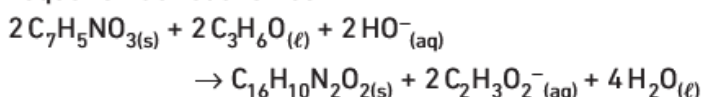


38 Synthèse de l'indigo

L'indigo est un colorant d'origine naturelle utilisé entre autres pour la coloration des jeans.



En 1882, les Allemands Adolph von Baeyer et Viggo Drewsen réussissent à synthétiser l'indigo ($C_{16}H_{10}N_2O_2$) selon un procédé nommé *synthèse de Baeyer-Drewsen* dont l'équation de réaction est :



Protocole Synthèse de l'indigo

1. Dans un erlenmeyer de 125 mL, verser 5,8 g de nitrobenzaldéhyde $C_7H_5NO_3$, 10 mL d'acétone C_3H_6O et 15 mL d'eau distillée tout en agitant. Ajouter lentement 40 mL de solution de soude contenant des ions hydroxyde HO^- à la concentration $c = 2,0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$. Le mélange s'échauffe. Agiter pendant 10 min.
2. Filtrer sur Büchner le solide bleu formé.
3. Laver le solide avec de l'éthanol.

On recueille une masse $m_{\text{exp}} = 3,4 \text{ g}$ d'indigo.

Données	$C_7H_5NO_3$	C_3H_6O	HO^-	$C_2H_3O_2^-$	$C_{16}H_{10}N_2O_2$
M (en $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$)	151	58	40	60	262
T_{fus} (en $^{\circ}\text{C}$)	39,5	-95			391
Solubilité dans l'eau	Nulle	Totales			Nulle
Solubilité dans l'éthanol	Totale				
Pictogrammes de danger		 			

- M est la masse molaire ; T_{fus} la température de fusion.
- Masse volumique de l'acétone : $\rho = 0,79 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$

1. a. Nommer chaque étape de cette synthèse.
b. Quelle étape n'est pas décrite ? Proposer une technique possible.
c. Indiquer les conditions de sécurité et de récupération.
2. a. Pourquoi n'est-il pas nécessaire de chauffer lors de l'étape 1 ?
b. Schématiser la filtration sur Büchner.
c. Justifier l'utilisation de l'éthanol plutôt que l'eau lors du lavage.
3. a. Quel est le réactif limitant ?
b. Calculer le rendement de cette synthèse en considérant que le solide obtenu est pur.

40 Synthèse d'un arôme de poire

On réalise au laboratoire la synthèse de l'éthanoate de pentyle $C_7H_{14}O_2$, une molécule à l'odeur de poire.



Protocole Synthèse de l'éthanoate de pentyle

1. Chauffer à reflux pendant 30 min un mélange de 0,23 mol de pentan-1-ol $C_5H_{12}O$, de 0,27 mol d'acide éthanoïque $C_2H_4O_2$ et de grains de pierre ponce.
2. Une fois refroidi, transférer le mélange réactionnel dans une ampoule à décanter.
Ajouter 25 mL d'eau.
Agiter et laisser décanter.
Éliminer la phase aqueuse et récupérer la phase organique.
3. Répéter l'opération de lavage de la phase organique, puis la sécher avec quelques cristaux de sulfate de magnésium anhydre.
4. On vérifie par spectroscopie IR la pureté du produit obtenu.
On obtient 0,080 mol d'éthanoate de pentyle pur.

1. Identifier les différentes étapes de cette synthèse.

2. a. Légender le montage à reflux ci-contre en attribuant un nom à chaque numéro.

b. À quoi sert ce montage ? Préciser le rôle de la pierre ponce.

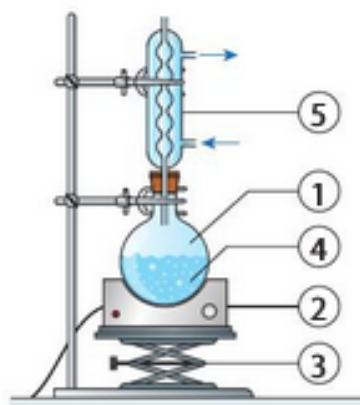
3. a. Que dire de la solubilité de l'éthanoate de pentyle dans l'eau ?

b. Dans l'étape 3, que signifie « sécher la phase organique avec du sulfate de magnésium anhydre » ?

4. a. Établir l'équation de réaction de la synthèse en sachant qu'il se forme également de l'eau.

b. Calculer le rendement de cette synthèse.

Comment pourrait-on améliorer ce rendement ?



41 Synthèse de la menthone

La menthone ($C_{10}H_{18}O$) est une molécule présente dans l'huile essentielle de menthe. Elle peut également être synthétisée pour l'industrie agroalimentaire et la cosmétique.



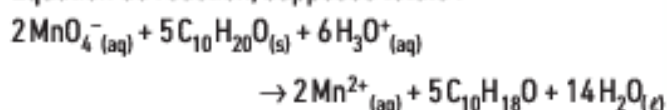
Protocole simplifié Synthèse de la menthone

On mélange $m_1 = 23$ g de menthol ($C_{10}H_{20}O$) et $V = 100$ mL de solution d'ion permanganate (MnO_4^-) à la concentration $c = 0,20$ mol·L⁻¹, contenant des ions H_3O^+ en excès.

