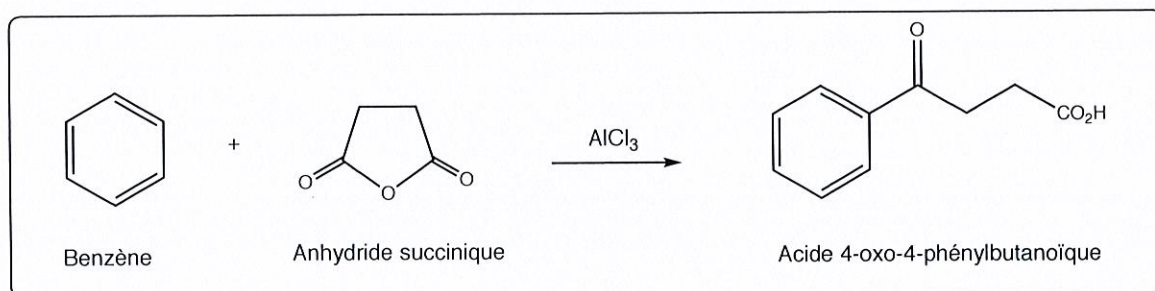


Contrôle Terminal de : Compléments de Chimie UE7 - Durée : 1 h 30

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

Partie A : synthèse de l'acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque à partir d'anhydride succinique et de benzène



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 bécher ; 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 ; $d = 0,87$

AlCl_3 : 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 : $[\text{HCl}] = 12 \text{ mol.L}^{-1}$

NaOH : $[\text{NaOH}] = 2 \text{ moles.L}^{-1}$; 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 : $35,5 \text{ g.mol}^{-1}$; Al : 27 g.mol^{-1} ; Na : 23 g.mol^{-1}

QUESTIONS

A1] 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

A2] 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.

A3] 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 ?

A4] Pourquoi est-il nécessaire d'extraire la phase organique par une solution aqueuse de soude?

A5] 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 ?

A6] 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.

A7] 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'élution 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.

A7a] A quoi correspond le rapport frontal R_f ?

A7b] Représenter la plaque en respectant les valeurs données ci-dessus.

A7c] Dans quel solvant peut-on dissoudre l'échantillon ?

A7d] Indiquer les conditions expérimentales accompagnant nécessairement une analyse CCM.

Partie B : la recristallisation

B1] 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.

B2] D'après les informations données en première page du sujet, quel solvant peut-on utiliser pour recristalliser l'acide 4-oxo-4-phénylbutanoïque ? Justifier la réponse.