



<p style="writing-mode: vertical-rl; transform: rotate(180deg);"><b>Découvrir</b></p>	<p>Les Ressources :  <b>Q1</b> : La synthèse</p>  		
<p style="writing-mode: vertical-rl; transform: rotate(180deg);"><b>S'entraîner</b></p>	<p><b>Pour s'échauffer :</b></p> <p>Ex. 1                  Ex. 2                  Ex. 3                  Ex. 4                  Ex. 5</p> <p>Quizlet                   Liens utiles </p>	<p><b>Pour commencer :</b></p> <p>Ex. 6                  Ex. 7                  Ex. 8</p> <p><b>Pour s'entraîner :</b></p> <p>Ex. 9</p>	<p><b>Pour aller plus loin :</b></p> <p>Ex. 10</p> <p><b>Exercice type Bac :</b></p> <p>Ex. 11</p> <p><b>TP :</b></p> <p>TP 19 : Synthèse du paracétamol</p> 
<p style="writing-mode: vertical-rl; transform: rotate(180deg);"><b>Auto-évaluer</b></p>	<p><b>Avant l'évaluation, suis-je capable de :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Identifier, dans un protocole, les étapes de transformation des réactifs, d'isolement, de purification et d'analyse (identification, pureté) du produit synthétisé.</li> <li>○ Justifier, à partir des propriétés physico-chimiques des réactifs et produits, le choix de méthodes d'isolement, de purification ou d'analyse.</li> <li>○ Déterminer, à partir d'un protocole et de données expérimentales, le rendement d'une synthèse.</li> <li>○ Schématiser des dispositifs expérimentaux des étapes d'une synthèse et les légender.</li> <li>○ <i>Mettre en œuvre un montage à reflux pour synthétiser une espèce chimique organique.</i></li> <li>○ <i>Isoler, purifier et analyser un produit formé.</i></li> </ul> 		

## Les bons réflexes :

Si l'énoncé demande de...

Il est nécessaire de...

Élaborer un protocole permettant d'isoler une espèce après une transformation chimique.

### Réflexe 1

→ Ex. 12, p. 149

- **Identifier** l'état physique de l'espèce à isoler.
- **Choisir** la méthode d'isolement du produit :
  - pour un solide, réaliser une filtration sous vide, un lavage avec un solvant glacé et un séchage à l'étuve ;
  - pour un liquide, réaliser une extraction liquide-liquide (en justifiant le choix du solvant d'extraction) puis un séchage et éventuellement une évaporation du solvant.

Identifier un produit synthétisé et contrôler sa pureté à l'aide d'un chromatogramme.

### Réflexe 2

→ Ex. 16, p. 150

- **Déterminer** si le chromatogramme met en évidence la présence d'impuretés en observant le nombre de taches.
- **Déterminer** si l'espèce chimique synthétisée est bien l'espèce chimique attendue par comparaison avec une espèce chimique de référence.

Calculer le rendement d'une synthèse.

### Réflexe 3

→ Ex. 18, p. 150

- **Calculer** si nécessaire les quantités initiales de chaque réactif.
- **En déduire** le réactif limitant.
- **Calculer** la quantité maximale  $n_{\max}$  de produit attendu.
- **Calculer** ou repérer dans l'énoncé la quantité  $n_p$  de produit effectivement obtenu, puis en déduire le rendement  $\eta$  de la synthèse :  $\eta = \frac{n_p}{n_{\max}}$ .

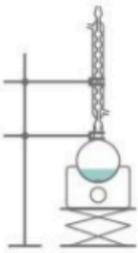
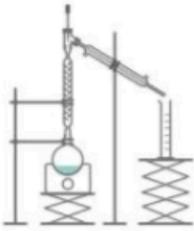
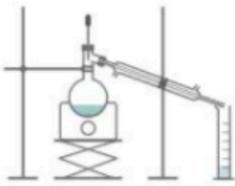
« D'après Hachette 2019 »

## Pour s'échauffer

### Exercice 1 :

1 Les étapes d'une synthèse en chimie organique	A	B	C
1. Lors d'une synthèse en chimie organique, l'extraction liquide/liquide est une étape qui sert à :	la transformation des réactifs.	l'isolement du produit.	la purification du produit.
2. Pour purifier un liquide, on peut utiliser :	une distillation fractionnée.	une filtration sous vide.	une recristallisation.
3. Une filtration sous vide permet de :	purifier un liquide.	isoler un solide.	analyser le produit obtenu.

