

ÉNONCÉ ET ÉVALUATION

NOM :	Prénom :
-------	----------

CONTEXTE DU SUJET

Ce TP a pour objectif de proposer une mise en œuvre d'un montage d'un reflux afin de synthétiser une espèce chimique organique, de l'isoler, la purifier et l'analyser.

Le choix se porte sur la synthèse d'un composé solide et celle d'un composé liquide pour diversifier les techniques d'isolement, de purification et d'analyse (ester et savon, par exemple).

**Synthèse d'un ester présent dans l'huile essentielle de jasmin :
l'éthanoate de benzyle(ou acétate de benzyle)**

L'éthanoate de benzyle est une molécule présente dans l'arôme de jasmin. On l'utilise également pour créer des arômes artificiels de pomme ou de poire. Pour optimiser la synthèse industrielle de cette molécule (afin de faire des économie d'énergie), on doit estimer la durée de la réaction.



Objectifs:

- Réaliser une réaction d'estérification qui est celle que l'on réalise lors de la synthèse des polyesters.
- Suivre un protocole de synthèse en respectant les consignes de sécurité.
- Caractériser l'espèce chimique synthétisée par son odeur et une Chromatographie sur Couche Mince (CCM).
- Avoir quelques connaissances sur les valeurs d'exposition pour les produits chimiques.

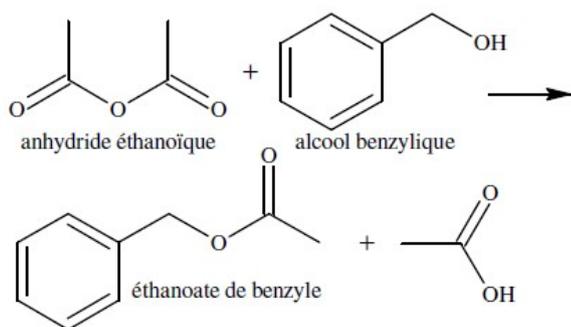
Les réactions d'estérifications sont utilisées dans la fabrication des polymères, soit:

- pour synthétiser des polyesters qui sont biodégradables car la réaction inverse est réalisable
- pour engendrer des ponts (réticulations) entre des chaînes de polymères et donc changer leurs propriétés(utilisés dans le domaine alimentaire car peu de toxicité)

Espèce chimique	Masse molaire (g/mol)	Densité à 20°C	Solubilité dans l'eau	Solubilité dans l'eau salée	Température d'ébullition
Acide éthanoïque	60	1,05	infinie	infinie	118°C
Alcool benzylique	108	1,05	40 g/L	< 40 g/L	205°C
Eau salée	-	1,1	-	-	-
Ethanoate de benzyle	150	1,06	Très faible	Plus faible que dans l'eau	215°C

1. Equation de la réaction d'estérification (5 minutes conseillées)

On peut utiliser l'anhydride éthanoïque pour synthétiser cet ester :



Proposer une équation de la réaction d'estérification si on remplace l'anhydride par l'acide éthanoïque

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

2. Manipulation du montage à reflux (40 minutes conseillées)

A réaliser sous la hotte avec des gants et des lunettes

Dans un ballon posé sur un valet, introduire dans l'ordre avec précautions:

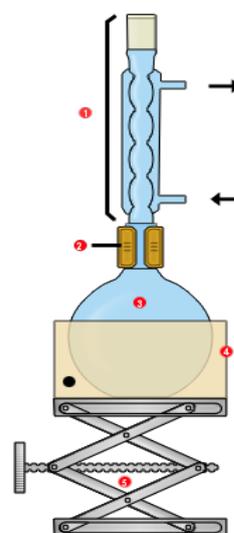
- 15 mL d'acide éthanoïque(acétique) à l'aide d'une éprouvette graduée de 25 mL (ou dispensette)
- 12 mL d'alcool benzylique à l'aide d'une pipette graduée et d'une propipette (ou d'une dispensette)
- Doucement, 0,5 mL d'acide sulfurique concentré (catalyseur) soit 10 gouttes.
- quelques grains de pierre ponce(ou billes de verre)

Retourner, avec la plus grande prudence, à votre poste de travail et fixer immédiatement le ballon sur le montage à reflux.

