

Synthèse de la saccharine 1h

COMPÉTENCES S'approprier, analyser, réaliser, valider.

Il est possible de synthétiser rapidement de la saccharine à partir du 2-aminosulfonylbenzoate de méthyle suivant la transformation donnée dans le **document 1**.

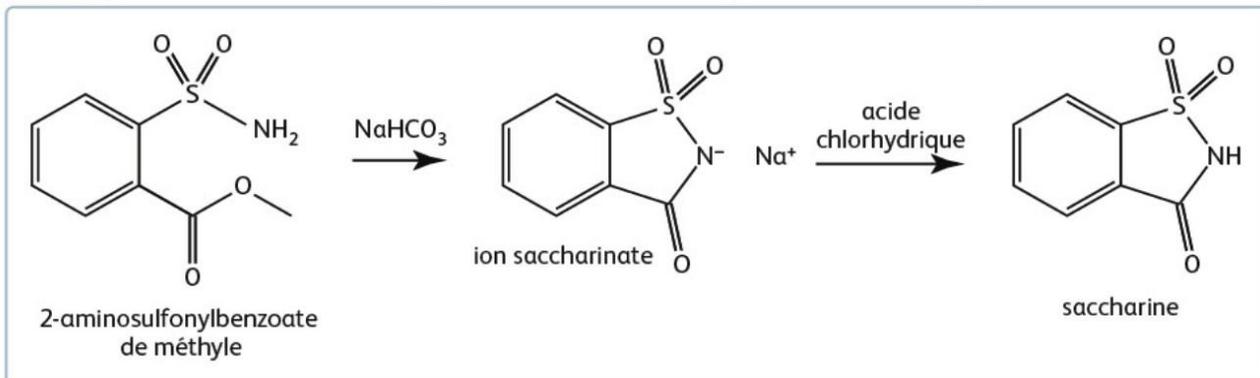
Un protocole de cette synthèse est fourni dans le **document 2**. Les données physico-chimiques des espèces chimiques mises en jeu au cours de la synthèse de la saccharine sont présentées avant les questions.

On réalise cette synthèse en suivant le protocole expérimental du **document 2**. Dans cette synthèse, une mole de 2-aminosulfonylbenzoate de méthyle réagit avec une mole d'hydrogénocarbonate de sodium (NaHCO_3) pour former une mole de saccharine.



La saccharine est un édulcorant intense fréquemment utilisé pour donner un goût sucré aux boissons.

Doc. 1 Synthèse de la saccharine à partir du 2-aminosulfonylbenzoate de méthyle



Doc. 2 Protocole expérimental

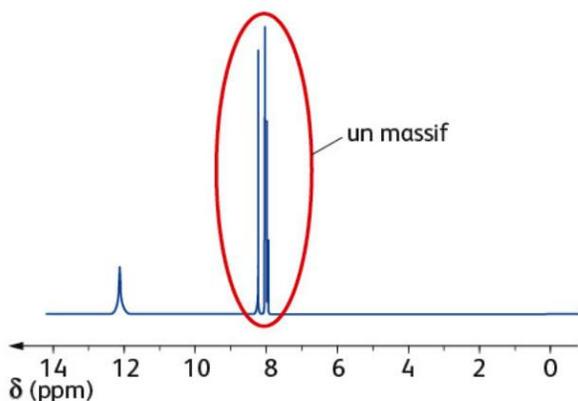
Transformation

1. Dans un ballon tricol de 250 mL, introduire un barreau aimanté.
2. Dans le ballon, verser 3,22 g de 2-aminosulfonylbenzoate de méthyle, 1,51 g d'hydrogénocarbonate de sodium et 50 mL d'eau. Adapter un réfrigérant sur le ballon et mettre sous agitation magnétique.
3. Chauffer à 60 °C jusqu'à dissolution. Poursuivre l'agitation pendant 5 minutes.
4. Cesser le chauffage et laisser refroidir le ballon à température ambiante pendant 5 minutes.
Placer ensuite le ballon dans un mélange eau + glace.

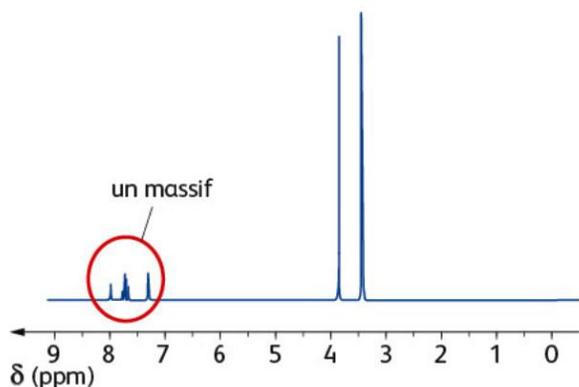
Traitement

5. Verser doucement dans le ballon 25 mL d'acide chlorhydrique à 3 mol · L⁻¹.
6. Placer à nouveau le ballon dans un mélange eau + glace.
7. Essorer sous pression réduite sur Büchner et laver le solide avec 10 mL d'eau distillée.
8. Recristalliser le produit brut dans l'eau.
9. Essorer sous pression réduite sur Büchner ; collecter le solide dans une boîte de Pétri et placer à l'étuve (100 °C).

Doc. 3 Spectres de RMN



➤ Spectre de RMN numéro 1.



➤ Spectre de RMN numéro 2.

DONNÉES

Espèce chimique	Données
2-aminosulfonylbenzoate de méthyle	$M = 215,23 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ Température de fusion : $127 \text{ }^\circ\text{C}$ Très peu soluble dans l'eau à $25 \text{ }^\circ\text{C}$ Soluble dans l'eau à $100 \text{ }^\circ\text{C}$ Soluble dans l'acétone et l'éthanol
saccharine	$M = 183,19 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ Température de fusion : $229 \text{ }^\circ\text{C}$ Solubilité dans l'eau : $3,45 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ à $25 \text{ }^\circ\text{C}$ et $40 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ à $100 \text{ }^\circ\text{C}$
hydrogénocarbonate de sodium NaHCO_3	$M = 84,00 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ Soluble à froid et à chaud dans l'eau
acide chlorhydrique	$M = 36,46 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ Très soluble dans l'eau

Questions

- Calculer la quantité de matière introduite pour chacun des réactifs.
 - Prévoir la masse maximale de saccharine synthétisée (dans le cas d'une réaction totale).
 - La masse de saccharine obtenue (après passage à l'étuve) est de 2,3 g. En déduire le rendement p de cette synthèse.
- Quel est le rôle de l'eau lors de la transformation ?
 - Pourquoi place-t-on le ballon contenant la saccharine dans un bain eau + glace ?
 - Faire un schéma légendé du dispositif de filtration sur Büchner.
 - En quatre lignes maximum, expliquer les étapes de l'opération de recristallisation de la saccharine. Quel est l'intérêt de la recristallisation ?
- Les spectres de RMN de la saccharine synthétisée et du 2-aminosulfonylbenzoate de méthyle sont donnés dans le **document 3**. Identifier celui qui appartient à la saccharine en justifiant. On précise que sur un spectre de RMN, le signal associé à l'ensemble des protons d'un cycle est souvent un massif (signaux très proches qui se chevauchent).
 - Citer deux autres procédés permettant d'identifier le produit synthétisé.