L3 Physique PC 19 Mai 2022

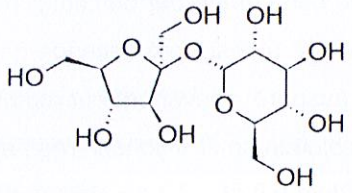
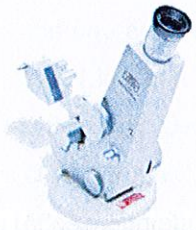
Contrôle Terminal de : Compléments de Chimie UE7 - Durée : 1 h 30

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

Les 2 parties du sujet sont indépendantes

Partie A (5 pts)

Pour étudier une solution de saccharose **S** (voir formule ci-dessous), on dispose d'un réfractomètre (voir photo ci-dessous). Une goutte de solution est déposée sur la plaque de l'appareil.

Molécule de Saccharose :	Réfractomètre Abbe :
	

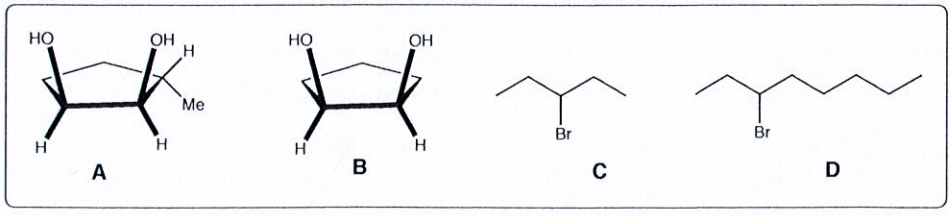
1) Quelles sont les 2 indications directement lues sur l'appareil ?
2) L'indice de réfraction lu sur l'appareil pour la solution **S** est n = 1,3525. Dans le tableau présentant les propriétés des solutions aqueuses de saccharose (sucrose en anglais) extraite du « Handbook of Chemistry and Physics » joint en annexe en page 4 du sujet, les indices de réfraction n sont répertoriés dans la 9ème colonne. A l'aide de ce tableau, donner le pourcentage massique de **S**, ainsi que sa concentration en $g.L^{-1}$ et sa concentration en $mol.\ L^{-1}$.
3) Connaissant la concentration de la solution **S**, le pouvoir rotatoire de cette solution peut être aussi calculée par la loi de Biot rappelée ci-dessous. Calculer le pouvoir rotatoire de la solution **S**.

   Loi de Biot : $\alpha_D^{298} = [\alpha]_D^{298} \cdot l.c$

   avec $[\alpha]_D^{298}$: pouvoir rotatoire spécifique du saccharose à 298K , D = raie du Sodium ;

   l = longueur de cuve en dm et c = concentration de la solution étudiée en $g.cm^{-3}$

   On donne $[\alpha]_D^{298} = 66{,}5°.dm^{-1}.g^{-1}.cm^3$ et l = 1 dm
4) Est-il possible de mesurer le pouvoir rotatoire de chacune des 4 molécules **A**, **B**, **C** et **D** suivantes ? Justifier la réponse.

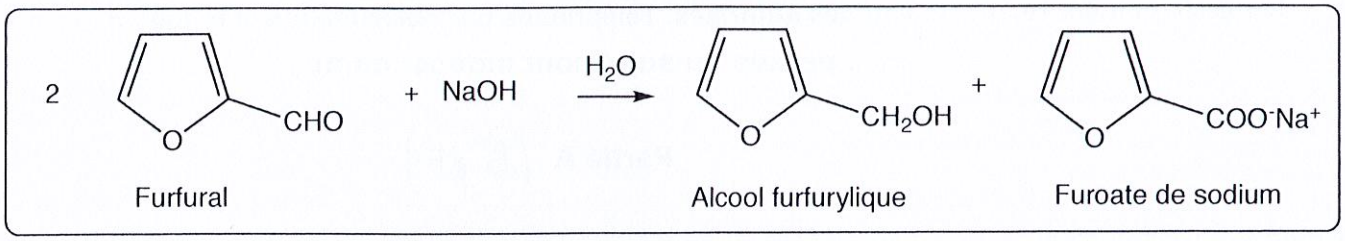


T.S.V.P.

