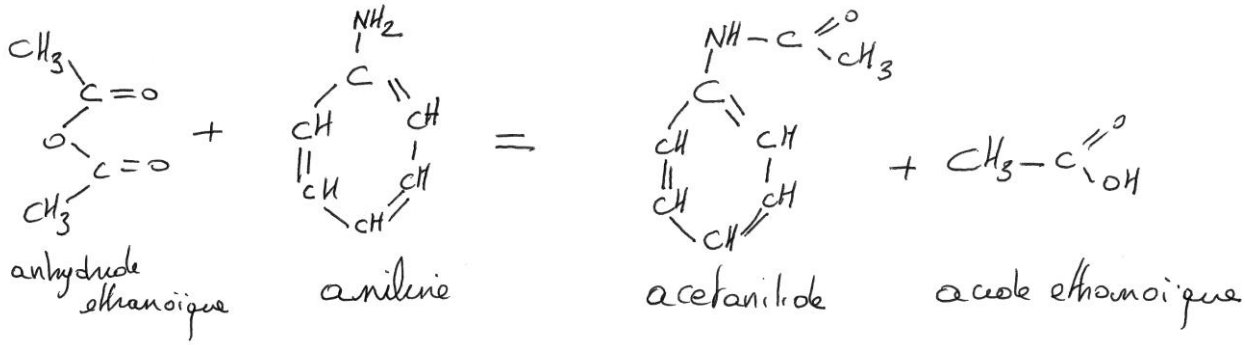
Après 15 mn, on verse le mélange encore chaud dans de l'eau distillée glacée : des cristaux blancs d'acétanilide apparaissent.

Après filtration, rinçage et séchage à l'étuve, on obtient une masse de cristaux m_f = 12,7g et une température de fusion θ_{fusion}= 111°C.

1. En utilisant les données, justifier l'apparition des cristaux blancs après refroidissement. (1 pt)

   L'acétanilide étant très peu soluble dans l'eau froide, il cristallise.

2. Écrire l'équation de la réaction de synthèse de l'acétanilide en utilisant des formules semi-développées. (2 pts)



3. Déterminer les quantités de matière de chacun des réactifs. En déduire le réactif limitant. (3 pts)

$$n(C_4H_6O_3) = \frac{m_{C_4H_6O_3}}{M_{C_4H_6O_3}} = \frac{\rho_{C_4H_6O_3} \times V_1}{M_{C_4H_6O_3}} \qquad n(C_4H_6O_3) = \frac{1,08 \times 15,0}{102,0} = 1,59.10^{-1} mol$$

$n(C_6H_5NH_2) = \frac{m_{C_6H_5NH_2}}{M_{C_6H_5NH_2}} = \frac{\rho_{C_6H_5NH_2} \times V_2}{M_{C_6H_5NH_2}}$ $n(C_6H_5NH_2) = \frac{1,02 \times 10,0}{93} = 1,10.10^{-1} mol$

D'après l'équation de la réaction, pour être dans les proportions stœchiométriques, les réactifs doivent être en même quantité de matière : L'aniline est le réactif en défaut.

4. Définir et calculer le rendement de cette synthèse. (3 pts)

Le rendement d'une synthèse est le rapport de la masse d'acétanilide obtenue expérimentalement sur la masse que l'on aurait obtenu si réaction était totale.

D'après l'équation de la réaction et sachant que l'aniline est en défaut :

$n(C_8H_9ON) = n(C_6H_5NH_2) \times M(C_8H_9ON)$

donc $\eta = \frac{m_f}{n(C_6H_5NH_2) \times M(C_8H_9ON)}$

$\eta = \frac{12,7}{1,10.10^{-1} \times 135,0}$

$\eta = 85,5\ \%$

5. Comment peut-on interpréter la température de fusion trouvée ? (1 pt)

La température de fusion du produit obtenu est différente de celle de l'acétanilide pur : le produit obtenu n'est pas pur.

6. Que faudrait-il faire pour corriger cela ? Justifier la technique à employer. (2 pts)

Pour éliminer les impuretés présentes, il faut réaliser une recristallisation.

On place l'acétanilide dans de l'eau chaude et on porte le mélange à ébullition jusqu'à dissolution complète.

On refroidit dans un bain de glace, l'acétanilide recristallise mais les impuretés restent en solution car elles sont solubles à chaud et à froid.

On filtre et on obtient de l'acétanilide pur.