

PARTIE 3 : Réactions acido-basiques et organiques

TP 22

La chimie du suivi cinétique d'une synthèse

Comment suivre une synthèse organique par CCM ?

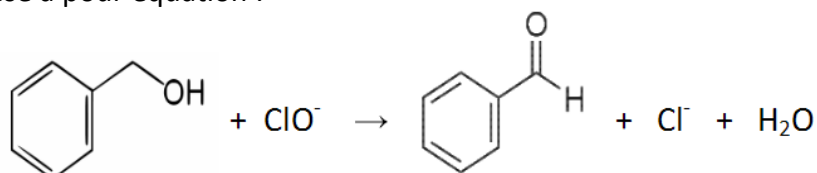
- Objectifs :**
- ✓ Mettre en œuvre une démarche expérimentale pour suivre dans le temps une synthèse organique par CCM et en estimer la durée.
 - ✓ Pratiquer une démarche expérimentale pour synthétiser une molécule organique à partir d'un protocole.

Document 1 : Le benzaldéhyde et sa synthèse

Le benzaldéhyde est un liquide incolore à l'odeur d'amande amère, c'est l'aldéhyde aromatique le plus simple. On utilise le benzaldéhyde dans le kirsch fantaisie (note de noyau), la colle blanche et le traitement des vins. Il est présent dans les pêches, le raisin, les fraises, les framboises...

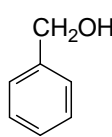
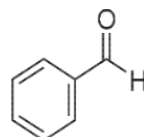
On se propose de synthétiser le benzaldéhyde à partir de l'oxydation de l'alcool benzylique par l'eau de javel, qui est une réaction lente. Un protocole détaillé de cette synthèse vous est fourni.

La réaction de synthèse a pour équation :



Cette transformation est totale.

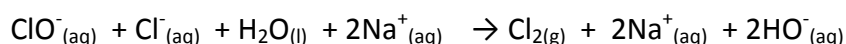
Document 2 : Données physico-chimique

<p>Alcool benzylique</p>  <p>$\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{OH}$</p> <ul style="list-style-type: none">• Classe : alcool primaire• Densité : 1,045 à 20 °C• Masse molaire : 108,14 g/mol• Température d'ébullition sous 1 bar : 205 °C• Température de fusion sous 1 bar : -15,3 °C• Insoluble dans l'eau• Soluble dans les solvants organiques• Risques en cas d'utilisation : Nocif par inhalation et ingestion• Rapport frontal dans le cas où le dichlorométhane est l'éluant de la CCM: 0,25	<p>Benzaldéhyde</p>  <p>$\text{C}_6\text{H}_5\text{-CHO}$</p> <ul style="list-style-type: none">• Famille : aldéhyde• Densité : 1,046 à 20 °C• Masse molaire : 106,12 g/mol• Température d'ébullition sous 1 bar : 179 °C• Température de fusion sous 1 bar: -26 °C• Légèrement soluble dans l'eau• Soluble dans les solvants organiques• Risques en cas d'utilisation : Nocif en cas d'ingestion• Rapport frontal dans le cas où le dichlorométhane est l'éluant de la CCM: 0,80
<p>L'acétate ou éthanoate d'éthyle est un solvant organique peu soluble dans l'eau (83 g·L⁻¹ (eau à 20 °C)), et de densité égale à 0,92.</p>	<p>Le bromure de tétrabutylammonium est nécessaire dans le cas de cette synthèse, car il catalyse la réaction tout en permettant à la phase organique et à la phase aqueuse de se mélanger : on le qualifie de catalyseur de transfert de phase.</p>

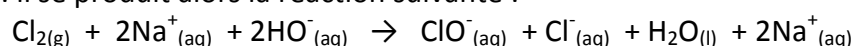
Document 3 : L'eau de Javel

Javel était un lieu-dit de la proche banlieue de Paris, aujourd'hui incorporé dans le 15^{ème} arrondissement. Dans cette partie du village de Grenelle, le comte d'Artois fonda en 1777 une usine d'acides et de produits dérivés. L'un d'entre eux était utilisé dans les blanchisseries comme antiseptique et décolorant. Il a pris le nom du lieu : c'est l'eau de Javel que vous utilisez encore. L'eau de Javel est une solution aqueuse d'hypochlorite de sodium, $\text{Na}^+ + \text{ClO}^-$, et de chlorure de sodium, $\text{Na}^+ + \text{Cl}^-$.

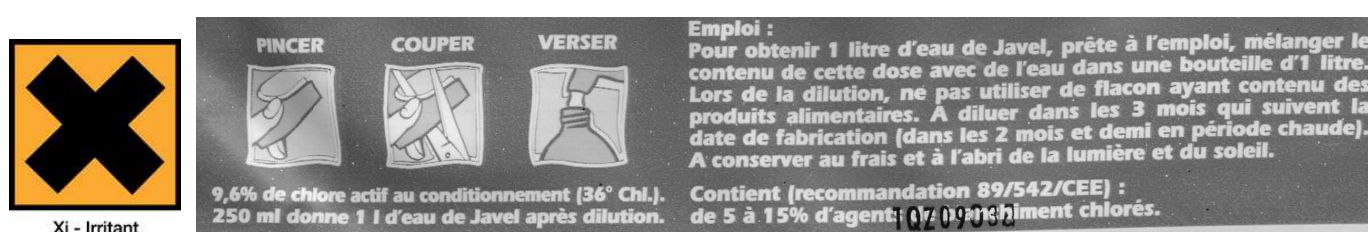
L'eau de Javel est caractérisée par son degré chlorométrique D : c'est le volume, exprimé en litre et mesuré à 0°C sous 101 300 Pa [C.N.T.P. : conditions normales de température et de pression ; $V_m = 22,4 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}$], de dichlore que donne l'acidification complète d'un litre d'eau de Javel suivant l'équation :



On obtient l'eau de javel en faisant barboter du dichlore gazeux dans une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium (soude) : il se produit alors la réaction suivante :



Les berlingots d'eau de Javel portent souvent l'indication suivante : « pourcentage de chlore actif (% c.a) », qui représente la masse de dichlore nécessaire pour préparer 100 g d'eau de javel.