Partie B (15pt)

Préparation de l'alcool furfurylique et de l'acide furoïque

Mode opératoire



Dans un ballon de 500 mL, sont introduits 172,5 mL de furfural. Le ballon est refroidi par un bain de glace et 86 mL d'une solution aqueuse de NaOH à 35% sont ajoutés au goutte à goutte par une ampoule à addition, sous agitation magnétique. La solution est agitée pendant une heure à 20°C après la fin de l'addition. La plupart du furoate de sodium précipite ; une quantité d'eau suffisante est ajoutée pour dissoudre ce précipité. La solution aqueuse est alors transvasée dans une ampoule à décanter. La phase aqueuse est extraite par de l'éther diéthylique en 3 fois (1 x 60 mL et 2 x 30 mL). Les 2 phases sont séparées. Après lavage à l'eau, pré-séchage par de l'eau salée et séchage par $MgSO_4$ de la phase organique, l'éther diéthylique est évaporé à l'évaporateur rotatif ; on pèse 65 g de produit résiduel. D'autre part, à la phase aqueuse est ajoutée une solution de HCl concentrée ; un produit précipite, il est filtré sous vide puis séché, sa masse est de 58 g.

Questions

1) Répondre aux questions suivantes en vous aidant du tableau ci-dessous :
   a) **« La solution aqueuse est alors transvasée dans une ampoule à décanter » :** quelles sont les espèces en présence dans la phase aqueuse ?
   b) **« La phase aqueuse est extraite par de l'éther diéthylique »** : qu'extrait-on de la phase aqueuse ?
   c) **« A la phase aqueuse est ajoutée une solution de HCl concentrée; un produit précipite, il est filtré sous vide puis séché, sa masse est de 58 g. »** Que contient la phase aqueuse avant ajout de HCl ? Quel est ce produit ayant précipité après ajout de HCl ?

Solubilités des espèces en présence dans l'eau et dans l'éther diéthylique

Espèces chimiques en présence	Solubilité dans l'eau	Solubilité dans l'éther diéthylique
Furfural	Très faible	Elevée
NaOH	Elevée	Très faible
Alcool furfurylique	Faible	Elevée
Furoate de sodium	Elevée	Très faible
Acide furoïque	Très faible à température ambiante mais élevée au reflux de l'eau	Peu élevée

2) Calculer :

a. la masse molaire du furfural

b. la masse du furfural correspondant au volume de 172,5 mL utilisé

c. le nombre de moles de furfural

d. la masse de la solution de soude correspondant au volume de 86 mL utilisé

e. la masse molaire de la soude

f. le nombre de moles de soude contenues dans les 86 mL de solution à 35%

Masses molaires de : H = 1 $g.mol^{-1}$; C = 12 $g.mol^{-1}$; O = 16 $g.mol^{-1}$; Na = 23 $g.mol^{-1}$

Masse volumique du furfural : ρ = 1,16 $g.mL^{-1}$

Masse volumique de la solution de soude à 35% : ρ = 1,38 $g.mL^{-1}$

3) Calculer :

a) la masse molaire de l'alcool furfurylique

b) Le rendement en alcool furfurylique

c) la masse molaire de l'acide furoïque

d) le rendement en acide furoïque

4) Quel volume minimal de solution de HCl concentrée faut-il ajouter à la phase aqueuse pour obtenir un rendement maximal en précipité ?

Masse molaire de Cl = 35,5 $g.mol^{-1}$; Concentration de la solution de HCl concentrée = 12 $mol.L^{-1}$

5) a) Donner le principe de la purification d'un composé solide par recristallisation.

b) Dans quel solvant peut-on recristalliser l'acide furoïque ?

6) Pour vérifier la pureté de l'acide furoïque pureté après sa recristallisation, on réalise une CCM avec pour témoin le furfural. Des échantilons d'acide furoïque et de furfural sont dissous dans un solvant. Les dépôts des deux solutions sont effectués sur une plaque de silice de 5 cm de longueur et de 2 cm de largeur, à 0,5 cm du bord inférieur de la plaque. Après élution dans une cuve jusqu'à 0,5 cm du bord supérieur, la plaque est retirée de la cuve. Les rapports frontaux Rf des 2 échantillons sont de 0,25 et de 0,72.

a. Dans quel solvant peut-on dissoudre les échantillons ?

b. Indiquer les conditions expérimentales qui doivent être associées à la réalisation d'une CCM.

c. Représenter la plaque en respectant les valeurs données ci-dessus (longueur, largeur, ...).

d. A quoi correspond un rapport frontal ?

e. Attribuer les 2 taches mises en évidence par l'élution à l'acide furoïque et au furfural en justifiant la réponse.

f. Que peut-on conclure à propos de la pureté de l'acide furoïque ?

T.S.V.P.