On chauffe à reflux pendant 15 min.

On obtient $m' = 8,0$ g de menthone.

Équation de réaction, supposée totale :



Données

• Masses molaires M , températures de fusion T_{fus} et d'ébullition $T_{éb}$ à pression atmosphérique :

	M (en g·mol ⁻¹)	$T_{éb}$ (en °C)	T_{fus} (en °C)
Menthol	156	212	41
Menthone	154	209	-6,5

1. a. Schématiser et légender le montage utilisé pour le chauffage à reflux.

b. Quel réactif est en excès ?

2. a. Indiquer l'état physique de la menthone à 20 °C à pression atmosphérique.

b. Proposer une technique pour extraire la menthone.

3. On analyse le produit obtenu par CCM.

Dépôt A : menthol

Dépôt B : menthone de référence

Dépôt P : produit obtenu

a. Que peut-on dire sur la pureté du produit obtenu ?

b. Quelle masse de menthone peut-on espérer au maximum ?

c. Comparer cette masse théorique avec la masse obtenue expérimentalement.

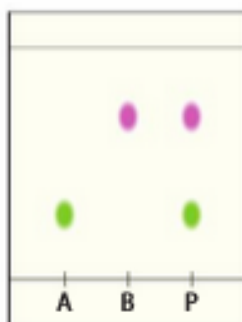
Comment expliquer cette différence ?

d. Est-il judicieux de calculer le rendement ?

4. On analyse le produit obtenu par spectroscopie IR. Des bandes d'absorption apparaissent. À quels groupes caractéristiques ces bandes correspondent-elles si :

a. le produit est impur ?

b. le produit est pur ?



Données

	Acide salicylique	Anhydride éthanóïque	Aspirine	Acide éthanóïque	Acide sulfurique
Masse molaire (en g·mol ⁻¹)	138	102	180	60	98
Température de fusion (en °C)	158	-73	135	17	3
Température d'ébullition (en °C)	211	138	140	118	335
Masse volumique (en g·mL ⁻¹)		1,08		1,05	1,83
Solubilité dans l'éthanol	Grande	Grande	Faible à froid et grande à chaud	Grande	Grande
Réactivité		Se décompose en acide éthanóïque en présence d'eau	Polymérise autour de 100 °C		
Pictogrammes de danger					

43 Comprendre la synthèse de l'aspirine

L'aspirine ou acide acétylsalicylique (C₉H₈O₄) est un médicament antipyrétique (lutte contre la fièvre), anti-inflammatoire et analgésique.

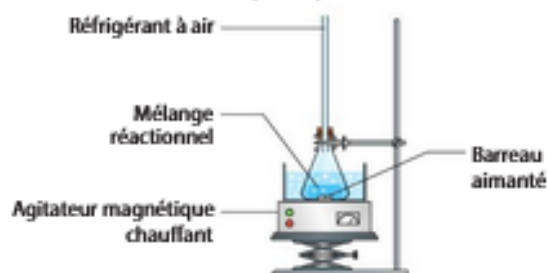
Sa première synthèse date de 1897 par le chimiste allemand Felix Hoffmann et a été améliorée depuis.

On s'intéresse à une des voies de synthèse de l'aspirine au laboratoire.



Protocole Synthèse de l'aspirine

1. Faire chauffer au bain-marie à 60 °C, tout en agitant, un erlenmeyer surmonté d'un réfrigérant à air, contenant 3,0 g d'acide salicylique C₇H₆O₃, 6,0 mL d'anhydride éthanóïque C₄H₆O₃ et quelques gouttes d'acide sulfurique concentré (c'est un catalyseur) pendant 30 min.



2. Ajouter, avec précaution, 50 mL d'eau distillée froide dans le ballon. On observe la cristallisation de l'aspirine. Placer le ballon dans l'eau glacée. Filtrer sur Büchner, rincer le solide à l'eau distillée froide.
3. Dissoudre le produit brut dans environ 10 mL d'éthanol en chauffant légèrement, puis ajouter 30 mL d'eau distillée, l'aspirine recristallise. Filtrer sur Büchner, puis laver à l'eau glacée. Essorer le solide. Après séchage, on obtient $m_{\text{exp}} = 2,7$ g de produit.

1. a. Identifier et expliquer le but de chaque étape.

b. Nommer le montage de chauffage utilisé.

c. Dans le protocole, il manque une étape. Laquelle ?

2. a. Indiquer les précautions de manipulation.

b. Sachant que la réaction forme également de l'acide éthanóïque C₂H₄O₂, écrire son équation en précisant les états physiques de chaque espèce.

3. a. Pourquoi ne doit-on pas dépasser les 60 °C ?

b. Justifier l'utilisation du montage pour le chauffage du mélange.

4. a. Déterminer le réactif limitant.

b. Comment éliminer le réactif en excès ?

c. À partir de ce protocole, que peut-on dire de la solubilité de l'aspirine dans l'eau froide ?

5. a. Calculer le rendement de la synthèse.

b. Proposer une méthode d'identification. Justifier.