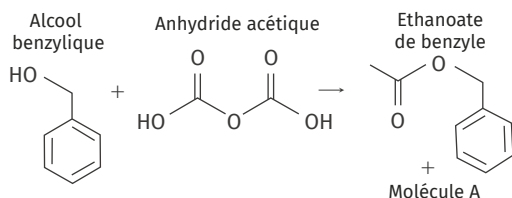


## 8 Durée de synthèse

Pour des raisons économiques, il est plus aisé de synthétiser l'éthanoate de benzyle, ester responsable de l'odeur de jasmin, que de l'extraire.

→ Déterminer la durée minimale de la synthèse à mettre en œuvre afin d'économiser les coûts énergétiques.

### Doc. 1 Protocole de synthèse



On veillera à utiliser une verrerie sèche, l'anhydride éthanoïque réagissant violemment avec l'eau.

- Dans un tube à essai sec, verser 3,0 mL d'alcool benzylique (réactif limitant).
- Ajouter 6,0 mL d'anhydride éthanoïque.
- Déclencher le chronomètre.
- Mettre le réfrigérant à air sur le tube à essai contenant le mélange réactionnel.
- Chauffer le mélange réactionnel à une température de 80 °C.

### Doc. 4 Matériel nécessaire

- |   |   |
|---|---|
| • Flacon d'anhydride éthanoïque sous hotte            | • Deux éprouvettes graduées de 10 mL        |
| • Flacon d'alcool benzylique sous hotte               | • Trois béchers de 100 mL                   |
| • Flacon d'éthanoate de benzyle commercial sous hotte | • Tube à essai muni d'un réfrigérant à air  |
| • Cuve à chromatographie et plaque à chromatographie  | • Porte-tubes                               |
| • Éluant sous hotte                                   | • Bain thermostaté                          |
| • Deux pipettes graduées de 5,0 mL                    | • Chronomètre                               |
| • Propipette  | • Cristalliseur, rempli d'eau et de glaçons |
| • Quatre pipettes Pasteur                             | • Pince                                     |
|   | • Lampe à UV                                |
|   | • Gants et lunettes de protection           |

### Doc. 2 Trempe thermique

La trempe thermique consiste à refroidir rapidement le système réactionnel et donc à ralentir fortement son évolution. Elle est réalisée à l'aide d'un bain de glace dans lequel on plonge le récipient contenant le mélange réactionnel au moment opportun.

Pour un suivi cinétique d'une transformation chimique, on prélève un extrait du mélange réactionnel à différentes dates. Chaque extrait est placé immédiatement dans un tube à essai plongé dans un bain de glace.

### Doc. 3 Chromatographie sur couche mince

La chromatographie sur couche mince est une technique de séparation d'espèces chimiques constituant un mélange homogène permettant ensuite de les identifier.

Par comparaison avec des solutions commerciales, l'identification est possible. Pour la préparation de cet échantillon, une goutte de la solution commerciale est versée dans environ 2 mL d'éluant.

Lorsque les espèces chimiques, à étudier, sont incolores, il peut être nécessaire d'utiliser un révélateur. Une lampe UV peut permettre la révélation des taches sur le chromatogramme obtenu.

#### Données

	Masse molaire $M$ ( $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ )	Densité	Révélation aux UV	Sécurité
Alcool benzylique	108	1,05	Oui	
Anhydride éthanoïque	102	1,08	Non	
Éthanoate de benzyle	150	1,04	Oui	
Molécule A	60	1,08	Non	



## 1 Appropriation du protocole (15 minutes conseillées)

1. Avant de réaliser le protocole, faire un schéma légendé du montage à mettre en place lors de cette synthèse.
2. Préciser le nom du montage que l'on aurait éventuellement pu utiliser si les quantités de matière avaient été plus importantes.

**Appel n° 1** Appeler le professeur pour lui présenter le protocole et le schéma.

## 2 Mise en œuvre du protocole (30 minutes conseillées)

3. Mettre en œuvre le protocole précisé précédemment. Par contrainte de temps, la trempage thermique devra être effectuée au bout d'une durée de 20 min environ.
4. Durant la synthèse, identifier la molécule A évoquée dans le **doc. 1**.
5. Préparer la plaque à chromatographie en traçant au crayon à papier la ligne de dépôt.

**Appel n° 2** Appeler le professeur pour le suivi du protocole au bout de 15 min environ.

6. Faire la trempage thermique du mélange réactionnel.
7. Réaliser la chromatographie sur couche mince du mélange réactionnel.

**Appel n° 3** Appeler le professeur pour la réalisation de la chromatographie sur couche mince, ou en cas de difficulté.

## 3 Détermination de la durée optimale (15 minutes conseillées)

8. Identifier les espèces chimiques présentes dans le mélange réactionnel à l'aide du chromatogramme obtenu.
9. En déduire si la durée de la réaction choisie est optimale. Argumenter.
10. Proposer d'éventuelles techniques expérimentales visant à optimiser cette synthèse.

*Défaire le montage et ranger la paillasse.*

**Se préparer  
aux ECE**

Rédiger un résumé concernant les étapes suivantes :

- la réalisation d'un montage de chauffage à reflux avec un réfrigérant à air ;
- la réalisation et l'interprétation d'une chromatographie sur couche mince ;
- la schématisation propre d'un montage ;
- le nettoyage et le rangement du matériel après utilisation.