

# Synthèse d'un amide par la méthode de Ritter - CORRIGE

1- Par définition :

$$n_2 = \frac{\rho_2 \times V_2}{M_2}$$

$$\underline{AN} \rightarrow n_2 = \frac{1,00 \times 5,0}{103}$$

soit  $n_2 = 4,9.10^{-2}$  mol de benzonitrile

$$n_3 = \frac{\rho_3 \times V_3}{M_3}$$

$$\underline{AN} \rightarrow n_3 = \frac{0,85 \times 12}{74}$$

soit  $n_3 = 1,4.10^{-1}$  mol de 2-méthylpropan-2-ol

Or, d'après l'équation de la réaction proposée en début d'énoncé, les coefficients stœchiométriques associés au benzonitrile et au 2-méthylpropan-2-ol sont égaux. Comme  $n_2 < n_3$ , **le réactif limitant est le benzonitrile.**

2- Non, le solvant permet simplement aux deux réactifs d'être présents dans une même phase afin de pouvoir réagir ensemble de façon optimale. **Il n'a donc pas besoin d'être introduit avec précision.**

3- L'acide sulfurique joue le rôle de **catalyseur** : il permettra de rendre la réaction plus rapide. Là encore, **cette espèce n'a pas besoin d'être introduite avec précision**, d'autant plus qu'un catalyseur est souvent régénéré au cours de la réaction, lui permettant d'être réutilisé plusieurs fois lors de la synthèse.

4- La température ambiante (environ 20 °C) est inférieure à la température de fusion du 2-méthylpropan-2-ol qui est de 26 °C à la pression atmosphérique. Dans ces conditions, cet alcool serait solide et formerait donc un bloc compact, tel de la glace : cela ne serait donc pas pratique pour le prélever vu qu'il est situé dans une bouteille !

En plaçant la bouteille de 2-méthylpropan-2-ol dans un bain d'eau tiède, on le fait fondre, **ce qui permettra de la prélever à l'état liquide.**

5- (a) ampoule de coulée isobare (b)  $V_4 = 10$  mL d'acide sulfurique  
(c) erlenmeyer (d)  $V_1 = 30$  mL d'acide éthanoïque +  $V_2 = 5,0$  mL de benzonitrile  
(e) bain eau/glace +  $V_3 = 12$  mL de 2-méthylpropan-2-ol  
(f) cristalliseur (g) barreau aimanté / turbulent (h) agitateur magnétique

6- Le bain eau / glace permet de **refroidir le mélange réactionnel pour éviter que la réaction aille trop vite et s'emballe**. C'est donc une question de sécurité.

7- La température ambiante (environ 20 °C) est inférieure à la température de fusion produit synthétisé qui est de 137 °C à la pression atmosphérique. Dans ces conditions, **le produit sera donc obtenu sous forme solide.**

8- Si le produit P apparaît sous forme solide au contact de l'eau froide, cela suggère que **le produit obtenu est très peu soluble dans l'eau froide.**

9- Toutes les espèces solubles dans l'eau comme **l'acide éthanoïque** (le solvant), **le 2-méthylpropan-2-ol** (initialement introduit en excès) et **l'acide sulfurique** (le catalyseur) sont éliminées lors de ce rinçage.

10- Même si le produit synthétisé est peu soluble dans l'eau froide, il y est quand même forcément un peu soluble. **Multiplier les rinçages ou utiliser un volume d'eau trop important dissout nécessairement une petite quantité de ce produit qui est donc perdu.** Pour éviter cela, on n'utilise pas trop d'eau pour réaliser ces rinçages.

11- (a) Entrée d'eau froide (b) Sortie d'eau tiède (c) Réfrigérant à boules  
(d) Ballon (e) Chauffe-ballon (f) Produit à purifier + Ethanol  
(g) Pierre-ponce (h) Support élévateur

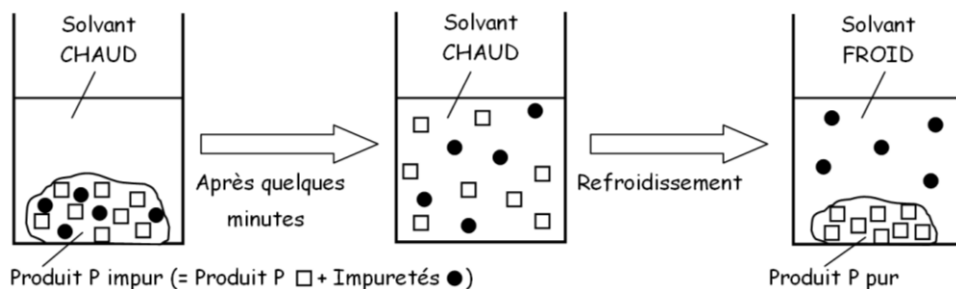
12- Le montage mis en place pour réaliser la purification par recristallisation est appelé CHAUFFAGE A REFLUX.

# Le chauffe-ballon permet de **chauffer le mélange**, ce qui **accélère la dissolution**.

# Le réfrigérant à boules permet de **condenser les vapeurs** afin de **ne pas perdre de matière** lors du chauffage.

# La pierre ponce permet de **réguler l'ébullition** : elle fragmente les grosses bulles de vapeur en micro-bulles, ce qui évite les projections et permet de travailler dans de meilleures conditions de sécurité.

13- **Principe de la PURIFICATION par RECRISTALLISATION :**



Dans un premier temps, le produit P impur est placé dans un solvant qu'on chauffe ; dans notre cas, le solvant choisi est **L'ETHANOL**. Dans ce **solvant chaud**, à la fois le **produit P** et les **impuretés** se **SOLUBILISENT** car leur solubilité dans le solvant chaud est **GRANDE**.

