

Term S - TP : suivi d'une transformation lente par CCM

Objectifs : * Réaliser la synthèse d'un ester.

*Utiliser une chromatographie sur couche sur mince CCM pour suivre l'évolution d'une réaction.

I) Principe

L'odeur du jasmin résulte de la combinaison de 250 espèces chimiques. 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 de jasmin, et d'effectuer un suivi temporel de la réaction par CCM pour s'assurer de sa formation et estimer la durée de la réaction.

II) Mise en œuvre au laboratoire

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

Verser dans un ballon bien sec, 15 mL d'anhydride acétique, 12 mL d'alcool benzylique et 10 mL de cyclohexane (solvant) mesurés à l'éprouvette graduée. Ajouter des grains de pierre ponce. Adapter le réfrigérant à eau sur ballon, puis placer ce dernier dans le chauffe-ballon. Mettre en route la circulation d'eau (en réfléchissant au sens des branchements), puis chauffer le mélange à ébullition douce pendant 50 minutes environ.

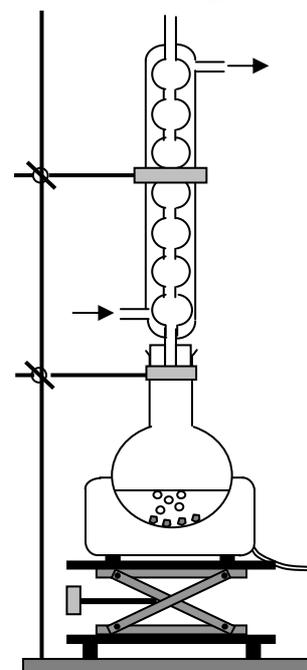
a) Pour quelle raison faut-il chauffer à reflux le milieu réactionnel lors de cette synthèse ?

b) Quel est le rôle de la pierre ponce ?

Pour suivre la formation de l'éthanoate de benzyle, on effectue cinq prélèvements dans le milieu réactionnel aux dates $t_1 = 1 \text{ min}$, $t_2 = 5 \text{ min}$, $t_3 = 15 \text{ min}$, $t_4 = 30 \text{ min}$ et $t_5 = 45 \text{ min}$; par le haut du réfrigérant à l'aide d'une pipette simple, rallongée d'un morceau de tuyau et surmontée d'un pipeteur. Chaque prélèvement est placé dans un tube à essai plongé dans l'eau glacée.

c) Quel est l'intérêt de placer les prélèvements dans un bain d'eau glacée jusqu'à la fin de la transformation ?

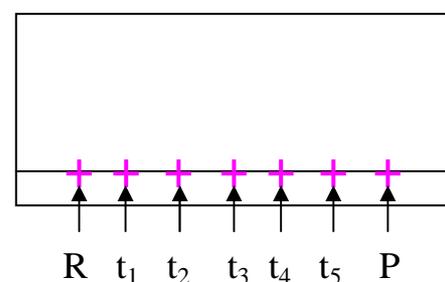
d) Annoter le schéma du montage à reflux ci-contre :



Préparer une solution R en dissolvant une goutte d'alcool benzylique dans 10 mL de cyclohexane, puis une solution P en dissolvant une goutte d'éthanoate de benzyle dans 10 mL de cyclohexane.

A l'aide d'un capillaire, réaliser la plaque CCM suivante :

Réaliser la chromatographie sur couche mince (la cuve étant un gros bécher). L'éluant retenu est un mélange de cyclohexane (10 volumes) et d'éthanoate d'éthyle (1 volume). Observer le chromatogramme à la lampe UV.



III) Exploitation

L'équation de la réaction de synthèse s'écrit :



a) Comment se nomme le produit formé en plus de l'éthanoate de benzyle ?

Apparaît-il sur le chromatogramme ?

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

c) D'après le chromatogramme, à partir de quelle date a-t-on atteint l'état final du système ?