ANNEXE

Tableau des propriétés des solutions aqueuses de saccharose (sucrose en anglais)

Extrait du Handbook of Chemistry and Physics :

88 SUCROSE, $C_{12}H_{22}O_{11}$

MOLECULAR WEIGHT = 342.30
RELATIVE SPECIFIC REFRACTIVITY = 1.031

0.00 % by wt. data are the same for all compounds.
For Values of 0.00 wt. % solutions see Table 1, Acetic Acid

A % by wt.	ρ D_4^{20}	D_{20}^{20}	C_s g/l	M g-mol/l	C_w g/l	$(C_v - C_w)$ g/l	$(n - n_w) \times 10^4$	n	Δ °C	O Os/kg	S g-mol/l	η/η_0	η/ρ cS	ϕ rhe	γ mmho/cm	T g-mol/l
0.50	1.0002	1.0019	5.0	0.015	995.2	3.1	7	1.3337	0.027	0.015	0.007	1.013	1.015	98.53		
1.00	1.0021	1.0039	10.0	0.029	992.1	6.2	14	1.3344	0.055	0.030	0.015	1.026	1.026	97.27		
1.50	1.0040	1.0058	15.1	0.044	989.0	9.3	22	1.3351	0.083	0.045	0.023	1.039	1.037	96.03		
2.00	1.0060	1.0078	20.1	0.059	985.9	12.4	29	1.3359	0.112	0.060	0.031	1.053	1.049	94.78		
2.50	1.0079	1.0097	25.2	0.074	982.7	15.5	36	1.3366	0.140	0.076	0.040	1.067	1.061	93.51		
3.00	1.0099	1.0117	30.3	0.089	979.6	18.6	43	1.3373	0.170	0.091	0.048	1.082	1.074	92.24		
3.50	1.0119	1.0137	35.4	0.103	976.5	21.8	51	1.3381	0.199	0.107	0.057	1.097	1.086	90.99		
4.00	1.0139	1.0156	40.6	0.118	973.3	24.9	58	1.3388	0.229	0.123	0.066	1.112	1.099	89.75		
4.50	1.0158	1.0176	45.7	0.134	970.1	28.1	65	1.3395	0.260	0.140	0.074	1.128	1.112	88.49		
5.00	1.0178	1.0196	50.9	0.149	966.9	31.3	73	1.3403	0.291	0.156	0.083	1.144	1.126	87.24		
5.50	1.0198	1.0216	56.1	0.164	963.7	34.5	80	1.3410	0.322	0.173	0.093	1.160	1.140	86.02		
6.00	1.0218	1.0236	61.3	0.179	960.5	37.7	88	1.3418	0.354	0.190	0.102	1.177	1.154	84.79		
6.50	1.0238	1.0257	66.5	0.194	957.3	40.9	95	1.3425	0.386	0.208	0.111	1.195	1.169	83.54		
7.00	1.0259	1.0277	71.8	0.210	954.1	44.2	103	1.3433	0.419	0.225	0.121	1.213	1.185	82.28		
7.50	1.0279	1.0297	77.1	0.225	950.8	47.4	110	1.3440	0.452	0.243	0.131	1.232	1.201	81.02		
8.00	1.0299	1.0317	82.4	0.241	947.5	50.7	118	1.3448	0.485	0.261	0.140	1.251	1.217	79.78		
8.50	1.0320	1.0338	87.7	0.256	944.2	54.0	125	1.3455	0.520	0.279	0.150	1.271	1.234	78.54		
9.00	1.0340	1.0358	93.1	0.272	940.9	57.3	133	1.3463	0.554	0.298	0.161	1.291	1.251	77.30		
9.50	1.0361	1.0379	98.4	0.288	937.6	60.6	141	1.3471	0.589	0.317	0.171	1.312	1.269	76.09		
10.00	1.0381	1.0400	103.8	0.303	934.3	63.9	148	1.3478	0.625	0.336	0.181	1.333	1.287	74.87		
11.00	1.0423	1.0441	114.7	0.335	927.6	70.6	164	1.3494	0.698	0.375	0.203	1.378	1.325	72.42		
12.00	1.0465	1.0483	125.6	0.367	920.9	77.4	180	1.3509	0.773	0.415	0.225	1.426	1.365	69.99		
13.00	1.0507	1.0525	136.6	0.399	914.1	84.2	195	1.3525	0.850	0.457	0.248	1.477	1.409	67.57		
14.00	1.0549	1.0568	147.7	0.431	907.2	91.0	211	1.3541	0.930	0.500	0.271	1.531	1.454	65.19		
15.00	1.0592	1.0610	158.9	0.464	900.3	97.9	227	1.3557	1.012	0.544	0.295	1.589	1.503	62.81		
16.00	1.0635	1.0653	170.2	0.497	893.3	104.9	243	1.3573	1.097	0.590	0.320	1.650	1.555	60.49		
17.00	1.0678	1.0697	181.5	0.530	886.3	112.0	259	1.3589	1.185	0.637	0.346	1.716	1.610	58.16		
