

BACCALAUREAT TECHNOLOGIQUE - SESSION 2012
SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LABORATOIRE

Spécialité : Chimie de Laboratoire et de Procédés industriels
Epreuve Techniques de laboratoire

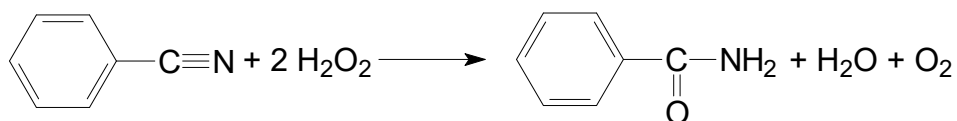
Durée : 4 heures

Coefficient : 7

SUJET N°36

PREPARATION DE LA BENZAMIDE

La benzamide est préparée à partir du benzonitrile, par action de l'eau oxygénée en milieu basique :



I. Données

Benzonitrile	$M = 103,12 \text{ g.mol}^{-1}$; $T_{\text{eb}} = 189 \text{ }^{\circ}\text{C}$; $d = 1,01$ Insoluble dans l'eau. Irritant pour la peau et les yeux. Nocif par ingestion.
Eau oxygénée (peroxyde d'hydrogène)	$M = 34,01 \text{ g.mol}^{-1}$; 10 % en masse ; $d = 1,03$ Provoque des brûlures.
Solution de soude à 10 %	Provoque des brûlures.
Benzamide	$M = 121,14 \text{ g.mol}^{-1}$ Solubilité dans l'eau : 13 g.L^{-1} à température ambiante Nocif en cas d'ingestion.
Acétate d'éthyle (éthanoate d'éthyle)	$T_{\text{eb}} = 77 \text{ }^{\circ}\text{C}$ Liquide très inflammable, effet irritant sur les muqueuses.
Cyclohexane	$T_{\text{eb}} = 81 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Facilement inflammable, irritant pour la peau, très toxique pour les organismes aquatiques. L'inhalation des vapeurs peut provoquer somnolence et vertige.
Acide benzoïque	$T_{\text{fus}} = 122 \text{ }^{\circ}\text{C}$ Solubilité dans l'eau à 20°C : $2,9 \text{ g.L}^{-1}$. $\text{pK}_a (\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH} / \text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-) = 4,2$
Acide acétique (éthanoïque)	$T_{\text{eb}} = 118 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Miscible avec l'eau. Inflammable. Provoque de graves brûlures.

Le produit fabriqué étant irritant, il est préférable de manipuler avec des gants à partir du moment où on extrait le produit du milieu réactionnel (première filtration sur büchner).

II. MODE OPERATOIRE

1. Hydratation du benzonitrile en benzamide

- Dans un ballon bicol de 100 mL, équipé d'un réfrigérant et d'un système d'agitation convenable, introduire 5,0 g de benzonitrile et 30 mL d'une solution d'eau oxygénée à 10 % en masse (concentration exacte précisée par le centre d'examen).
- Ajouter 2 mL de soude à 10 %. Vérifier que le milieu réactionnel est basique. Dans le cas contraire, ajouter de nouveau de la soude.
- Chauffer sous agitation pendant 45 min à l'aide d'un bain-marie à 70 °C.

2. Isolement du produit brut

- Refroidir le milieu réactionnel dans la glace.
- Filtrer le précipité obtenu sur büchner.
- Laver le solide à l'eau jusqu'à neutralité, puis essorer et sécher sur papier filtre. Soit m_0 la masse de produit brut humide obtenu.
- Placer la moitié du solide (masse m_1) à l'étuve à 80 °C jusqu'à masse constante (masse m_1').

3. Purification

Recristalliser l'autre moitié (masse m_2) dans l'eau (noter le volume V d'eau utilisé) puis sécher à l'étuve à 80 °C, à masse constante. Soit m_2' la masse de produit purifié sec obtenu.