Fixer le ballon à l'aide d'une pince. Adapter le réfrigérant à eau vertical au ballon et placer l'ensemble dans le chauffe-ballon. Mettre en route, avec précautions, la circulation d'eau dans le réfrigérant (débit modéré). Chauffer le mélange réactionnel à ébullition douce (reflux de 1 à 2 gouttes par seconde) pendant 30 minutes environ.

Au bout de 30 min, en maintenant la circulation d'eau dans le réfrigérant, éteindre le chauffage. Enlever le chauffe-ballon et le remplacer par un valet posé sur le support élévateur. Laisser tiédir vers 30°C le mélange réactionnel.

Introduire 50 mL environ d'une solution saturée de chlorure de sodium par le haut du réfrigérant, agiter 1 min



Annoter le schéma du montage à reflux. Indiquer le sens de circulation de l'eau dans le réfrigérant.

Quel est le rôle de l'acide sulfurique?

.....
.....

Quel est le rôle de la pierre ponce?

.....
.....

Quel est l'intérêt du chauffage à reflux?

.....
.....

Pourquoi le condenseur est-il ouvert à son extrémité?

.....
.....

Le mélange obtenu contient deux phases: une phase organique et une phase aqueuse. Donner la composition prévisible de chaque phase:

.....
.....

APPEL FACULTATIF		
	Appeler le professeur pour lui présenter le protocole ou en cas de difficulté	

3. Manipulation : isolement et purification (30 minutes conseillées)

1. Transvaser le contenu du ballon dans l'ampoule à décanter (sans les pierres poncees).

2. Ajouter doucement dans l'ampoule à décanter, environ 50 mL de solution (Na^+ ; HCO_3^-) à 1 mol.L^{-1}
Un dégagement important de CO_2 se produit. Quand il est très atténué, boucher l'ampoule, la retourner et ouvrir le robinet pour permettre au gaz de se dégager. Agiter doucement l'ampoule pour favoriser le lavage de la phase organique en «dégazant» régulièrement. Quand le dégagement gazeux cesse, replacer l'ampoule sur son support, la déboucher et laisser décanter.

3. Recueillir la phase organique dans un bécher, ajouter 2 ou 3 spatules de sulfate de magnésium anhydre. Agiter.

4. Peser un petit erlenmeyer sec.

Transvaser dans cet erlenmeyer (avec filtration si nécessaire), la phase organique et effectuer une deuxième pesée. En déduire la masse d'ester obtenu: mester=..... en supposant que l'ester est le seul constituant de la phase organique.

BACCALAURÉAT GENERAL SCIENTIFIQUE

Épreuve Pratique de CHIMIE Évaluation des Compétences Expérimentales

TP CH07 Synthèse d'une espèce chimique organique

MATERIEL

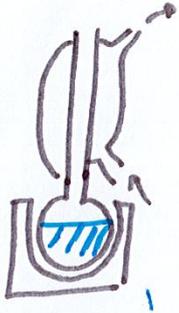
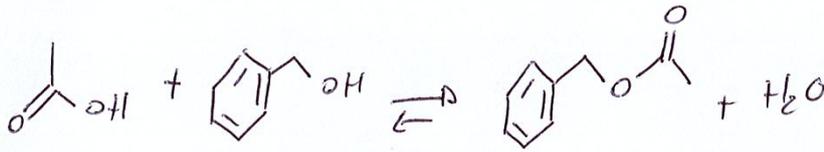
BUREAU:

- acide éthanoïque + 1 bécher 200 mL marqué
- alcool benzylique + 1 bécher 200 mL marqué
- H₂SO₄ concentré + 1 compte-goutte
- Cyclohexane + bécher 100 mL marqué
- Ethanoate d'éthyle + bécher 100 mL marqué
- Pierre ponce
- Gants et lunettes
- 2 L de solution de NaCl saturée
- 2 L de solution d'hydrogénocarbonate de sodium 1 mol.L⁻¹
- MgSO₄ anhydre + 1 spatule
- Une balance au dg
- 2 béchers hauts contenant solution permanganate de potassium 10⁻³mol.L⁻¹
- pics en bois avec étiquettes: A, B et C
- 3 verres de montre, si possible notés A, B et C
- plaques de chromato (environ 4 cm x 9 cm)
- les sèche-cheveux
- poubelle solvants
- lunettes de protection

