



Suivi Cinétique

L'huile essentielle de Jasmin, très couramment utilisée en parfumerie, est obtenue par extraction à l'aide de solvants volatils des fleurs de Jasmin. Cette huile contient de l'éthanoate de benzyle ou acétate de benzyle (environ 20% de l'huile essentielle absolue de Jasmin).

Un élève a trouvé un protocole pour synthétiser l'éthanoate de benzyle (document n°1) par une transformation totale... Par contre, aucune valeur n'est indiquée pour la durée de la transformation.

Votre travail consiste à mettre en place un protocole permettant d'évaluer expérimentalement lors de sa synthèse, l'instant à partir duquel la transformation est terminée afin d'aider cet étudiant.

Document n°1 : Protocole de synthèse de l'éthanoate de benzyle.

- Dans un ballon bicol de 100 mL, introduire 15 mL de cyclohexane (qui joue le rôle de solvant), 10,8 g d'alcool benzylique et 30 g d'anhydride éthanoïque et quelques grains de pierre ponce.

- Chauffer à reflux.

- Réaction : anhydride éthanoïque + alcool benzylique → acide éthanoïque + éthanoate de benzyle

Document n°2 : Réalisation d'une CCM

- Phase stationnaire: gel de silice

- Éluant: mélange éthanoate d'éthyle/cyclohexane (1 / 3)

- Révélation: UV

- Solvant: cyclohexane

Document n°3: Données concernant les espèces chimiques mises en jeu

| | | | |
|----------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------|
| Anhydride éthanoïque | M = 102 g.mol ⁻¹ d = 1,08 T _{eb} = 139°C soluble dans l'eau et le cyclohexane |    | R10-20/22-34 S26-36/37/39-45 |
| Alcool benzylique | M = 108 g.mol ⁻¹ d = 1,04 T _{eb} = 205°C soluble dans le cyclohexane |  | R20/22 S26 |
| Éthanoate de benzyle | M = 150 g.mol ⁻¹ d = 1,1 T _{eb} = 212°C soluble dans le cyclohexane |  | R36/37/38 S36 |
| Cyclohexane | M = 84 g.mol ⁻¹ d = 0,78 T _{eb} = 81°C insoluble dans l'eau |     | R11-38-50/53-65-67 S9-16-25-33-60-61-62 |
| Éthanoate d'éthyle | M = 88 g.mol ⁻¹ d = 0,92 T _{eb} = 77°C insoluble dans l'eau soluble dans le cyclohexane |   | R11-36-66-67 S16-26-33 |

Consignes :

Étape 1 :

Schématiser le montage du chauffage à reflux.

Étape 2 :

D'après l'équation de la réaction de synthèse de l'éthanoate de benzyle

Indiquer la nature des espèces chimiques présentes dans le ballon bicol :

- dans l'état initial du système
- dans un état intermédiaire du système ; c'est à dire en cours de transformation
- dans l'état final du système

Comment savoir si la réaction est terminée ?

Étape 3 :

Proposer un protocole expérimental pour suivre dans le temps la synthèse de l'éthanoate de benzyle par CCM.

Préciser les conditions de sécurité à respecter

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------|
| APPEL N°1  | Appeler le professeur pour lui présenter le protocole envisagé ou en cas de difficulté |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------|

Étape 4 :

Réaliser la synthèse de l'éthanoate de benzyle et en estimer la durée en mettant en oeuvre la démarche expérimentale proposée à l'étape 2.

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|
| APPEL N°2  | Appeler le professeur pour lui présenter vos conclusions |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|

Étape 5 :

Indiquer les groupes caractéristiques présents dans les réactifs et les produits intervenant dans cette synthèse.

Quelle autre méthode aurait-on pu utiliser pour déterminer si la réaction était terminée?

Fiche professeur

| Compétence | Capacité expérimentale mise en jeu | Niveau validé | | | |
|--------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|---|---|---|
| | | A | B | C | D |
| Analyser | Proposer un protocole expérimental | | | | |
| Réaliser | Réaliser un dispositif expérimental utilisant un chauffage à reflux Utiliser de manière adaptée le matériel mis à disposition | | | | |
| S'approprier | Schématiser un dispositif expérimental Reconnaitre le matériel utilisé | | | | |
| Communiquer | Commenter le résultat obtenu de façon critique | | | | |

Evaluation de la compétence REALISER: (coef 3)

- *suivre un protocole et **utiliser de manière adaptée le matériel à disposition***

- réaliser correctement un montage de chauffage à reflux
 - utiliser correctement le montage de chauffage à reflux
 - manipuler correctement une plaque CCM (faire des dépôts de petites tailles correctement placés, déposer correctement la plaque dans la cuve; surveiller l'élution et repérer le front de l'éluant)
 - révéler à l'aide d'une lampe UV la plaque CCM en repérant les taches
- *respecter les règles de sécurité* (lecture d'étiquettes, comportement et protection personnelle adaptés)

Evaluation de la compétence ANALYSER: *concevoir un protocole expérimental.* (coef 2)

- Description de la réaction et des espèces chimiques présentes au cours du temps
- suivi par ccm proposé :
- * Avec nature des échantillons déposés sur la plaque et dates de dépôts
- * description de la technique de dépôt des échantillons sur la plaque CCM
- * la mise en place de la plaque dans la cuve
- * élution jusqu'à 1 cm du bord supérieur
- * retrait de la plaque avec pince et repérage du front de l'éluant
- * révélation sous UV.

Evaluation de la compétence S'APPROPRIER: (coef 1)

- rechercher, extraire et organiser l'information en lien avec une situation :
 - schématiser le montage de chauffage à reflux avant la réalisation
 - noter l'intérêt du ballon bicol
 - préparation de la cuve à chromatographie et des plaques pour l'analyse future

Compétence communiquer non évaluée