

Partie Comprendre : Lois et modèles

CHAP 09-ACT EXP suivi de la synthèse d'un ester par CCM

Objectifs :

- Mettre en œuvre une démarche expérimentale pour suivre dans le temps une synthèse organique par CCM et en estimer la durée.

1. L'huile essentielle de jasmin

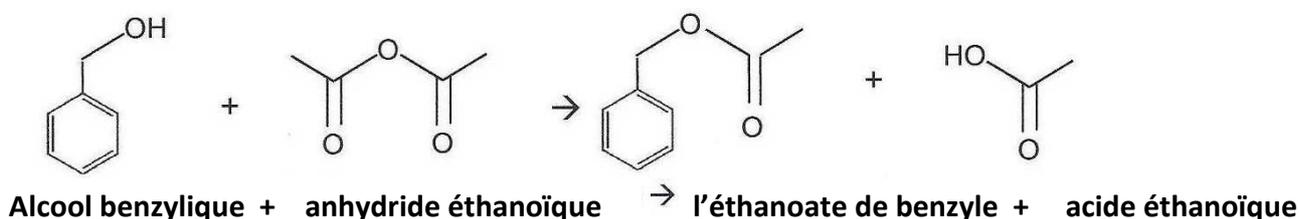
1.1 Présentation

L'huile essentielle de jasmin, utilisée en parfumerie, est obtenue par extraction à partir de fleurs de jasmin. Cette huile contient environ 20 % d'éthanoate de benzyle.

On peut réaliser la synthèse de l'éthanoate de benzyle au laboratoire à l'aide du protocole expérimental fourni.

Objectif : À partir des documents, élaborer un protocole permettant de déterminer la durée au bout de laquelle la réaction est terminée.

Equation de la réaction :



1.2 Données physico-chimiques

Nom	Données	Sécurité
Anhydride éthanoïque	M = 102 g.mol ⁻¹ d = 1,08 T _{éb} = 139°C Soluble dans l'eau et le cyclohexane	
Alcool benzylique	M = 108 g.mol ⁻¹ d = 1,04 T _{éb} = 205°C Soluble dans le cyclohexane	
Éthanoate de benzyle	M = 150 g.mol ⁻¹ d = 1,1 T _{éb} = 212°C Soluble dans le cyclohexane	
Cyclohexane	M = 84 g.mol ⁻¹ d = 0,78 T _{éb} = 81°C Insoluble dans l'eau	

Prendre connaissance du pictogramme relatif à chaque produit et appliquer les consignes de sécurité en conséquence (gants, lunettes de protection, manipulation sous la hotte...)

2. Protocole expérimental

Le suivi temporel de la réaction est effectué par CCM pour s'assurer de la formation de l'éthanoate de benzyle.

2.1. Préparation de la CCM (voir notice en annexe + présentation PWP)

- Préparer quatre plaques pour CCM :
- Tracer une ligne de dépôt à 1,5 cm du bord inférieur. Marquer par une croix les emplacements correspondant aux échantillons à déposer (3 par plaques). Prévoir un espace suffisant entre les croix et les bords de la plaque.
- Repérer au crayon à papier les emplacements A, M et E. de la façon suivante :
A : pour alcool benzylique à 10% dans le cyclohexane; **M** : pour mélange réactionnel; **E** : pour l'ester.

- Préparer **une cuve à chromatographie** avec l'éluant fourni : 1 volume d'éthanoate d'éthyle pour trois volumes de cyclohexane.

1^{ère} plaque : A, M, E, **t = 0 min**

2^{ème} plaque : A, M, E, **t = 10 min**

3^{ème} plaque : A, M, E, **t = 25 min**

4^{ème} plaque : A, M, E, **t = 40 min**

Les dépôts seront réalisés avec des pics en bois et répartis de façon homogène.

Attention :

- Pour A, utiliser une solution diluée d'alcool benzylique, mise à disposition.

- Pour M, faire le prélèvement en prenant à chaque fois une nouvelle pipette en plastique ou plonger directement le pic en bois (prendre un grand) dans le ballon bicol. Lors du prélèvement, ouvrir le **col libre** du bicol puis refermer aussitôt (pour réduire au minimum l'échappement des vapeurs).

Verser l'éluant sur une hauteur de 1 cm puis fermer la cuve à élution avec le couvercle en verre fourni, pour permettre la saturation en vapeur d'éluant dans la cuve.

2.2 Synthèse de l'éthanoate de benzyle

- Sous la hotte, préparer dans un bécher bien sec: **10 mL** d'alcool benzylique + **10 mL** de cyclohexane.

- Toujours sous la hotte, préparer dans une éprouvette propre et sèche, **28 mL** d'anhydride éthanoïque.

- Préparer un bain-marie à $\sim 70^\circ\text{C}$ en remplissant au 1/3 un cristalliseur d'eau chaude posé sur une plaque chauffante. Contrôler la température autour de 70°C à l'aide d'un thermomètre.

- Adapter un réfrigérant à boule au ballon et mettre en route la circulation d'eau puis placer ce dernier dans le bain marie. Introduire un barreau aimanté..

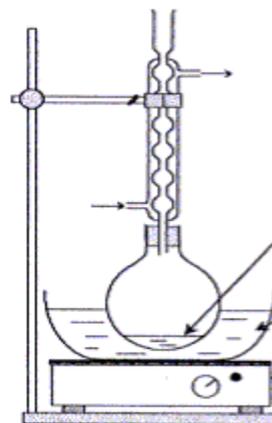
Lorsque la température du bain marie est atteinte.