ELEVES:

- montage à reflux avec un ballon de 100 mL
- ampoule à décanter + support
- 2 éprouvettes: 10 mL + 25 mL
- un petit erlen sec (prévoir un pour groupe 1 et un autre pour le groupe 2)
- 1 bécher 100 mL (prévoir un pour groupe 1 et un autre pour le groupe 2)
- 1 bécher 150 mL
- un bocal pour chromatographie

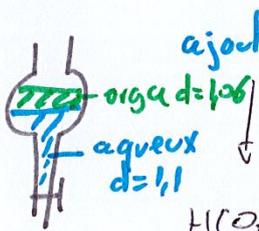
TP Synthèse de l'éthanoate de benzyle



- 15 ml acide éthanoïque
- 12 ml alcool
- 0,5 ml H₂SO₄ conc
- 8 grains pierre ponce
- 30 min, ajout 50 ml eau

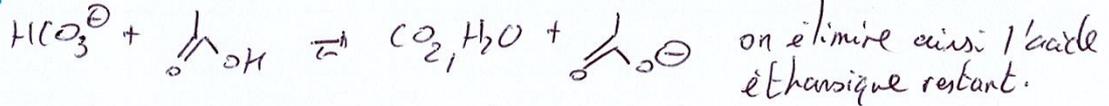
Acide sulfurique: c'est un catalyseur, il accélère la réaction sans modifier l'E.F.

Pierre ponce: règle l'ébullition
chauffage à reflux: pas de pertes de réactifs, produits
condenseur ouvert: pas de surpression
 phase organique: éthanoate d'éthyle
 phase aqueuse: Alcool, Acide éthanoïque, eau
écumaloë: permet de récupérer le produit. L'éthanoate d'éthyle est moins soluble en écumaloë; le produit est ainsi mieux séparé de la phase aqueuse



ajout de HCO₃⁻

écumaloë: permet de récupérer le produit. L'éthanoate d'éthyle est moins soluble en écumaloë; le produit est ainsi mieux séparé de la phase aqueuse



sulfate de magnésium MgSO₄: dessécher la phase organique, il permet d'éliminer les traces d'écumaloë dans la phase organique

rendement 100%: recherchons le réactif limitant:

$$\left. \begin{aligned} \frac{n_0(\text{Acide})}{1} &= \frac{pV}{M} = \frac{1,05 \times 15 \text{ ml}}{60} = 0,2625 \text{ mol} \\ \frac{n_0(\text{Alcool})}{1} &= \frac{pV}{M} = \frac{1,25 \times 12 \text{ ml}}{108} = 0,117 \text{ mol} \end{aligned} \right\} \frac{n_0(\text{Acide})}{1} > \frac{n_0(\text{Alcool})}{1} = x_{\text{max}}$$

L'alcool est limitant donc $x_{\text{max}} = 0,117 \text{ mol}$

	Acide	Alcool	⇌	Ester	Eau
E.I.	0,2625	0,117		0	0
E.F. max	0,2625 - 0,117 = 0,1455	0,117 - 0,117 = 0		0,117	0,117

A l'état final maximal: $n(\text{ester}) = x_{\text{max}} = 0,117 \text{ mol}$

soit $m(\text{ester}) = n(\text{ester}) \times M(\text{ester}) = 0,117 \times 150 = \underline{\underline{17,55 \text{ g}}}$

BACCALAURÉAT GENERAL SCIENTIFIQUE

Épreuve Pratique de CHIMIE Évaluation des Compétences Expérimentales

TP CH07 Synthèse d'une espèce chimique organique : le savon

ÉNONCÉ ET ÉVALUATION

NOM :

Prénom :

CONTEXTE DU SUJET

Ce TP a pour objectif de proposer une synthèse d'un composé solide (savon par exemple).

Objectifs:

- Etudier puis réaliser expérimentalement une saponification Suivre un protocole de synthèse en respectant les consignes de sécurité.
- Tester, compléter, expliquer et justifier un protocole
- Avoir une attitude exemplaire au niveau de la sécurité lors des manipulations

Situation : Un élève veut réaliser le protocole ci-dessous de fabrication d'un savon en tube à essais...

Problème : A la lecture notamment de ce protocole et de ses différentes étapes, aidez-le à préciser quelles sont les conditions de sécurité à respecter et quelles précautions il faut prendre.

