

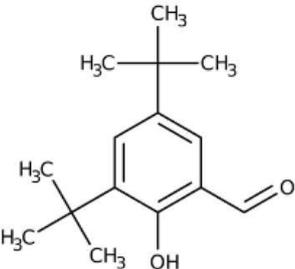
ÉVALUATION COMMUNE 2024
CORRECTION Yohan Atlan © <https://www.vecteurbac.fr/>

CLASSE : Première	VOIE : <input checked="" type="checkbox"/> Générale <input type="checkbox"/> Technologique <input type="checkbox"/> Toutes voies (LV)
VOIE : <input checked="" type="checkbox"/> Générale	ENSEIGNEMENT : Spécialité physique-chimie
DURÉE DE L'ÉPREUVE : 1 h	CALCULATRICE AUTORISÉE : <input checked="" type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non

Synthèse d'un composé chimique photochrome

Étude du protocole expérimental

1.

Molécule	Propriétés	Dangers
<p>3,5-di-tert-butyl-2-hydroxybenzaldéhyde (ou pourra la noter DTBHB)</p> 	<ul style="list-style-type: none">▪ Etat solide à température ambiante▪ Soluble dans le méthanol et l'éthanol▪ Masse molaire moléculaire : 234,33 g·mol⁻¹	<ul style="list-style-type: none">▪ Provoque une irritation cutanée▪ Provoque une sévère irritation des yeux▪ Peut irriter les voies respiratoires

Le 3,5 di-tert-butyl-2- hydroxybenzaldéhyde (DTBHB) :

- Provoque une irritation cutanée
- Provoque une sévère irritation des yeux
- Peut irriter les voies respiratoires

Il faut donc mettre une blouse, des gants et des lunettes de protections et travailler sous hotte aspirante pour ne pas être en contact avec les vapeurs de ce produit.

Molécule	Propriétés	Dangers
<p>4-iodoaniline</p> 	<ul style="list-style-type: none">▪ Etat solide à température ambiante▪ Légèrement soluble dans l'eau. Soluble dans le chloroforme, le méthanol et l'éthanol▪ Masse molaire moléculaire: 219,02 g·mol⁻¹	<ul style="list-style-type: none">▪ Nocif par contact cutané▪ Provoque une sévère irritation des yeux▪ Nocif par inhalation▪ Provoque une irritation cutanée▪ Nocif en cas d'ingestion▪ Peut irriter les voies respiratoires

Le 4-iodoaniline :

- Nocif par contact cutané
- Provoque une sévère irritation des yeux
- Nocif par inhalation
- Provoque une irritation cutanée
- Nocif en cas d'ingestion
- Peut irriter les voies respiratoires

Il faut donc mettre une blouse, des gants et des lunettes de protections et travailler sous hotte aspirante pour ne pas être en contact avec les vapeurs de ce produit.

Ainsi, les précautions à prendre lors de l'utilisation du 3,5 di-tert-butyl-2- hydroxybenzaldéhyde et du 4-iodoaniline sont :

- mettre une blouse
- porter lunettes de protections
- porter des lunettes de protections
- travailler sous hotte aspirante

2.

Calculons la quantité de 3,5 di-tert-butyl-2- hydroxybenzaldéhyde (DTBHB) introduit initialement dans le milieu réactionnel :

$$n_{\text{DTBHB}} = \frac{m_{\text{DTBHB}}}{M_{\text{DTBHB}}}$$

$$n_{\text{DTBHB}} = \frac{400 \times 10^{-3}}{234,33}$$

$$n_{\text{DTBHB}} = 1,71 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

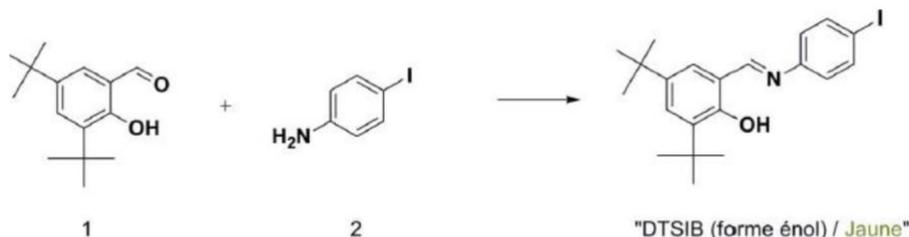
Calculons la quantité de 4-iodoaniline introduit initialement dans le milieu réactionnel :

$$n_{4\text{-iodoaniline}} = \frac{m_{4\text{-iodoaniline}}}{M_{4\text{-iodoaniline}}}$$

$$n_{4\text{-iodoaniline}} = \frac{400 \times 10^{-3}}{219,02}$$

$$n_{4\text{-iodoaniline}} = 1,82 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

L'équation de la réaction modélisant la synthèse du DTSIB à partir du 3,5-di-tert-butyl-2-hydroxybenzaldéhyde (1) et du 4-iodoaniline (2) est la suivante :



Synthèse et étude d'un composé photochrome de la famille des salicylidène-anilines par Jonathan Piard et Rémi MÉTIVIER, Le Bup n° 955-956

$$x_{\text{max}1} = \frac{n_{\text{DTBHB}}}{1}$$

$$x_{\text{max}1} = \frac{1,71 \times 10^{-3}}{1}$$

$$x_{\text{max}1} = 1,71 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$x_{\text{max}2} = \frac{n_{4\text{-iodoaniline}}}{1}$$

$$x_{\text{max}2} = \frac{1,82 \times 10^{-3}}{1}$$

$$x_{\text{max}2} = 1,82 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$x_{\text{max}1} < x_{\text{max}2} : x_{\text{max}} = x_{\text{max}1} = 1,71 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

La différence entre les deux valeurs est faible.