2 Analyse du produit obtenu	A	B	C
1. La chromatographie sur couche mince permet de déterminer :	la pureté et la quantité de produit formé.	la nature et la pureté du produit formé.	la nature et la quantité de produit formé.
2. Pour calculer le rendement d'une synthèse, on peut calculer le rapport entre la quantité de matière de produit obtenu et :	la masse de réactif utilisé.	la masse maximale de produit que l'on aurait pu obtenir.	la quantité de matière maximale de produit que l'on aurait pu obtenir.
3. Le rendement maximal d'une synthèse est de :	90 %.	100 %.	200 %.

3 Élaboration d'un protocole	A	B	C
1. Lors du lavage d'un solide suite à une filtration, le solvant choisi doit être tel que :	le produit et les impuretés y sont très solubles.	seules les impuretés y sont très solubles.	seul le produit y est très soluble.
2. Choisir le schéma qui correspond à un dispositif de distillation fractionnée.			

### Exercice 2 : Distillation fractionnée

1. Donner le rôle d'une distillation fractionnée lors d'une synthèse.
2. Quel doit être l'état physique de l'espèce chimique formée pour qu'une telle opération soit envisageable ?

### Exercice 3 : Mesure d'une température de changement d'état

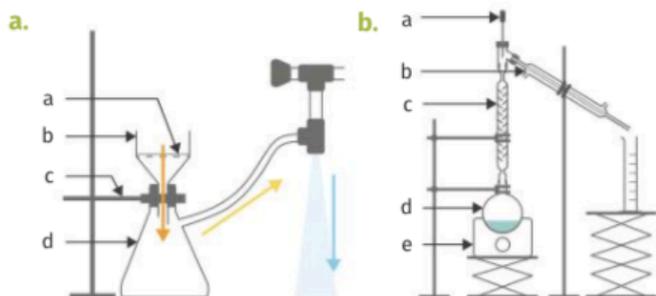
1. Donner le rôle d'une mesure de la température de changement d'état du produit à la fin d'une synthèse.
2. Avec quel appareil peut-on mesurer une température de fusion ?

### Exercice 4 : Chromatographie sur couche mince

- Combien de taches doit présenter un chromatogramme à la fin d'une synthèse si le produit obtenu est pur ?

### Exercice 5 : légénder des schémas

- Légénder les schémas suivants et indiquer le nom du dispositif correspondant.



### Pour commencer

#### Exercice 6 : Synthèse du cyclohexanol

Voici des extraits du protocole expérimental de la synthèse du cyclohexanol par réduction de la cyclohexanone :

- dans un ballon, placer la cyclohexanone, l'éthanol et le réducteur puis laisser réagir durant 20 minutes ;
- verser ensuite le mélange obtenu dans une ampoule à décanter et extraire la phase aqueuse à l'aide d'éther ;
- réaliser une distillation fractionnée de la phase organique après l'avoir lavée et séchée.

1. Identifier les étapes de transformation des réactifs, d'isolement, de purification ou d'analyse du produit.
2. Dans quel état physique se trouve, a priori, le cyclohexanol à la fin de la synthèse ?

#### Exercice 7 : Rendement d'un produit solide

On fait réagir  $5,0 \times 10^{-2}$  mol de géraniol  $C_{10}H_{18}O$  et  $6,0 \times 10^{-2}$  mol d'acide éthanoïque  $C_2H_4O_2$ . Après traitement, on isole 6,9 g d'éthanoate de géranyle  $C_{12}H_{20}O_2$ .

1. Déterminer la quantité de matière maximale de produit qui aurait pu être synthétisée.
2. En déduire le rendement de la réaction.

#### Données

- Équation de la réaction :



- Masse molaire de l'éthanoate de géranyle :

$$M = 196,3 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}.$$

## Exercice 8 : Synthèse de l'aspirine

On réalise la synthèse de l'aspirine  $C_9H_8O_4$  à partir d'acide salicylique  $C_7H_6O_3$  et d'anhydride éthanóïque  $C_4H_6O_3$  selon la réaction suivante :



À partir de 10,0 g d'acide salicylique et de 14,0 mL d'anhydride éthanóïque, on obtient, après traitements et purification, 6,2 g d'aspirine.



