

# TP C6.1 : SYNTHÈSE ORGANIQUE SUIVIE PAR CCM

## Compétence(s)

Mettre en œuvre une démarche expérimentale pour suivre dans le temps une synthèse organique par CCM et en estimer la durée.

L'éthanoate de benzyle est une molécule présente dans l'arôme de jasmin. On l'utilise également pour créer des arômes artificiels de pomme ou de poire.

Pour optimiser la synthèse industrielle de cette molécule (afin de faire des économies d'énergie), on doit estimer la durée de la réaction.



## Problématique

Combien de temps dure la réaction de synthèse de l'éthanoate de benzyle dans les conditions expérimentales choisies ?

La réaction est suffisamment lente pour suivre son évolution grâce à des prélèvements toutes les cinq minutes. L'analyse des prélèvements est assurée par chromatographie sur couche mince (CCM).

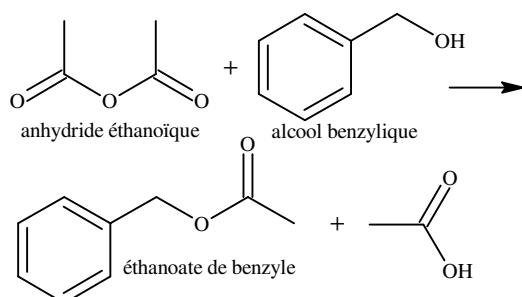
### Document 1 : Quelques données physico-chimiques

Espèce	M g·mol <sup>-1</sup>	d	T <sub>éb</sub> °C	Absorption UV
Alcool benzylique	108	1,05	205	oui
Anhydride éthanoïque	102	1,08	139	non
Éthanoate de benzyle	150	1,04	212	oui
Acide éthanoïque	60	1,08	118	non
Cyclohexane	84	0,78	80	non

### Document 2 : Solubilité dans l'eau

Espèce	Solubilité dans l'eau
Alcool benzylique	faible
Anhydride éthanoïque	soluble
Éthanoate de benzyle	très faible
Acide éthanoïque	soluble
ion éthanoate	très soluble

### Document 3 : Équation-bilan de la réaction de synthèse



### Document 4 : Protocole de la synthèse

- Dans un ballon, introduire 10 mL de cyclohexane, 7 mL d'alcool benzylique, 18 mL d'anhydride éthanoïque et 2 grains de pierre ponce.
- Chauffer le mélange réactionnel à reflux.

## Questions préalables

- Quel est le réactif limitant ?
- Quelles seront les espèces « visibles » sur la plaque de CCM, sachant que nous l'observerons avec une lumière UV ?
- Quelle(s) espèce(s) suivrons-nous ? Comment les identifier ? Quand saurons-nous que la réaction est finie ?

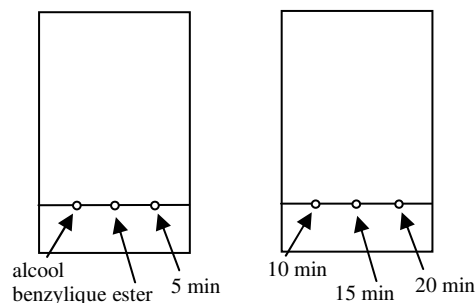
## Conseils de sécurité

- Consulter les pictogrammes des divers réactifs et prendre les précautions nécessaires à leur manipulation.
- Attention à ne pas vous brûler !

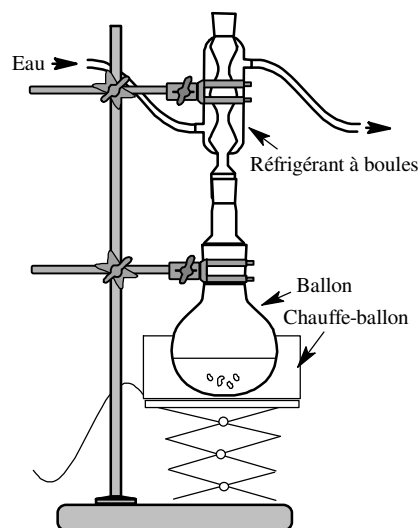
## PRÉPARATION DU MONTAGE ET DE LA CCM

- Préparer 2 plaques à chromatographie (4 dépôts seront effectués sur chaque plaque dont un constitué d'alcool benzylique et un autre d'éthanoate de benzyle).

Remarque : L'alcool benzylique peut contenir du benzaldéhyde (produit d'oxydation). Ceci explique la présence éventuelle d'une deuxième tache pour l'alcool sur la CCM.



- Préparer la cuve à élution : verser 0,5 cm d'éluant et couvrir la cuve.
- Préparer 6 tubes à essais contenant 2 mL de cyclohexane.
- Préparer le montage de chauffage à reflux. Fixer le réfrigérant et les tuyaux d'arrivée et de sortie d'eau.



## SYNTHÈSE ET SUIVI DE LA RÉACTION

- Introduire les réactifs comme expliqué dans le protocole. **Déclencher le chronomètre au moment de l'ajout de l'anhydride éthanoïque.**
  - À  $t = 5, 10, 15$  et  $20$  minutes, prélever un tout petit peu du mélange réactionnel.
  - Placer trois à quatre gouttes du mélange immédiatement dans un tube à essais contenant 2 mL de cyclohexane (bien dans le cyclohexane, **pas sur les parois du tube !**).
  - Une fois tous les prélèvements effectués, déposer, à l'aide d'un tube capillaire, une toute petite quantité de chaque prélèvement sur la plaque à chromatographie.
  - Remarque : on peut commencer à éluer la 1<sup>ère</sup> plaque dès  $t = 10$  minutes
  - Mettre la plaque à éluer.
  - À la fin de l'élution, sécher la plaque et la révéler aux UV.
- Extraction du produit formé**
- Pour éliminer l'anhydride acétique restant, introduire 30 mL d'eau dans le ballon et laisser refroidir le contenu du ballon.
  - Transvaser dans une ampoule à décanter.
  - Agiter, dégazer puis éliminer la phase aqueuse inférieure qui contient l'acide éthanoïque formé.

- Neutraliser l'acide restant dans la phase organique avec 10 mL d'une solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium à 5 %. Laisser l'ébullition se calmer sans le bouchon.
- Agiter, dégazer, puis éliminer la phase inférieure. Récupérer la phase organique. Recommencer l'opération plusieurs fois jusqu'à qu'il n'y ait plus de formation de bulles de CO<sub>2</sub>.

---

### ***SYNTHÈSE / CONCLUSION***

---

Donner une estimation de la durée de la réaction de synthèse étudiée, en exploitant clairement le chromatogramme obtenu.

**Au bout de 20 minutes, la tache correspondant à l'alcool benzylique a disparu. La réaction est donc terminée au bout d'un temps inférieur ou égal à 20 minutes.**