

Contrôle Terminal de : Compléments de Chimie UE7 - Durée : 1 h 30

Matériel pour écrire et calculatrices autorisés. Téléphones portables éteints et rangés dans les sacs.

Les 3 parties du sujet sont indépendantes

 Partie A : Handbook Of Chemistry and Physics (3,5 pts \pm 0,5 pt)

La table ci-dessous est extraite du « Handbook of Chemistry and Physics » et présente les propriétés des solutions aqueuses de potasse à différentes concentrations.

A1] Quelles sont les informations apportées par les données des 6 colonnes surlignées en vert ?

 A2] On prépare un litre d'une solution aqueuse de potasse à 19% en masse à partir de potasse en pastilles et d'eau ; on ne dispose pas de fiole jaugée.

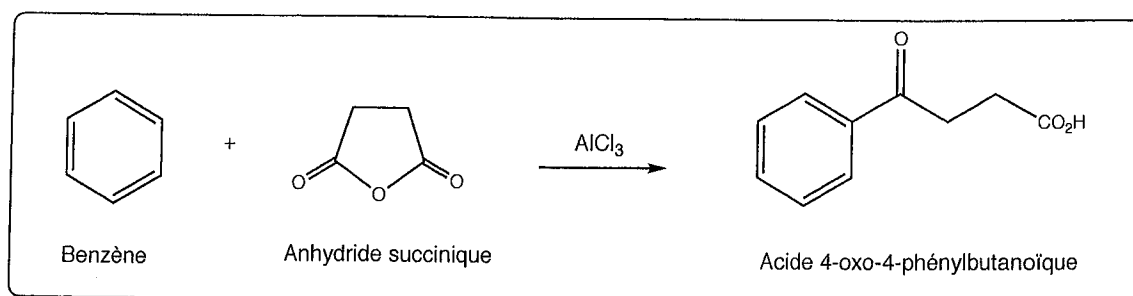
A2a] Quelle masse de potasse en pastilles doit-on peser ?

A2b] Quelle masse d'eau doit-on peser ?