C'est pourquoi, on peut affirmer que se 4-iodoaniline est donc ajouté en léger excès.

3.

Le 3,5 di-tert-butyl-2- hydroxybenzaldéhyde (DTBHB) est soluble dans le méthanol et l'éthanol.
Le 4-iodoaniline est soluble dans le chloroforme, le méthanol et l'éthanol

Lors de cette synthèse, l'éthanol joue le rôle de solvant.

4.

Calculons la différence d'électronégativité entre l'atome d'oxygène et l'atome d'hydrogène :

$$\Delta\chi = \chi(\text{O}) - \chi(\text{H})$$

$$\Delta\chi = 3,44 - 2,2$$

$$\Delta\chi = 1,24$$

$\Delta\chi > 0,4$: la liaison O—H est polaire.

Calculons la différence d'électronégativité entre l'atome de carbone et l'atome d'hydrogène :

$$\Delta\chi = \chi(\text{C}) - \chi(\text{H})$$

$$\Delta\chi = 2,5 - 2,2$$

$$\Delta\chi = 0,3$$

$0 \leq \Delta\chi \leq 0,4$: la liaison C—H n'est polaire.

Calculons la différence d'électronégativité entre l'atome d'oxygène et l'atome de carbone :

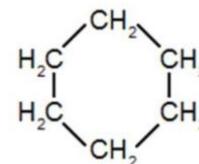
$$\Delta\chi = \chi(\text{O}) - \chi(\text{C})$$

$$\Delta\chi = 3,44 - 2,5$$

$$\Delta\chi = 0,94$$

$\Delta\chi > 0,4$: la liaison C—O est polaire.

Le cyclohexane ne contient que du carbone et de l'hydrogène. Toutes les liaisons ne sont pas polaires : le cyclohexane est apolaire.



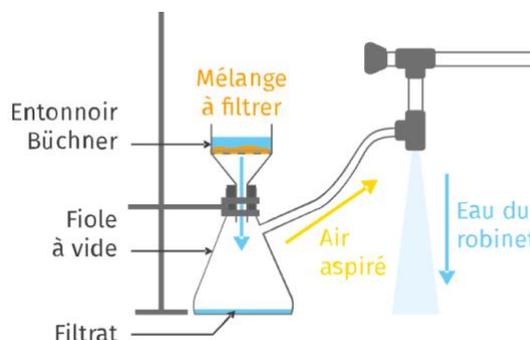
L'éthanol a des liaisons O—H et C—O qui sont polaires. L'éthanol est une molécule polaire. $\text{CH}_3 - \text{CH}_2 - \text{OH}$

5.

Le cyclohexane est apolaire et l'éthanol est une molécule polaire. Ainsi, on ne peut pas utiliser le cyclohexane à la place de l'éthanol lors de cette synthèse.

6.

La technique de séparation utilisée à la fin de la synthèse s'appelle la filtration sous vide ou filtration Büchner.



7.

Déterminons la masse maximale de de DTSIB qu'il est possible d'obtenir si la transformation est considérée comme totale :

$$n_{\text{DTSIB}}^{\text{max}} = \frac{m_{\text{DTSIB}}^{\text{max}}}{M_{\text{DTSIB}}}$$

$$\frac{m_{\text{DTSIB}}^{\text{max}}}{M_{\text{DTSIB}}} = n_{\text{DTSIB}}^{\text{max}}$$

$$m_{\text{DTSIB}}^{\text{max}} = n_{\text{DTSIB}}^{\text{max}} \times M_{\text{DTSIB}}$$

Or

$$n_{\text{DTSIB}}^{\text{max}} = x_{\text{max}}$$

$$m_{\text{DTSIB}}^{\text{max}} = x_{\text{max}} \times M_{\text{DTSIB}}$$

$$m_{\text{DTSIB}}^{\text{max}} = 1,71 \times 10^{-3} \times 435,34$$

$$m_{\text{DTSIB}}^{\text{max}} = 0,744 \text{ g}$$

$$m_{\text{DTSIB}}^{\text{max}} = 744 \text{ mg}$$

Déterminons le rendement :

$$\eta = \frac{m_{\text{DTSIB}}^{\text{experimentale}}}{m_{\text{DTSIB}}^{\text{max}}}$$

$$\eta = \frac{392}{744}$$

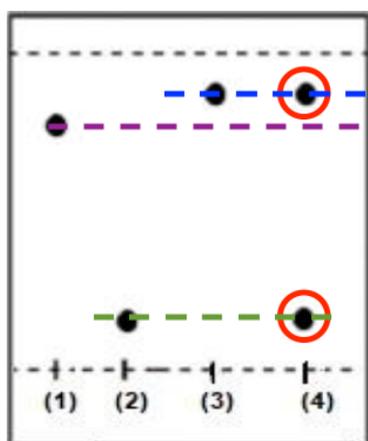
$$\eta = 0,527$$

$$\eta = 52,7 \%$$

Le rendement de cette synthèse est de 52,7 %.