4. Contrôles de pureté

- Réaliser une C.C.M. sur gel de silice :
 - déposer sur la plaque :
- benzamide brute en solution à 5 % dans le dichlorométhane (à préparer) ;
- benzamide purifiée en solution à 5 % dans le dichlorométhane (à préparer) ;
- benzamide de référence en solution à 5 % dans le dichlorométhane (fourni) ;
- benzonitrile de référence en solution à 5 % dans le dichlorométhane (fourni) ;
- acide benzoïque de référence en solution à 5 % dans le dichlorométhane (fourni).

L'éluant est un mélange (fourni) de cyclohexane et d'acétate d'éthyle (60 / 40) avec quelques gouttes d'acide acétique et la révélation se fait sous UV à 254 nm.

- Déterminer la température de fusion du produit recristallisé.

III. Compte-rendu

Compléter la feuille de résultats fournie page 5/5

1. Calcul du rendement de la synthèse.

- 1.1. Déterminer les quantités de matière de tous les réactifs introduits ; en déduire la masse théorique m de benzamide attendue en justifiant le calcul.
- 1.2. Donner l'expression littérale puis calculer le rendement en produit brut R_1 .
- 1.3. Donner l'expression littérale puis calculer le rendement de la synthèse R_2 .

2. Questions sur le mode opératoire

- 2.1. En milieu aqueux basique, l'hydrolyse du benzonitrile peut aussi conduire à l'ion benzoate, acide conjugué de l'acide benzoïque. Donner l'équation de cette réaction parasite.
- 2.2. Faire un inventaire de toutes les espèces présentes dans le milieu réactionnel à la fin de la réaction.
- 2.3. Quelle(s) impureté(s) le lavage à l'eau permet-il d'éliminer lors de la première filtration ?

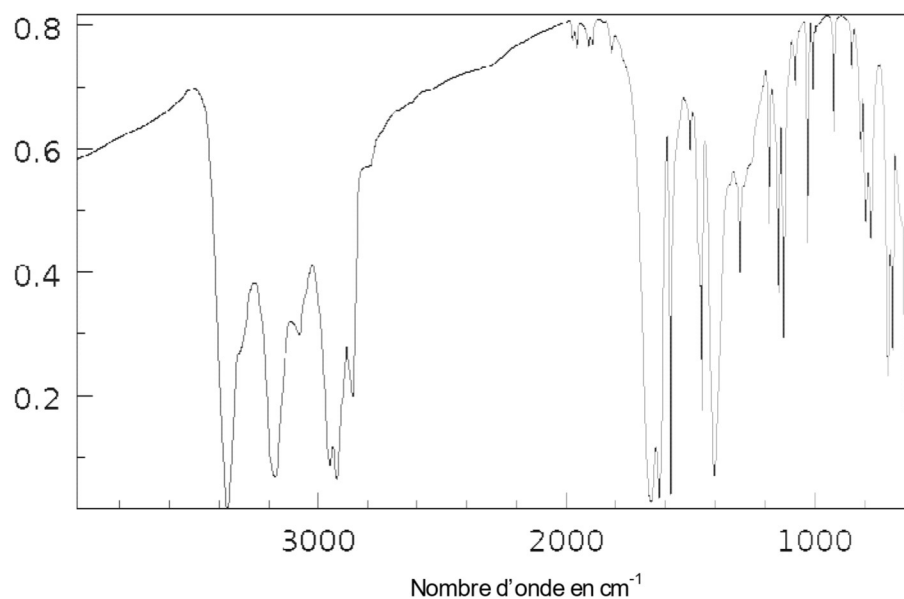
3. Contrôles de pureté.

- 3.1. Interpréter le chromatogramme fourni sur la feuille de résultats (page 5/5).
- 3.2. Calculer les R_f sur le chromatogramme fourni.
- 3.3. En déduire le rôle de la recristallisation.

4. Spectroscopie infrarouge.

Dans les spectres IR fournis (page 4/5), rechercher les bandes dont l'apparition ou la disparition permet d'affirmer que la réaction a bien eu lieu et a donné le produit attendu.

SPECTRE IR DE LA BENZAMIDE



SPECTRE IR DU BENZONITRILE