18.00	1.0722	1.0741	193.0	0.564	879.2	119.1	276	1.3606	1.275	0.686	0.373	1.786	1.669	55.88		
19.00	1.0766	1.0785	204.5	0.598	872.0	126.2	292	1.3622	1.369	0.736	0.400	1.861	1.732	53.63		
20.00	1.0810	1.0829	216.2	0.632	864.8	133.5	309	1.3639	1.465	0.788	0.429	1.941	1.799	51.42		
22.00	1.0899	1.0918	239.8	0.701	850.1	148.1	342	1.3672	1.668	0.897	0.488	2.120	1.949	47.08		
24.00	1.0990	1.1009	263.8	0.771	835.2	163.0	376	1.3706	1.886	1.014	0.551	2.326	2.121	42.91		
26.00	1.1082	1.1102	288.1	0.842	820.1	178.2	411	1.3741	2.120	1.140	0.619	2.568	2.322	38.86		
28.00	1.1175	1.1195	312.9	0.914	804.6	193.6	446	1.3776	2.371	1.275	0.692	2.849	2.554	35.03		
30.00	1.1270	1.1290	338.1	0.988	788.9	209.3	482	1.3812	2.644	1.421	0.770	3.181	2.828	31.37		
32.00	1.1366	1.1386	363.7	1.063	772.9	225.3	518	1.3848	2.942	1.582	0.855	3.754	3.309	26.59		
34.00	1.1464	1.1484	389.8	1.139	756.6	241.6	555	1.3885	3.268	1.757	0.947	4.044	3.535	24.68		
36.00	1.1562	1.1583	416.2	1.216	740.0	258.2	592	1.3922	3.625	1.949	1.047	4.612	3.997	21.64		
38.00	1.1663	1.1683	443.2	1.295	723.1	275.1	630	1.3960	4.018	2.160	1.156	5.304	4.557	18.82		
40.00	1.1765	1.1785	470.6	1.375	705.9	292.4	669	1.3999	4.452	2.394	1.276	6.150	5.238	16.23		
42.00	1.1868	1.1889	498.4	1.456	688.3	309.9	708	1.4038	4.932	2.652	1.406	7.220	6.096	13.82		
44.00	1.1972	1.1994	526.8	1.539	670.5	327.8	748	1.4078				8.579	7.180	11.63		
46.00	1.2079	1.2100	555.6	1.623	652.2	346.0	788	1.4118				10.28	8.53	9.71		
48.00	1.2186	1.2208	584.9	1.709	633.7	364.6	829	1.4159				12.49	10.27	7.99		
50.00	1.2295	1.2317	614.8	1.796	614.8	383.5	871	1.4201				15.40	12.55	6.48		
52.00	1.2406	1.2428	645.1	1.885	595.5	402.7	913	1.4243				19.30	15.59	5.17		
54.00	1.2518	1.2540	676.0	1.975	575.8	422.4	956	1.4286				24.63	19.71	4.05		
56.00	1.2632	1.2654	707.4	2.067	555.8	442.4	1000	1.4330				32.06	25.43	3.11		
58.00	1.2747	1.2770	739.3	2.160	535.4	462.8	1044	1.4374				42.69	33.56	2.34		
60.00	1.2864	1.2887	771.9	2.255	514.6	483.7	1089	1.4419				58.37	45.46	1.71		
62.00	1.2983	1.3006	804.9	2.352	493.3	504.9	1135	1.4465				82.26	63.49	1.21		
64.00	1.3103	1.3126	838.6	2.450	471.7	526.5	1181	1.4511				119.9	91.69	0.83		
66.00	1.3224	1.3248	872.8	2.550	449.6	548.6	1228	1.4558				181.7	137.6	0.55		
68.00	1.3348	1.3371	907.6	2.652	427.1	571.1	1276	1.4606				287.9	216.1	0.35		
70.00	1.3472	1.3496	943.1	2.755	404.2	594.1	1324	1.4654				480.6	357.4	0.21		
72.00	1.3599	1.3623	979.1	2.860	380.8	617.5	1373	1.4703				853.2	628.6	0.12		
74.00	1.3726	1.3751	1015.7	2.967	356.9	641.4	1423	1.4753				1628.	1188.	0.06		
76.00	1.3855	1.3880	1053.0	3.076	332.5	665.7	1473	1.4803								
78.00	1.3986	1.4011	1090.9	3.187	307.7	690.5	1524	1.4854								
80.00	1.4117	1.4142	1129.4	3.299	282.3	715.9	1576	1.4906								
82.00	1.4250	1.4275	1168.5	3.414	256.5	741.7	1628	1.4958								
84.00	1.4383	1.4409	1208.2	3.530	230.1	768.1	1681	1.5010								