Xi - Irritant

PINCER **COUPER** **VERSER**

9,6% de chlore actif au conditionnement (36° Chl.).
250 ml donne 1 l d'eau de Javel après dilution.

Contient (recommandation 89/542/CEE) :
de 5 à 15% d'agents oxydants chlorés.

10709082

Document 4 : Protocole de synthèse et de suivi par CCM

La synthèse nécessite le port de gants et de lunettes

Étape 1 : préparation de la chromatographie sur couche mince (CCM)

- Fiche expérimentale n°11_6 p 617 dans votre livre et Vidéo : http://www.spc.ac-aix-marseille.fr/phy_chi/Menu/Activites_pedagogiques/cap_exp/ccm.zip
- Verser quelques millilitres de dichlorométhane (éluant utilisé pour cette chromatographie) dans la cuve et bien la fermer.
- Préparer une plaque de silice pour cette chromatographie ; y prévoir 5 dépôts.

Étape 2 : synthèse du benzaldéhyde

- Placer dans cet ordre dans un erlenmeyer de 250mL :
 - un barreau aimanté
 - environ 25 mL d'éthanoate d'éthyle
 - 1,0 mL d'alcool benzylique
- Adapter le réfrigérant à air à l'erlenmeyer et fixer l'erlenmeyer à la potence.
- Bien agiter afin d'obtenir une solution homogène.
- Déboucher l'erlenmeyer et faire, à l'aide d'une pipette pasteur, un premier prélèvement qui servira de référence. Ce prélèvement est placé dans le verre de montre. Le dépôt sur la plaque de CCM se fait avec un cure-dent ou un capillaire.
- Ajouter environ 0,6 g de bromure de tétrabutylammonium.



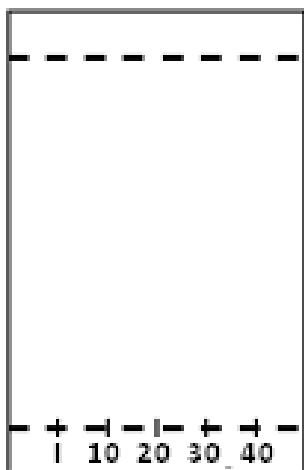
- Adapter à nouveau le réfrigérant à air à l'erenmeyer. Bien agiter afin d'obtenir une solution homogène.
- Enfin ajouter au contenu de l'erenmeyer environ 50 mL d'eau de javel diluée et **déclencher simultanément le chronomètre.**

Maintenir **une agitation vive** pendant toute la durée de la synthèse.

- Les prélèvements se font aux dates : 10 min, 20 min, 30 min, 40 min. Attention : 2 minutes avant chaque prélèvement couper l'agitation pour laisser décanter le milieu réactionnel, puis réaliser le prélèvement dans la phase organique (phase supérieure).
- Une fois les 5 dépôts réalisés procéder à l'élution et révéler à la lampe UV sous la hotte.

ANALYSER :

1. Expliquer comment la technique de chromatographie sur couche mince utilisée dans ce protocole permet d'estimer la durée de la transformation. Pour répondre, faire l'hypothèse que l'alcool benzylique est le réactif limitant et prévoir quel serait le chromatogramme obtenu si la réaction était instantanée ou si elle était achevée entre 20 et 30 min.



.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

2. Pourquoi dilue-t-on l'alcool benzylique dans l'éthanoate d'éthyle ?

.....

.....

.....

APPEL N°1	Appeler le professeur pour lui présenter vos prévisions ou en cas de difficulté
↔	

RÉALISER :

Mettre en œuvre le protocole de synthèse et la démarche de suivi cinétique par CCM.

APPEL N°2	Appeler le professeur pour lui présenter votre chromatogramme ou en cas de difficulté
↔	

VALIDER :

3. Quel est le réactif limitant de cette synthèse ?

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

4. La réaction réalisée est une oxydation. Les couples oxydant/réducteur en présence sont $\text{ClO}^- / \text{Cl}^-$ et $\text{C}_7\text{H}_6\text{O} / \text{C}_7\text{H}_8\text{O}$. Écrire les deux demi-équations permettant de retrouver l'équation bilan de la synthèse.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

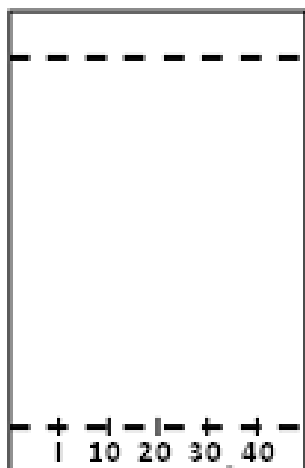
.....

.....

.....

.....

5. Décrire le chromatogramme obtenu en précisant quelles sont les espèces chimiques organiques mises en évidence aux dates des différents prélèvements.



.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

6. La transformation chimique réalisée est-elle instantanée ? Quel critère permet de dire que la transformation chimique est terminée ? Quel est l'ordre de grandeur de la durée de la transformation chimique ?

.....

.....

.....


.....

.....

.....

.....

.....

APPEL N°3 	Appeler le professeur pour lui présenter vos conclusions ou en cas de difficulté
---	---