C_w	$(C_o - C_w)$	$(n - n_o) \times 10^4$	Δ	O	S	η/ρ	η/η_o	η/p	ϕ	γ	T					
g/l	g/l	$\times 10^4$	$^{\circ}\text{C}$	Os/kg	g-mol/l	cS			rhe	mmho/cm	g-mol/l					
0.50	1.0025	1.0043	5.0	0.089	997.5	0.7	10	1.3340	0.299	0.161	0.086	1.008	1.008	98.98	20.0	0.220
1.00	1.0068	1.0086	10.1	0.179	996.7	1.5	20	1.3350	0.609	0.327	0.177	1.017	1.012	98.13	38.5	0.452
1.50	1.0111	1.0129	15.2	0.270	995.9	2.3	29	1.3359	0.924	0.497	0.269	1.026	1.017	97.25	56.9	0.697
2.00	1.0155	1.0172	20.3	0.362	995.1	3.1	39	1.3369	1.242	0.668	0.363	1.036	1.022	96.36	75.0	0.957
2.50	1.0198	1.0216	25.5	0.454	994.3	3.9	49	1.3379	1.562	0.840	0.457	1.046	1.027	95.45	92.8	1.23
3.00	1.0242	1.0260	30.7	0.548	993.5	4.8	58	1.3388	1.886	1.014	0.551	1.056	1.033	94.52	110.	1.53
3.50	1.0286	1.0304	36.0	0.642	992.6	5.6	68	1.3398	2.217	1.192	0.648	1.066	1.039	93.58	128.	1.85
4.00	1.0330	1.0348	41.3	0.736	991.7	6.5	78	1.3408	2.565	1.379	0.748	1.077	1.045	92.63	144.	2.20
4.50	1.0374	1.0393	46.7	0.832	990.8	7.5	87	1.3417	2.940	1.581	0.854	1.089	1.051	91.68	161.	2.58
5.00	1.0419	1.0437	52.1	0.928	989.8	8.4	97	1.3427	3.356	1.804	0.972	1.100	1.058	90.71	178.	3.00
5.50	1.0464	1.0482	57.6	1.026	988.8	9.4	106	1.3436	3.747	2.014	1.081	1.112	1.065	89.75	193.	3.47
6.00	1.0509	1.0527	63.1	1.124	987.8	10.4	116	1.3445	4.144	2.228	1.191	1.124	1.072	88.78	206.	3.97
6.50	1.0554	1.0572	68.6	1.223	986.8	11.5	125	1.3455	4.521	2.431	1.295	1.137	1.079	87.81	216.	4.52
7.00	1.0599	1.0618	74.2	1.322	985.7	12.5	134	1.3464	4.921	2.649	1.403	1.149	1.086	86.84		
7.50	1.0644	1.0663	79.8	1.423	984.6	13.6	144	1.3474				1.162	1.094	85.87		
8.00	1.0690	1.0709	85.5	1.524	983.5	14.8	153	1.3483				1.175	1.102	84.91		
8.50	1.0736	1.0755	91.3	1.626	982.3	15.9	162	1.3492				1.189	1.110	83.95		
9.00	1.0781	1.0801	97.0	1.729	981.1	17.1	172	1.3502				1.203	1.118	82.98		
9.50	1.0827	1.0847	102.9	1.833	979.9	18.4	181	1.3511				1.217	1.126	82.03		
10.00	1.0873	1.0893	108.7	1.938	978.6	19.6	190	1.3520				1.231	1.134	81.07		
11.00	1.0966	1.0985	120.6	2.150	976.0	22.3	209	1.3539				1.261	1.152	79.17		
12.00	1.1059	1.1079	132.7	2.365	973.2	25.0	228	1.3558				1.291	1.170	77.28		
13.00	1.1153	1.1172	145.0	2.584	970.3	28.0	246	1.3576				1.324	1.189	75.39		
14.00	1.1246	1.1266	157.5	2.806	967.2	31.0	265	1.3595				1.358	1.210	73.50		
15.00	1.1341	1.1361	170.1	3.032	964.0	34.3	284	1.3614				1.394	1.232	71.59		
16.00	1.1435	1.1456	183.0	3.261	960.6	37.7	302	1.3632				1.433	1.255	69.66		
17.00	1.1531	1.1551	196.0	3.493	957.0	41.2	321	1.3651				1.474	1.281	67.69		
18.00	1.1626	1.1647	209.3	3.730	953.3	44.9	340	1.3670				1.518	1.308	65.75		
19.00	1.1722	1.1743	222.7	3.969	949.5	48.8	358	1.3688				1.565	1.338	63.77		
20.00	1.1818	1.1839	236.4	4.212	945.4	52.8	377	1.3707				1.616	1.370	61.76		
22.00	1.2014	1.2035	264.3	4.710	937.1	61.2	414	1.3744				1.729	1.442	57.72		
24.00	1.2210	1.2231	293.0	5.223	927.9	70.3	451	1.3781				1.857	1.524	53.74		
26.00	1.2408	1.2430	322.6	5.750	918.2	80.0	488	1.3818				2.002	1.617	49.85		
28.00	1.2609	1.2632	353.1	6.292	907.9	90.4	524	1.3854				2.166	1.721	46.09		
30.00	1.2813	1.2836	384.4	6.851	896.9	101.3	559	1.3889				2.352	1.839	42.44		
32.00	1.3020	1.3043	416.6	7.425	885.4	112.9	593	1.3923				2.565	1.974	38.90		
34.00	1.3230	1.3254	449.8	8.017	873.2	125.0	628	1.3957				2.814	2.131	35.47		
36.00	1.3444	1.3468	484.0	8.626	860.4	137.8	664	1.3993				3.105	2.315	32.14		
38.00	1.3661	1.3685	519.1	9.252	847.0	151.3	700	1.4030				3.453	2.533	28.90		
40.00	1.3881	1.3906	555.2	9.896	832.9	165.4	738	1.4068				3.871	2.795	25.78		
42.00	1.4104	1.4129	592.4	10.558	818.1	180.2	776	1.4106				4.380	3.112	22.78		
44.00	1.4331	1.4356	630.6	11.238	802.5	195.7	813	1.4143				5.003	3.498	19.95		
46.00	1.4560	1.4586	669.8	11.936	786.2	212.0	849	1.4179				5.769	3.970	17.30		
48.00	1.4791	1.4817	710.0	12.653	769.1	229.1	884	1.4214				6.713	4.547	14.87		
50.00	1.5024	1.5050	751.2	13.388	751.2	247.0	917	1.4247				7.876	5.253	12.67		

T.S.V.P.