Identification et propriétés du produit obtenu

8.



- (1) 3,5- di-tert-butyl-2 hydroxybenzaldéhyde
- (2) 4-iodoaniline
- (3) DTSIB pur
- (4) Produit de synthèse brut

Le produit de synthèse brut obtenu par synthèse (4) présente deux taches dans la chromatographie sur couche mince.

Une tache est sur le même niveau que la tâche du DTSIB pur (3). Ainsi, il y a du DTSIB dans le produit obtenu par synthèse.

Une tache est sur le même niveau que la tâche du 4-iodoaniline (2). Ainsi, il y a du 4-iodoaniline dans le produit obtenu par synthèse.

Il n'y a pas de tâche sur le même niveau que la tâche du 3,5- di-tert-butyl-2 hydroxybenzaldéhyde (1). Ainsi, il n'y a pas de 3,5- di-tert-butyl-2 hydroxybenzaldéhyde dans le produit obtenu par synthèse.

En conclusion, le produit de synthèse brut obtenu contient du DTSIB et du 4-iodoaniline : il ne contient pas de 3,5- di-tert-butyl-2 hydroxybenzaldéhyde.

9.

Le produit de synthèse brut obtenu contient du DTSIB et du 4-iodoaniline : il ne contient pas de 3,5-di-tert-butyl-2-hydroxybenzaldéhyde. (Voir question 8.)

La réaction est totale (sinon il y aurait encore du 3,5-di-tert-butyl-2-hydroxybenzaldéhyde) et il reste du 4-iodoaniline car il a été ajouté en léger excès.

Ainsi, les résultats de la CCM paraissent en accord avec les conditions expérimentales choisies.

10.

Le produit final DTSIB est peu soluble dans le méthanol, il ne va donc pas se dissoudre avec l'ajout de méthanol.

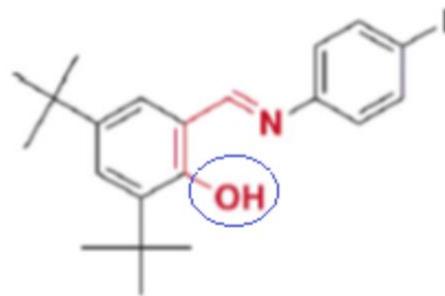
Le 3,5-di-tert-butyl-2-hydroxybenzaldéhyde et de 4-iodoaniline sont solubles dans le méthanol, elles vont donc se dissoudre dans le méthanol.

En filtrant, on récupère le DTSIB sans le 3,5-di-tert-butyl-2-hydroxybenzaldéhyde et le 4-iodoaniline qui sont dissous.

Ainsi, l'utilisation du méthanol comme solvant permettant d'éliminer les éventuelles traces de 3,5-di-tert-butyl-2-hydroxybenzaldéhyde et de 4-iodoaniline présentes dans le produit final.

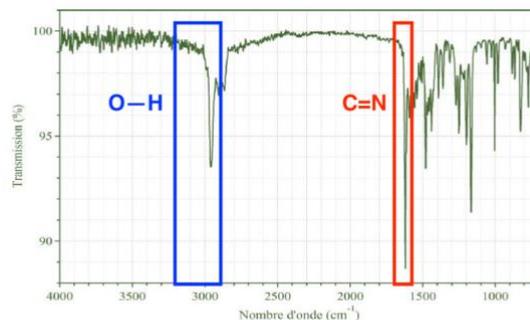
11.

La famille associée au groupe caractéristique entouré sur la molécule DTSIB est la famille des alcools.



12.

Liaison	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Intensité
O-H	2900-3200	forte
N-H amine	3100-3500	moyenne
O-H acide carboxylique	2500-3200	forte à moyenne, large
N-H amine ou amide	1560-1640	forte
C = N imine	1615-1700	forte



D'après la table spectroscopique IR pour la spectroscopie infrarouge, la molécule de DTSIB qui contient une liaison O—H et C=N donne un spectre ayant :

- Une bande forte dont le nombre d'onde est compris entre 2900 et 3200 cm⁻¹ pour la liaison O-H
- Une bande forte dont le nombre d'onde est compris entre 1615 et 1700 cm⁻¹ pour la liaison C=N

Ces bandes caractéristiques sont présentes dans le spectre. Ainsi, le spectre IR peut correspondre à celui de la molécule de DTSIB.

13.

Le DTSIB existe sous deux formes : une forme énol de couleur jaune et une forme cétone de couleur rouge.

Les deux se distinguent avec de la lumière visible (jaune et rouge).

Il faut donc régler le spectrophotomètre dans intervalle des longueurs d'ondes du visible entre 400 nm et 800nm afin de suivre la disparition de la forme cétone.