1. Quel est le réactif en excès ?
2. Déterminer la valeur du rendement de la synthèse.

3. Commenter l'efficacité de cette synthèse.

### Données

Espèce chimique	Masse molaire	Masse volumique
Acide salicylique	138 g·mol <sup>-1</sup>	-
Anhydride éthanóïque	102 g·mol <sup>-1</sup>	1,082 g·mL <sup>-1</sup>
Aspirine	180 g·mol <sup>-1</sup>	-

## Pour s'entraîner

### Exercice 9 : Synthèse d'un halogénoalcane

On souhaite réaliser la synthèse du 2-chloro-2-méthylbutane à partir de 25 mL 2-méthylbutan-2-ol et d'acide chlorhydrique ( $H_3O^+(aq)$  ;  $Cl^-(aq)$ ). On obtient en fin de synthèse un volume  $V = 24,1$  mL de produit pur.

1. Sachant que cette réaction permet de remplacer un groupement hydroxyle par un atome de chlore, écrire l'équation bilan permettant de modéliser cette transformation.
2. Proposer une méthode permettant de vérifier la pureté du produit obtenu.
3. Calculer la quantité de matière de produit pur obtenu.
4. Sachant que l'acide chlorhydrique est introduit en excès, déterminer le rendement de cette synthèse.

### Données

Espèce chimique	2-méthylbutan-2-ol	2-chloro-2-méthylbutane
Densité	0,805	0,865
Solubilité	Soluble dans l'eau	Peu soluble dans l'eau
Masse molaire	88,1 g·mol <sup>-1</sup>	106,6 g·mol <sup>-1</sup>
Température d'ébullition	102 °C	85,6 °C

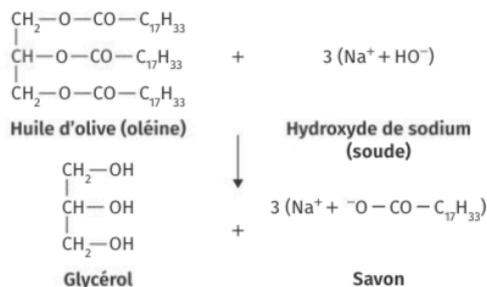
## Pour aller plus loin

### Exercice 10 : Synthèse du savon



Savons d'Alep.

Les savons sont synthétisés à chaud à partir d'une solution concentrée d'hydroxyde de sodium (soude) ou d'hydroxyde de potassium (potasse) et de graisses végétales. Cette réaction, appelée saponification, correspond à l'hydrolyse d'un ester (la graisse végétale) pour former le savon, qui est sous forme d'ion carboxylate en milieu basique. La soude ou la potasse sont utilisées en excès. Voici le bilan de cette réaction de saponification sur l'oléine présente dans les huiles végétales.



1. Proposer un solvant permettant de réaliser la transformation des réactifs. Faire le schéma du montage utilisé et le légénder.

Après réaction, le savon est sous forme d'ion carboxylate. On ajoute alors un acide dans le milieu pour former l'acide carboxylique qui précipite.

2. Proposer un protocole expérimental permettant d'isoler l'acide carboxylique obtenu. Peut-on le rincer avec de l'eau ? Justifier.

3. Le savon ainsi synthétisé est-il utilisable en l'état ? Sinon, expliquer ce qu'il faudrait faire avant de pouvoir l'utiliser.

#### Données

Espèce chimique	Dans l'eau	Dans l'huile	Dans l'éthanol
Hydroxyde de sodium ou de potassium	Très soluble	Insoluble	Soluble
Oléine	Insoluble	Soluble	Soluble
Ion carboxylate	Soluble	Insoluble	Soluble
Acide carboxylique	Insoluble	Soluble	Insoluble

## Un exercice type bac

### Exercice 11 : Synthèse de l'allantoïne

L'allantoïne est un composé chimique azoté, de formule brute  $\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_4\text{O}_3$ , découvert par Louis-Nicolas Vauquelin. On le trouve en particulier dans l'urine de veau ou la bave d'escargot, cependant aujourd'hui, il est synthétisé à grande échelle à partir de l'acide glyoxylique  $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_3$  et de l'urée  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$  pour l'utiliser dans l'industrie cosmétique, car ce composé possède des propriétés adoucissantes et apaisantes. On le trouve principalement dans les produits de soins de la peau et les produits de maquillage, mais aussi dans les dentifrices, shampoings, crèmes à raser, rouges à lèvres, etc.

D'après <https://fr.wikipedia.org/wiki/Allantoïne>

L'objectif de l'exercice est d'étudier l'acide glyoxylique et l'urée, puis un protocole de synthèse de l'allantoïne au laboratoire.