Partie B : synthèse de l'acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque à partir d'anhydride succinique et de benzène (13,5 pts ± 0,5 pt)



Mode opératoire :

Une solution de 2 g d'anhydride succinique dans 40 mL de benzène est introduite dans un erlen rodé sur lequel sont adaptés un réfrigérant et une ampoule à addition. En agitant et en refroidissant par un bain-marie, sont ajoutés 6 g de chlorure d'aluminium. Le mélange est chauffé à reflux pendant une heure. Après refroidissement par un bain-marie, le milieu est hydrolysé avec de l'eau glacée. Le mélange est transvasé dans une ampoule à décanter et l'acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque est extrait à l'éther diéthylique. La phase organique est lavée à l'eau puis extraite par une solution aqueuse de NaOH à 2 mol.L⁻¹. La phase aqueuse est transférée dans un béccher ; après ajout d'acide chlorhydrique concentré, l'acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque précipite. Après filtration sous vide, 2,42 g d'acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque sont isolés et recristallisés. Après séchage, la masse du produit purifié est de 2,15 g.

Les réactifs et solvants : ne pas négliger ces données pour répondre aux questions

Benzène : très toxique, liquide, miscible à l'éther; insoluble dans l'eau ; d = 0,87

AlCl₃ : composé solide de couleur jaune, se solubilise violemment dans l'eau, peu soluble dans le benzène.

Anhydride succinique : composé solide blanc, peu soluble dans l'éther, se décompose dans l'eau en acide succinique.

Acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque : composé solide blanc, soluble dans le benzène et l'éther, peu soluble dans l'eau à froid mais soluble à chaud. Son sel de sodium présente les solubilités classiques des sels de sodium d'acides carboxyliques.

Éther diéthylique : liquide peu soluble dans l'eau.

HCl concentré : [HCl] = 12 mol.L⁻¹

NaOH : [NaOH] = 2 moles.L⁻¹ ; densité = 1,08

On donne les masses atomiques suivantes :

H : 1 g.mol⁻¹ ; C : 12 g.mol⁻¹ ; O : 16 g.mol⁻¹ ; Cl : 35,5 g.mol⁻¹ ; Al : 27 g.mol⁻¹ ; Na : 23 g.mol⁻¹

QUESTIONS

B1] COMPLÉTER LE TABLEAU SUIVANT DIRECTEMENT SUR CETTE FEUILLE A RENDRE AVEC LA COPIE.

	Masse (g) ou Volume (mL)	Masse Molaire g.mol ⁻¹	Nombre de moles
Anhydride succinique	2 g
Benzène (d = 0,87)	40 mL
Chlorure d'aluminium	6 g
Acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque brut	2,42 g
Acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque pur	2,15 g

B2] En détaillant les calculs, donner :

- * le rendement en acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque **brut**,
- * le rendement en acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque **pur**,
- * le rendement de la recristallisation.

B3] Après extraction de la phase aqueuse par l'éther diéthylique, quelles sont les espèces moléculaires en présence dans la phase organique en plus de l'acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque ?

B4] Pourquoi est-il nécessaire d'extraire la phase organique par une solution aqueuse de soude ?

B5] Pourquoi est-il préférable d'utiliser une solution d'acide chlorhydrique concentrée et non pas diluée pour faire précipiter l'acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque ?

B6] En supposant un rendement de 100% en acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque, quel volume minimal de solution d'acide chlorhydrique concentré faut-il ajouter pour faire précipiter l'acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque ?

T.S.V.P.

B7] Afin de vérifier la pureté de l'acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque après recristallisation, une analyse d'un échantillon par CCM est réalisée sur une plaque de silice de 5 cm de longueur et de 2,5 cm de largeur. Le dépôt de l'échantillon est effectué à 0,5 cm du bord inférieur de la plaque. L'éluant utilisé est le dichlorométhane. Lorsque le front d'éluion est à 0,5 cm du bord supérieur, la plaque est retirée de la cuve. Le rapport frontal R_f de l'acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque est de 0,65.

B7a] A quoi correspond le rapport frontal R_f ?

B7b] Représenter la plaque en respectant les valeurs données ci-dessus.

B7c] Dans quel solvant peut-on dissoudre l'échantillon ?

B7d] Indiquer les conditions expérimentales accompagnant nécessairement une analyse CCM.

Partie C : la recristallisation (3 pts \pm 0,5 pt)

C1] Pour recristalliser un composé **A** dans un solvant organique ou dans l'eau, ce composé **A** doit-il être :

- soluble à chaud et insoluble à température ambiante dans le solvant,
- ou soluble à toute température dans le solvant ?

Justifier la réponse.

C2] D'après les informations données page 2, quel solvant peut-on utiliser pour recristalliser l'acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque ? Justifier la réponse.