- Par le col libre du ballon bicol, verser le contenu du bécher et celui de l'éprouvette, mettre en route l'agitation du mélange puis déclencher le chronomètre.

- Réaliser immédiatement un premier prélèvement du milieu réactionnel dans une coupelle à l'aide d'une pipette en plastique propre et sèche.

- Déposer sur la plaque CCM correspondant à $t = 0$, à l'emplacement noté M puis réaliser la CCM.

- Refaire des prélèvements du milieu réactionnel aux dates $t = 10$ min, $t = 25$ min et $t = 40$ min et réaliser les CCM correspondantes



3. Questions

1) Pour quelle raison convient-il de chauffer à reflux le milieu réactionnel lors de cette synthèse organique ?

2) Calculer les quantités de matière des réactifs introduits. En déduire la nature du réactif limitant.

3) Expliquer pourquoi la réaction ne peut pas être suivie par observation directe mais par CCM.

4) Pour quelle raison peut-on considérer que le mélange réactionnel prélevé n'évolue plus après qu'il a été déposé sur la plaque CCM ?

5) Justifier l'intérêt des dépôts A et E sur chacune des plaques.

6) Combien de taches sont visibles sur les chromatogrammes pour chaque dépôt ? Comment interpréter cette évolution ?

7) D'après les chromatogrammes, à partir de quelle date le système réactionnel semble-t-il ne plus évoluer ?

8) En conclusion : Est-il possible d'estimer la durée de la réaction ?

Rappel : utilisation de la masse volumique

$$1 \text{ mL} = 1 \text{ cm}^3$$

$$\text{Masse volumique : } \rho = \frac{m}{V} \quad \rho \text{ en g.cm}^{-3}$$

$$\text{Exemple : masse volumique de l'eau } \rho_{\text{eau}} = 1,00 \text{ g.cm}^{-3} = 1,00 \text{ kg.L}^{-1}$$

$$\text{Densité : } d = \frac{\rho_{\text{espèce}}}{\rho_{\text{eau}}} \quad d \text{ est sans unité}$$

Annexe : réalisation d'un chromatogramme.

1) Préparation de la cuve et de la plaque :

- Si besoin, préparer le mélange de solvants qui constituera l'**éluant**, puis en verser dans la cuve à chromatographie afin d'obtenir une hauteur de liquide d'environ 1 cm.

Attention ! Si la plaque utilisée est une plaque de silice, elle est très fragile. Éviter de la toucher avec les doigts.

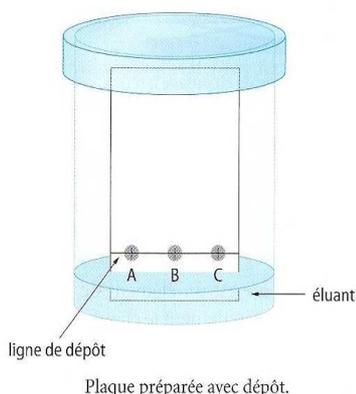
- Tracer au crayon gris, à environ 1,5 cm du bord inférieur de la plaque, un trait qui constitue la ligne de dépôt.
- Placer sur cette ligne des marques, régulièrement espacées, dont le nombre est égal à celui des échantillons à déposer.

2) Dépôt des échantillons :

- À l'aide d'une pointe fine, déposer les échantillons sur leurs marques respectives. La tache de dépôt ne doit pas dépasser 3 mm, et il faut changer de pique pour chaque échantillon.

3) Elution :

- Introduire la plaque verticalement dans la cuve : la ligne de dépôt doit être au-dessus du niveau du solvant. Boucher la cuve.



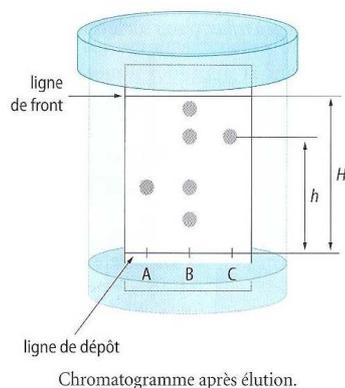
- Le solvant contenu dans la cuve monte le long de la plaque : c'est l'étape d'**élution**. Attendre que l'éluant arrive à environ 1 cm du haut de la plaque, puis retirer la plaque et repérer par un trait la hauteur maximale atteinte par l'éluant (c'est la **ligne de front**). Sécher la plaque (à l'aide d'un sèche-cheveux par exemple).

4) Révélation du chromatogramme :

- Dans le cas de composés colorés, le **chromatogramme** est directement exploitable.
- Pour les produits incolores, il est nécessaire de faire apparaître les taches : c'est l'étape de **révélation**. On peut pour cela utiliser une lampe à ultraviolet, des vapeurs de diiode ou une solution de permanganate de potassium.

Attention ! Ne pas regarder directement la lumière d'une lampe à ultraviolet.

- Entourer chaque tache au crayon.



5) Exploitation du chromatogramme :

- Mesurer la hauteur parcourue par le solvant entre les deux traits repérés sur la plaque. On la note H .
- Mesurer la hauteur parcourue par une tache, entre la ligne de dépôt et sa hauteur finale. On la note h .

- Le **rapport frontal** R de ce composé peut être calculé par la formule $R = \frac{h}{H}$.