Lors du refroidissement, seul **LE PRODUIT P** cristallise (précipite) car sa solubilité dans le **solvant froid** est **FAIBLE** ; en revanche, **LES IMPURETES** restent dissoutes en solution car leur solubilité dans le solvant froid est **GRANDE**. Le solide obtenu contient donc uniquement **LE PRODUIT P**.

14- D'après la question 1-, **le réactif limitant est le benzonitrile**.

En supposant la réaction totale, on ne pourra donc obtenir au maximum qu'une quantité de matière  $n_{\max}(P)$  de produit P telle que  **$n_{\max}(P) = n_2 = 4,9 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$** .

Or, la masse expérimentale  $m_{\text{exp}}(P)$  de produit P obtenue expérimentalement vaut  **$m_{\text{exp}}(P) = m_B - m_A$** .

Cette masse correspond à une quantité de matière expérimentale  $n_{\text{exp}}(P)$  de produit P valant  **$n_{\text{exp}}(P) = \frac{m_{\text{exp}}(P)}{M_P}$** .

Enfin, le rendement étant défini par la formule :  **$\eta = \frac{n_{\text{exp}}(P)}{n_{\max}(P)}$** , on en déduit que :  **$\eta = \frac{m_B - m_A}{n_2 \times M_P}$** .

$$\underline{AN} \rightarrow \eta = \frac{18,46 - 13,98}{0,049 \times 177} \quad \text{soit } \underline{\eta = 0,52 = 52 \%}$$

15- Pour sécher un produit solide, **on peut le placer à l'étuve**, dispositif dans lequel le produit est chauffé à une température inférieure à 100 °C et à la température de fusion du produit, afin de faire évaporer l'eau.

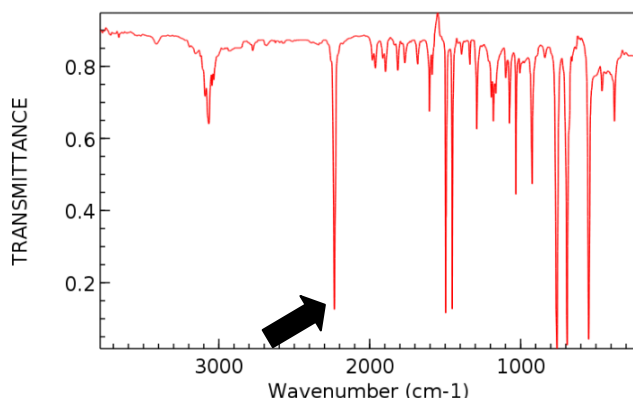
16- Un solide est facilement identifiable par la **mesure de sa température de fusion sur un banc Köfler** :

# Si on obtient une température de fusion strictement égale à la température de fusion mentionnée dans les tables pour le produit, on peut conclure qu'il est pur ;

# Si on obtient une température de fusion inférieure à la température de fusion mentionnée dans les tables pour le produit, c'est que ce produit est a priori impur ;

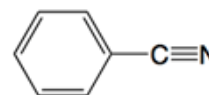
# Si on obtient une température de fusion supérieure à la température de fusion mentionnée dans les tables pour le produit, on peut conclure qu'il est encore humide, mais on ne peut pas conclure sur sa pureté.

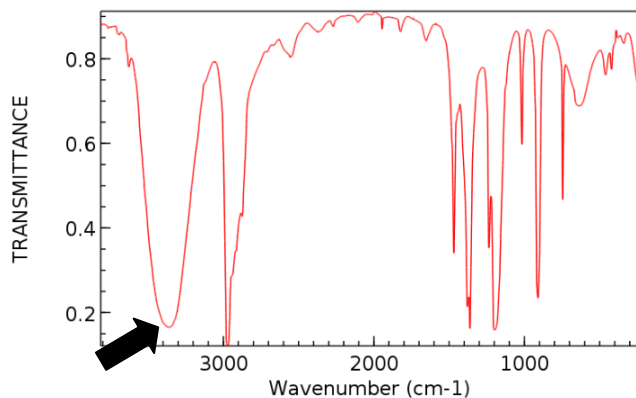
17-



Présence d'une bande fine et intense pour  **$\sigma = 2200 \text{ cm}^{-1}$**  caractéristique de la liaison  **$\text{C}\equiv\text{N}$**  de la famille des nitriles.

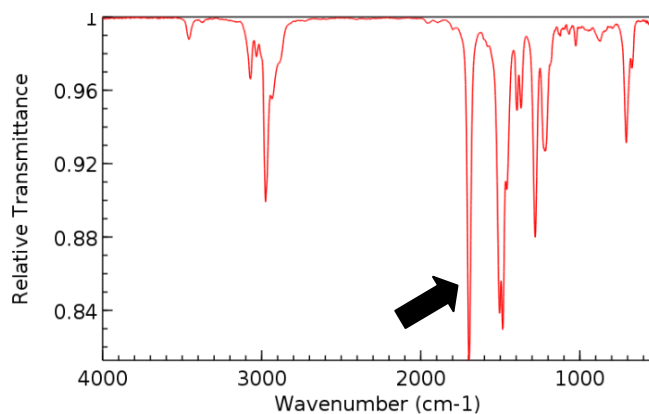
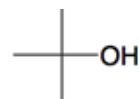
**Spectre du BENZONITRILE**





Présence d'une bande large et intense centrée à  $\sigma = 3350 \text{ cm}^{-1}$  caractéristique de la liaison O-H de la famille des alcools.

**Spectre du 2-METHYLPROPAN-2-OL**



Présence d'une bande large et intense centrée à  $\sigma = 1700 \text{ cm}^{-1}$  caractéristique de la liaison C=O de la famille des amides.

**Spectre du PRODUIT P**