Données physiques de quelques espèces chimiques :

Espèce chimique	Masse molaire (g/mol)	Température de fusion (°C)	Solubilité dans l'eau
Urée	60,0	134	Très soluble : 1360 g/L à 20°C
Acide glyoxylique	74,0	98	Très soluble
Allantoïne	158,1	238	Peu soluble, 150 g/L si eau bouillante 5 g/L si eau très froide
Acide sulfurique	98,1	734	Très soluble

Données de spectroscopie infrarouge :

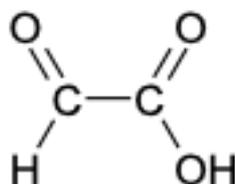
Liaison	Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Intensité
Liaison C – NH <sub>2</sub>	3100 - 3500	Bande double forte
Liaison C - NH	3100 - 3500	Bande simple forte
Liaison O – H acide carboxylique	2500-3200	Bande forte à moyenne, large
Liaison C – H	2800-3000	Bande forte
Liaison C = O avec N voisin	1660 - 1685	Bande forte et fine
Liaison C = O aldéhyde et cétone	1650-1730	Bande forte et fine
Liaison C = O acide carboxylique	1680-1710	Bande forte et fine
Liaison C = C	1640-1680	Bande moyenne

Masse volumique de la solution d'acide glyoxylique à 50 % en masse :  $\rho = 1,3 \text{ g.mL}^{-1}$

Valeurs d'électronégativité de quelques atomes :  $\chi(\text{H}) = 2,20$  ;  $\chi(\text{C}) = 2,55$  ;  $\chi(\text{N}) = 3,04$  ;  $\chi(\text{O}) = 3,44$

Numéros atomiques de quelques éléments :  $Z(\text{H}) = 1$  ;  $Z(\text{C}) = 6$  ;  $Z(\text{N}) = 7$  ;  $Z(\text{O}) = 8$

À propos de l'acide glyoxylique. L'acide glyoxylique est un solide, très utilisé dans l'industrie, de formule semi-développée :



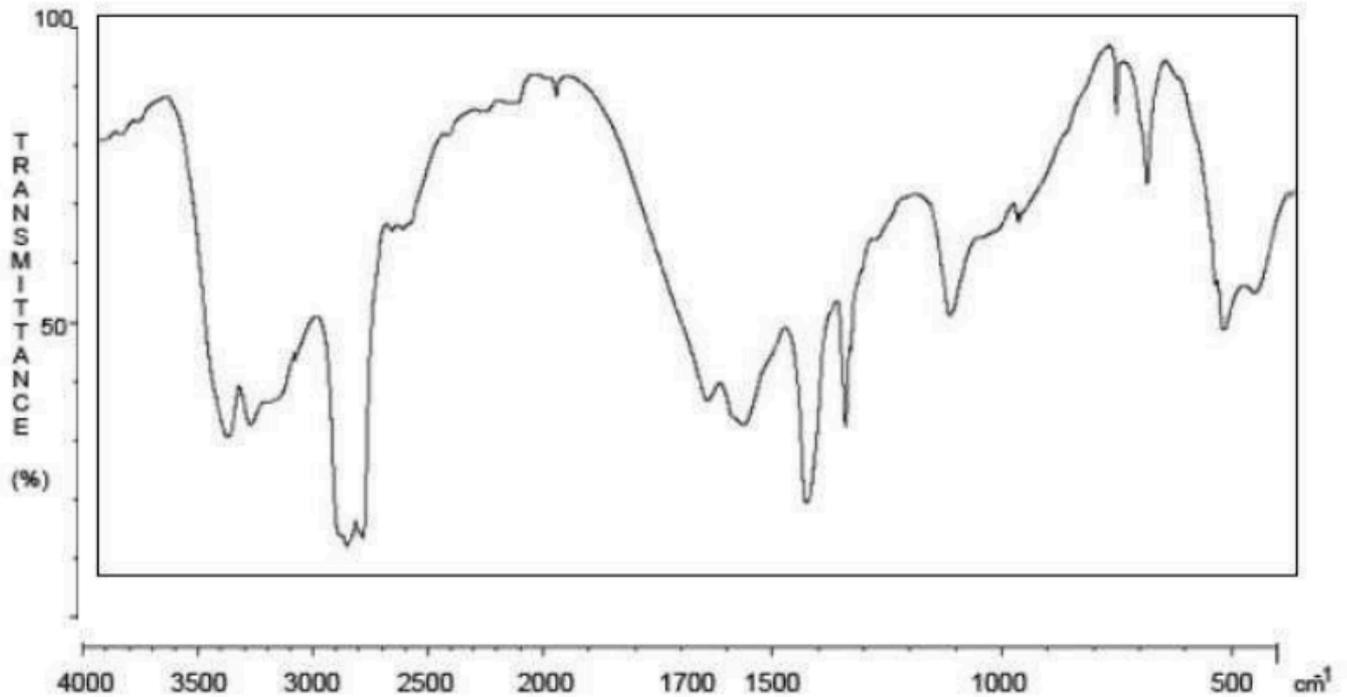
- 1- Recopier sur la copie la formule semi-développée de la molécule d'acide glyoxylique et identifier les groupes caractéristiques qui la composent.
- 2- Représenter le schéma de Lewis de la molécule.
- 3- Donner, en justifiant, la géométrie de cette molécule autour de l'un ou l'autre des atomes de carbone.