1. Protocole (45 minutes conseillées)

Après validation des conditions de sécurité pour chaque étape par le professeur : Réalisez l'expérience

- o Comprenez-vous à quoi sert l'éthanol ? Comment tester simplement si c'est vraiment du savon ?

Étape 1 :

Dans le fond d'un tube à essais, introduire 10 pastilles ou paillettes de soude solide.

Recouvrir juste d'eau distillée afin qu'elles soient submergées.

Notez le volume qualitativement (V)

Agiter afin de faciliter la dissolution

– attention, la solution s'échauffe

– la solution se trouble, ceci étant dû à la présence d'impuretés insolubles, du carbonate de sodium recouvrant les pastilles de soude contenues dans le pot...ce n'est pas grave.

Étape 2 :

Introduire proprement dans le tube à essais et sans mélanger un **volume double (2V)** d'huile d'olive.

L'huile d'olive moins dense ne se mélange pas avec la solution aqueuse de soude. Il n'y a pas de réaction.

Etape 3 :

Sans remuer le tube, et sans mélanger, introduire délicatement dans le tube à essais un volume d'éthanol égal au **volume noté qualitativement de la solution de soude (V)** Observer les trois belles phases superposables.

Etape 4 :

Boucher avec un bouchon adapté au tube à essais et remuer « violemment » en mélangeant les 3 phases.

- Les 3 phases s'homogénéisent rapidement
- La réaction chimique donne lieu à la formation d'un solide : le savon !!!

Etape 5 : la plus belle

On veut extraire le savon

Déboucher rapidement le tube à essais.

Approcher doucement le fond du tube d'une plaque chauffante électrique.

Les vapeurs d'éthanol qui vont se former vont pousser le savon à l'extérieur du tube.

Récupérer le morceau dans une coupelle, modelez le en utilisant les gants.

2. Compte rendu (45 minutes conseillées)

La feuille de recherche sera jointe au compte rendu. Celui-ci devra préciser :

- Comment réaliser la synthèse d'un savon en laboratoire avec les conditions de sécurité associées
- Les tâches 1 à 5 complétées
- Vous préciserez par un nom et une équation l'étape de l'ajout d'eau salée aboutissant à la précipitation du savon (carboxylate de sodium)
- Le calcul du rendement

Partie 2 :

- La manipulation en tube à essais peut prendre moins d'1 heure, les étudiants ayant travaillé en amont et sachant ce qu'ils vont réaliser peuvent lancer la saponification directement aussi.

Respect des consignes de sécurité par rapport à l'hydroxyde de sodium en pastille



3 phases superposables



Respect des consignes de sécurité par rapport à la sortie du savon : sous hotte – inclinaison du tube à essais

La réflexion sur l'éthanol et son rôle « d'entremetteur » entre phase huileuse et phase aqueuse est intéressante à avoir avec les étudiants... : il faut bien que les réactifs puissent « mieux » se rencontrer.

Pour la synthèse, le fait d'avoir fait travailler les étudiants a permis de constater une diminution des questions relatives au montage à reflux, l'entrée et la sortie d'eau, les pierres ponce ... notions toujours importantes (et trop souvent à rappelées) pour ces étudiants scientifiques : les étudiants savent donc où ils vont.

Comme pour un TP précédent concernant l'acide benzoïque, l'étudiant pourra revenir au laboratoire récupérer le savon sec après séchage à l'étuve afin de calculer le rendement de sa synthèse, le travail étant rendu la semaine suivante.

Le Compte rendu permet à l'étudiant de repréciser les conditions opératoires de la saponification et notamment le relargage (Une explication que l'on peut trouver dans la littérature, et qu'en ajoutant des ions sodium, on déplace l'équilibre

$R-COONa_{(s)} = R-COO^{-}_{(aq)} + Na^{+}_{(aq)}$ dans le sens de la formation du carboxylate de sodium (savon) $R-COONa_{(s)}$

La notion de rendement est aussi à préciser : le rendement d'une réaction est le rapport de la masse de produit obtenu par la masse de produit que l'on obtiendrait si la réaction était totale, ce qui nécessite l'écriture de l'équation chimique correctement ajustée... ce qui n'est pas facile pour l'étudiant.