

Objectifs :

Identifier, dans un protocole, les étapes de transformation des réactifs, d'isolement, de purification et d'analyse (identification, pureté) du produit synthétisé. Justifier, à partir des propriétés physicochimiques des réactifs et produits, le choix de méthodes d'isolement, de purification ou d'analyse. Déterminer, à partir d'un protocole et de données expérimentales, le rendement d'une synthèse. Schématiser des dispositifs expérimentaux des étapes d'une synthèse et les légènder. Mettre en œuvre un montage à reflux pour synthétiser une espèce chimique organique. Isoler, purifier et analyser un produit formé

I QUE SAVONS NOUS ?

- Qu'est ce qu'une synthèse ?
- Qu'est ce qu'un montage de chauffage à reflux ?
- Quel est l'intérêt d'un tel dispositif ?
- Comment identifie t on les espèces formées ?

II SYNTHÈSE D'UN SOLIDE

Voir activité 1 du livre

III SYNTHÈSE D'UN LIQUIDE

Voir activité 2 du livre

Activité 1
expérimentale

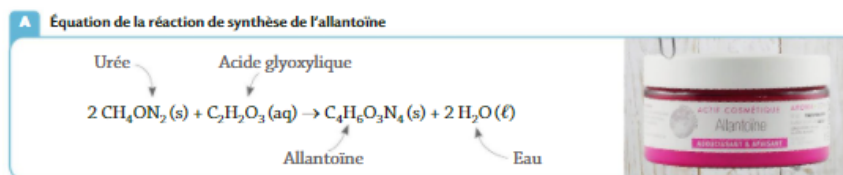
Synthèse d'un solide

Notions

- Synthèse d'un solide
- Choix de la méthode d'isolement
- Rendement

L'allantoïne est très utilisée en cosmétologie pour ses propriétés cicatrisantes et apaisantes.

▶ **Objectif de l'activité :** Comment synthétiser une espèce chimique solide ?



- PROTOCOLE**

Synthèse de l'allantoïne

 - ☑ Dans un ballon bicol muni d'un réfrigérant à eau, INTRODUIRE une masse $m = 6,9$ g d'urée et un volume $V = 6,3$ mL d'une solution S d'acide glyoxylique à 50 % en masse.
 - ☑ AGITER et CHAUFFER jusqu'à l'obtention d'une solution limpide.
 - ☑ INTRODUIRE lentement 1,5 mL d'acide sulfurique concentré dont le rôle est d'accélérer la réaction.
 - ☑ CHAUFFER à reflux pendant 30 minutes.

- PRODUITS DISPONIBLES**

 - Solution aqueuse d'acide glyoxylique à 50 % en masse : $d(\text{solution}) = 1,34$.
 - Urée
 - Acide sulfurique concentré à 95% : $d = 1,83$.

Données

Espèce chimique	Masse molaire (g · mol ⁻¹)	Température de fusion (°C)	Solubilité dans l'eau
Acide glyoxylique	74,0	51	Très soluble
Urée	60,0	134	Très soluble
Allantoïne	158,1	238	Solubilité dans l'eau bouillante : 150 · L ⁻¹ Solubilité dans l'eau froide : 5 · L ⁻¹
Acide sulfurique	98,1	734	Très soluble

COMPLÈMENT SCIENTIFIQUE

On appelle rendement η de la synthèse le quotient de la quantité n_p de produit P effectivement obtenue par la quantité maximale n_{max} attendue :

$$\eta = \frac{n_p}{n_{\text{max}}}$$

- Pratique expérimentale**

 - 1 Réaliser la synthèse en suivant le protocole ci-dessus. Mettre en œuvre un protocole RÉA
 - 2 Schématiser et légènder le montage expérimental. Faire un schéma adapté RÉA
 - 3 Calculer la masse maximale m d'allantoïne que l'on peut obtenir à partir du document A et des données fournies dans le protocole. Exploiter des données ANA-RAIS
 - 4 Au bout d'un certain temps, on observe l'apparition d'un solide dans le ballon. Justifier cette observation en exploitant les données de solubilité de l'allantoïne dans l'eau. Exploiter des observations ANA-RAIS
 - 5 Élaborer et mettre en œuvre un protocole permettant d'isoler l'allantoïne formée. Élaborer et mettre en œuvre un protocole ANA-RAIS RÉA
 - 6 À partir de la masse d'allantoïne obtenue expérimentalement, calculer le rendement de la synthèse. Effectuer des calculs RÉA
 - 7 Proposer des modifications du protocole de la synthèse permettant d'augmenter le rendement. Proposer d'éventuelles améliorations VAL