A propos de l'ammoniac et urée. L'urée est un composé organique de formule chimique semi-développée :  $\text{H}_2\text{N} - \text{CO} - \text{NH}_2$ . L'urée naturelle fut découverte en 1773 par le pharmacien Hilaire Rouelle. Formée dans le foie, à partir de l'ammoniac,  $\text{NH}_3$ , provenant de la dégradation d'acides aminés, l'urée naturelle est éliminée au niveau des reins par l'urine. En 1828, le chimiste allemand Friedrich Wöhler réussit à synthétiser en laboratoire l'urée, molécule dite « organique » à l'époque, à partir d'ammoniac. On considérait avant cette synthèse que les molécules « organiques » ne pouvaient provenir que de constituants ou de dérivés d'organismes vivants habités par la « force vitale » (vis vitalis). Cette date, gravée dans l'histoire, est retenue comme étant celle fondatrice de la chimie organique.

D'après <http://www.societechimiquedefrance.fr/uree.html>

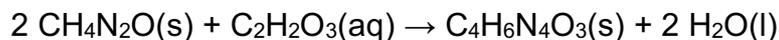
- 4- Donner la configuration électronique de l'azote N et de l'hydrogène H. En déduire la géométrie de la molécule d'ammoniac.
- 5- Justifier le caractère polaire de la molécule d'ammoniac.

On s'intéresse au spectre Infrarouge de l'urée.



- 6- Nommer la grandeur qui figure en abscisse du spectre Infrarouge.
- 7- Que confirme la bande la plus à gauche du spectre ?
- 8- Repérer la bande du spectre qui confirme la présence d'une liaison C = O. Peut-elle être attribuée sans ambiguïté à la liaison C=O de l'urée ? Justifier.

Synthèse de l'allantoïne. Une voie de synthèse de l'allantoïne s'effectue à partir d'urée et d'acide glyoxylique et peut être modélisée par une réaction chimique d'équation suivante :



- a) Placer un barreau aimanté dans un erlenmeyer de 100 mL puis, à l'aide d'un entonnoir à solide, verser 13,6 g d'urée et 10,0 mL de solution aqueuse d'acide glyoxylique à 50% en masse. Agiter jusqu'à l'obtention d'une solution limpide. Introduire lentement 1,5 mL d'acide sulfurique concentré, sous agitation magnétique. L'acide sulfurique a pour rôle d'accélérer la réaction. Adapter un réfrigérant ascendant.
- b) Placer l'erlenmeyer dans un bain-marie. Maintenir l'agitation, le chauffage et l'ébullition de l'eau du bain-marie pendant 45 minutes. Le milieu réactionnel se trouble au bout de 15 à 20 minutes avec l'apparition d'un précipité blanchâtre.
- c) Plonger ensuite le bécher dans de la glace pendant quelques minutes. Récupérer le solide à l'aide d'un dispositif de filtration sous vide de type Büchner.
- d) Laver avec suffisamment d'eau glacée. Sécher à l'étuve le temps nécessaire.
- e) Peser le solide obtenu.

9- Associer aux différentes étapes (a, b, c, d, e) mises en oeuvre les différentes étapes d'un protocole de synthèse : transformation ; séparation, purification, analyse.

10-Expliquer l'apparition progressive du précipité blanchâtre.

11-Justifier l'utilisation de la glace dans l'étape c.

12-Justifier l'intérêt de laver à l'étape d du protocole, le solide obtenu avec suffisamment d'eau glacée. 3.5.

13-Déterminer le rendement de la synthèse ainsi effectuée, sachant que la masse d'allantoïne sèche obtenue vaut  $m = 8,60 \text{ g}$ .

