

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

1- Par définition :

$$n_2 = \frac{\rho_2 \times V_2}{M_2} \quad \text{AN} \rightarrow n_2 = \frac{1,00 \times 5,0}{103} \quad \text{soit } n_2 = 4,9 \cdot 10^{-2} \text{ mol de benzonitrile}$$

$$n_3 = \frac{\rho_3 \times V_3}{M_3} \quad \text{AN} \rightarrow n_3 = \frac{0,85 \times 12}{74} \quad \text{soit } n_3 = 1,4 \cdot 10^{-1} \text{ mol de 2-méthylpropan-2-ol}$$

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) $V_4 = 10 \text{ mL}$ d'acide sulfurique  |
|    | (c) erlenmeyer                | (d) $V_1 = 30 \text{ mL}$ d'acide éthanoïque + $V_2 = 5,0 \text{ mL}$ de benzonitrile |
|    | (e) bain eau/glace            | + $V_3 = 12 \text{ mL}$ de 2-méthylpropan-2-ol  |
|    | (f) cristallisoir             | (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  |                                  |

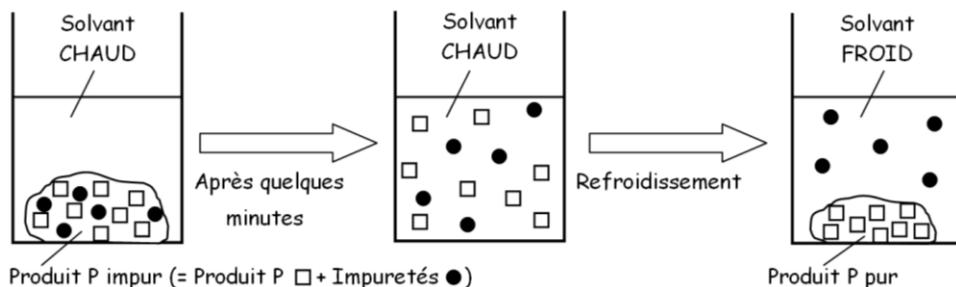
12- Le montage mis en place pour réaliser la purification par recristallisation est appelé CHAUFFAGE A REFLUX.

# 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 RECRYSTALLISATION :**



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 IMPURETÉS** 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  $m_{\exp}(P)$  de produit P obtenue expérimentalement vaut  $m_{\exp}(P) = m_B - m_A$ .

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

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

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

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.

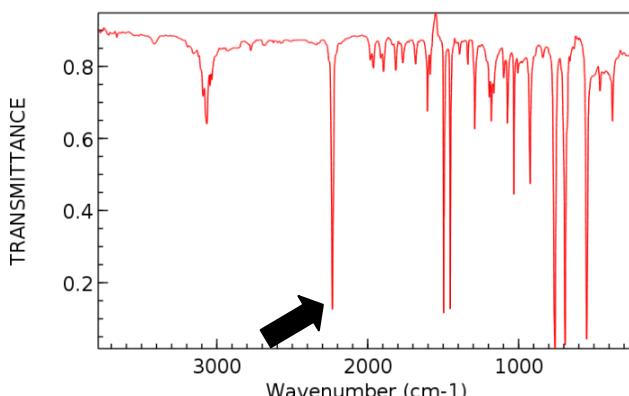
16- Un solide est facilement identifiable par la **mesure de sa température de fusion sur un banc Köfler** :

# 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 ;

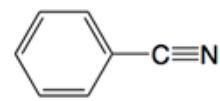
# Si on obtient une température de fusion supérieure à la température de fusion mentionnée dans les tables pour le produit, on peut conclure qu'il est encore humide, mais on ne peut pas conclure sur sa pureté.

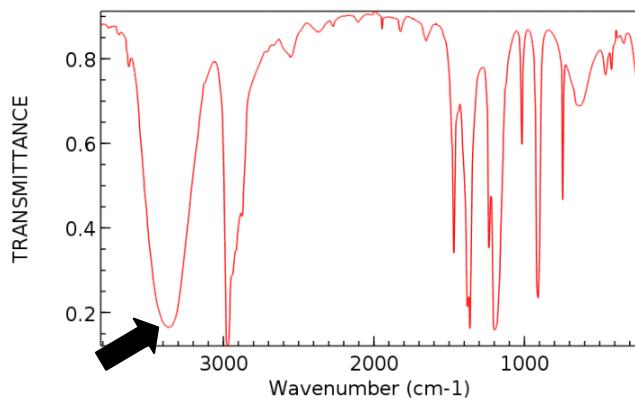
17-



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.

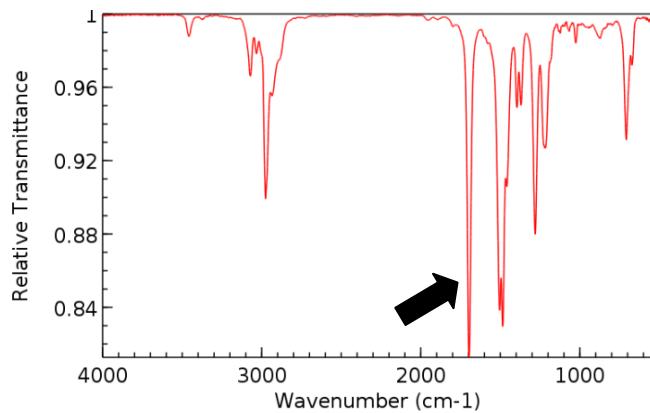
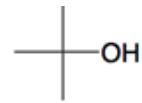
**Spectre du BENZONITRILE**





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

