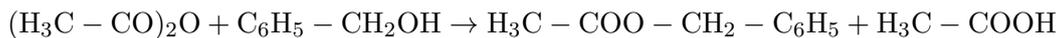


TP de chimie n° 7
Suivi d'une réaction lente



Les esters sont des molécules responsables du goût et de l'odeur agréable de nombreux fruits et fleurs. L'extraction et la séparation étant des opérations coûteuses et complexes, leur synthèse est une alternative utilisée en parfumerie ou dans l'industrie agroalimentaire.

On se propose de synthétiser l'éthanoate de benzyle, ester majoritairement présent dans le parfum du jasmin (figure 1), et d'effectuer un suivi temporel de la réaction par CCM pour s'assurer de sa formation.



FIG. 1 – L'odeur de jasmin résulte de la combinaison de 250 espèces chimiques.

- Introduire, dans un ballon bicol bien sec, 15 mL d'anhydride acétique et 12 mL d'alcool benzylique mesurés à l'éprouvette graduée. Ajouter quelques grains de pierre ponce.
- Adapter le réfrigérant à eau au ballon, puis placer ce dernier dans le chauffe-ballon. Boucher le second col du ballon et mettre en route la circulation d'eau, puis chauffer le mélange à ébullition douce pendant 30 minutes environ (figure 2).

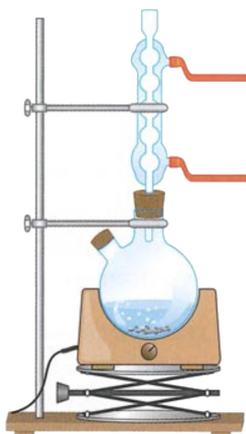


FIG. 2 – Montage à reflux avec ballon bicol.

a. Pour quelle raison convient-il de chauffer le milieu réactionnel lors de cette synthèse organique ?

b. Pourquoi ne peut-on pas catalyser cette réaction avec une solution aqueuse d'acide sulfurique concentré ?

- Pour suivre la formation de l'éthanoate de benzyle, on réalise, à l'aide d'un capillaire, cinq prélèvements du milieu réactionnel aux dates :
 - $t_1 = 10$ min ;
 - $t_2 = 15$ min ;
 - $t_3 = 20$ min ;
 - $t_4 = 25$ min ;
 - $t_5 = 30$ min.
- Préparer une solution R, obtenue en dissolvant 1 goutte d'alcool benzylique dans 2 mL de cyclohexane, puis une solution P, obtenue en dissolvant 1 goutte d'éthanoate de benzyle dans 2 mL de cyclohexane.
- À l'aide d'un capillaire, déposer une goutte des solutions R et P sur deux plaques pour CCM.
- Répartir sur ces plaques les prélèvements effectués en n'en déposant qu'une goutte à l'aide d'un capillaire long.
- Réaliser la chromatographie sur couche mince. L'éluant retenu est un mélange de cyclohexane (10 volumes) et d'éthanoate d'éthyle (1 volume). Révéler le chromatogramme à la lampe UV.

c. Comment se nomme le produit formé en plus de l'éthanoate de benzyle ? Apparaît-il sur le chromatogramme ?

d. Calculer les quantités de matière de réactifs introduits. En déduire la nature du réactif limitant.

e. Justifier l'intérêt des dépôts R et P sur la plaque à chromatographie.

f. À l'aide du chromatogramme, discuter de l'évolution temporelle du milieu réactionnel.

g. Le chromatogramme à la date t_5 est-il en accord avec la réponse à la question d ?

h. Pour conclure : D'après le chromatogramme, à partir de quelle date peut-on considérer que l'état final du système chimique est atteint ?

Espèce chimique	Anhydride acétique	Alcool benzylique
Formule	$(\text{H}_3\text{C} - \text{CO})_2\text{O}$	$\text{C}_6\text{H}_5 - \text{CH}_2\text{OH}$
Masse volumique	$1,08 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$	$1,04 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$

Grille TPC 7

- Schéma légendé montage à reflux
- Principe et utilité du montage à reflux
- Calculs des quantités de matière
- Identification des espèces par comparaison
- Analyse critique du chromatogramme
- Synthèse des résultats obtenus : t_3

Note

.../6