Un pas vers le cours

 - 8 Identifier et nommer les différentes étapes de la synthèse d'une espèce chimique solide. Présenter sous forme appropriée COM

Activité 2 Synthèse d'un liquide

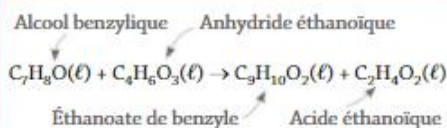
expérimentale

La note de tête du jasmin est due à une espèce chimique liquide : l'éthanoate de benzyle.

► **Objectif de l'activité :** Comment synthétiser une espèce chimique liquide ?

- Notions**
- Synthèse d'un liquide
 - Choix des méthodes d'isolement et d'analyse
 - Distillation
 - Rendement

A Équation de la réaction de synthèse



PROTOCOLE

Synthèse de l'éthanoate de benzyle

- Dans un ballon, INTRODUIRE 10 mL d'alcool benzylique, 28 mL d'anhydride éthanoïque, 10 mL de solvant (cyclohexane) et un barreau aimanté.
- CHAUFFER à reflux pendant 30 min.
- REFROIDIR le milieu réactionnel, y ajouter 50 mL d'une solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium* et AGITER. Quand le dégagement gazeux cesse, VERSER le contenu du ballon dans une ampoule à décanter puis ÉLIMINER la phase aqueuse.
- Dans l'ampoule à décanter contenant encore la phase organique, AJOUTER 50 mL d'une solution de chlorure de sodium saturée*. AGITER puis LAISSER DÉCANTER.
- RÉCUPÉRER la phase organique puis la SÉCHER avec du sulfate de magnésium anhydre. FILTERER dans un ballon propre et sec afin de ne récupérer que la phase organique contenant le cyclohexane et l'éthanoate de benzyle.

* Ces espèces chimiques ne participent pas à la réaction mais sont utiles pour l'isolement. Leur rôle n'est pas détaillé dans cette activité.

B Le rôle du cahier de laboratoire

Fiche 9, p. 367

- Décrire succinctement les opérations expérimentales.
- Noter toute remarque pertinente venant compléter ou justifier le protocole expérimental.
- Noter les observations et les exploiter.
- Présenter l'intégralité des résultats (rendement, analyses, etc.) et les exploiter.

C Élimination du solvant



D Pictogrammes de danger

Anhydride éthanoïque :



Alcool benzylique :



Données

Espèce chimique	Masse molaire M ($g \cdot mol^{-1}$)	Masse volumique ρ ($g \cdot mL^{-1}$)	Température d'ébullition T_{eb} ($^{\circ}C$)	Solubilités
Anhydride éthanoïque	102,1	1,08	140	Beaucoup plus soluble dans l'eau salée que dans le cyclohexane
Acide éthanoïque	60,1	1,05	118	
Alcool benzylique	108,1	1,04	205	Beaucoup plus soluble dans le cyclohexane que dans l'eau salée
Éthanoate de benzyle	150,2	1,05	212	
Cyclohexane	84,2	0,78	81	Très peu soluble dans l'eau salée

Pratique expérimentale

APP ANA-RAIS RÉA VAL COM

- Tout au long de la séance, rédiger le cahier de laboratoire relatif à la synthèse (doc. B). Expliquer, entre autres, comment le montage C permet d'éliminer le solvant.

Mettre en œuvre un protocole RÉA

- Réaliser la synthèse de l'éthanoate de benzyle à partir du protocole expérimental ci-dessus.

Élaborer un protocole ANA-RAIS

- Élaborer un protocole expérimental montrant la présence d'éthanoate de benzyle dans l'huile essentielle de jasmin. Interpréter les résultats fournis par le professeur.

Un pas vers le cours

Présenter sous forme de schéma COM

- Présenter, sous forme d'un organigramme, les différentes étapes de la synthèse d'une espèce chimique liquide.