

Compte rendu TP du 02/06/2025

Binôme 9

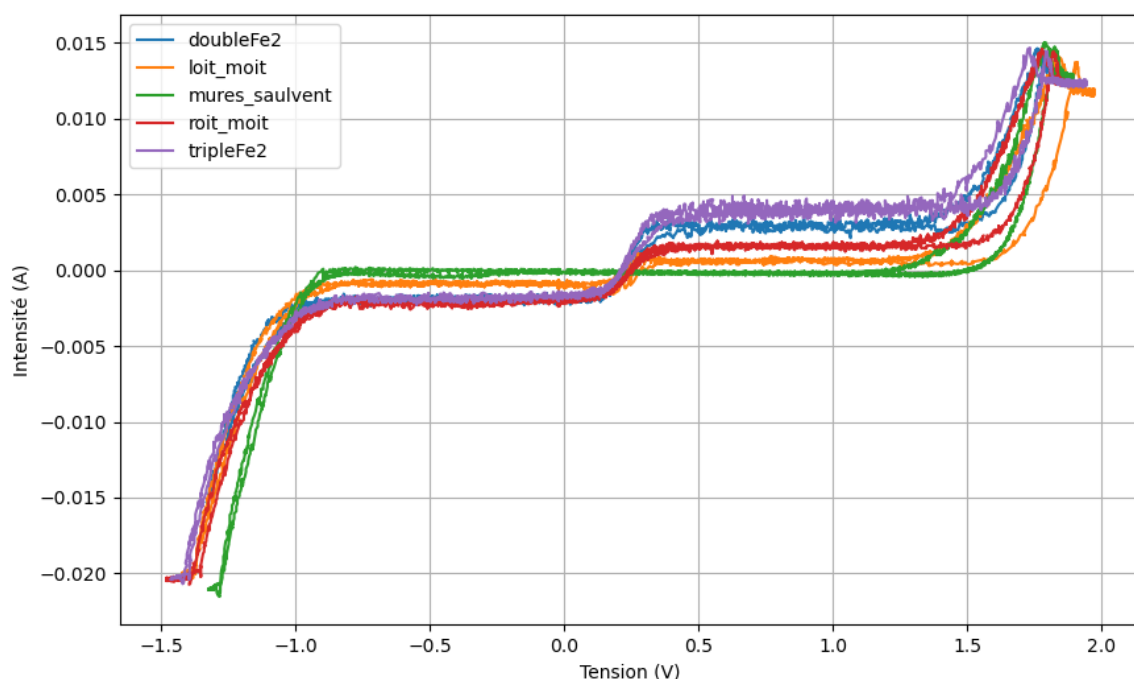
Manipulation	Synthèse de l'acétate de benzyle
Référence (livre, auteur, pages)	40 expériences illustrées de chimie générale et organique, Martinand-Lurin, p.403
Observations expérimentales	
La réaction dure environ 30 minutes. Avec le protocole utilisé, on trouve un volume d'eau final d'environ 1,4mL.	
Exploitation et résultats	
<p>À la fin de la réaction, on mesure un volume d'eau de 1,4 mL.</p> <p><i>Comparaison avec une valeur attendue ?</i></p> <p>L'étape d'extraction n'a pas été menée à bout, nous n'avons pas de rendement pour cette synthèse.</p> <ul style="list-style-type: none">• CCM <p>Pour la CCM, l'éluant choisi est un mélange 90/10 cyclohexane/acétate d'éthyle contrairement à ce que préconise le protocole (l'éluant contient du dichlorométhane à proscrire en leçon).</p> <p>Après révélation UV, on obtient la plaque suivante :</p> <p>1 : Acide benzylique (réactif) 2 : Co-dépôt (1+3+4) 3 : Brut réactionnel 4 : Acétate de benzyle commercial</p> <p>On peut constater que la réaction a bien eu lieu et qu'il ne reste que peu de réactif dans le brut réactionnel.</p> <p>Cependant, les tâches sont de tailles conséquentes et la révélation montrait d'autres petites tâches satellites. Il faudrait diluer les trois voies à l'aide d'un pilulier pour avoir une CCM plus jolie.</p> <p>Le rapport frontal pour le produit est entre 0.45 et 0.49 (ce qui semble un peu élevé par rapport au 0.4 du protocole) mais cela peut s'expliquer par une taille de tâche importante). Pour le réactif, le rapport frontal est entre 0.14 et 0.18 ce qui est cohérent avec le protocole (rapport frontal de 0.18).</p>	



Positionnement de la manipulation (leçons, capacités expérimentales, niveau)
<p>Leçons :</p> <ul style="list-style-type: none"> LC10 : Synthèse, purification et contrôle de pureté d'une espèce chimique organique liquide <p>Élément imposé : Réaliser une CCM</p> <p>Niveau : 1re STL-SPCL</p> <ul style="list-style-type: none"> LC36 : Réactivité des dérivés d'acide <p>Élément imposé : Réaliser un montage de Dean-Stark</p> <p>Niveau : Tle STL-SPCL</p> <ul style="list-style-type: none"> LC51 : Chimie et développement durable <p>Élément imposé : Choisir et mettre en œuvre une variante d'un protocole pour améliorer le rendement d'une synthèse</p> <p>Niveau : Tle STL-SPCL</p>
Gestes présentés le jour J
<ul style="list-style-type: none"> Montage du Dean-Stark Réalisation d'une CCM Extraction liquide-liquide Calcul de rendement

Manipulation	Courbe i-E du couple hexacyanoferrate(III)/hexacyanoferrate(II) sur électrode de platine
Référence (livre, auteur, pages)	Des expériences de la famille Redox, Cachau, p.264
Observations expérimentales	
Il faut convertir les valeurs obtenues avec la carte d'acquisition pour récupérer les valeurs de tension et d'intensité (voir notice du potentiostat pour la conversion).	
Exploitation et résultats	
<p>Plusieurs courbes ont été tracées :</p> <ul style="list-style-type: none"> En vert, courbe avec seulement le solvant (de l'eau). On peut voir le mur du solvant de part et d'autre de la courbe. Le potentiel du mur du solvant vaut -0.88V à droite (-0.66V en prenant en compte l'électrode de référence) et 1.2V (1.44V / ESH). Les valeurs obtenues montrent qu'il y a des surtensions anodiques et cathodiques. En orange, 10mL de $[\text{Fe(II)(CN)}_6]^{4-}$ et 10 mL de $[\text{Fe(III)(CN)}_6]^{3-}$ ont été ajoutés avec une faible agitation. On peut la comparer directement avec la courbe en rouge où l'agitation était plus forte. On peut voir que le palier de diffusion est plus élevé avec une agitation forte. Cela montre que pour la courbe en orange, la diffusion sur l'électrode était le facteur le plus limitant. En bleu, 10 mL de $[\text{Fe(II)(CN)}_6]^{4-}$ ont été ajoutés sous forte agitation. On mesure un palier de $2.9 \text{ mA} \pm 0.2 \text{ mA}$. Pour la courbe en rouge, le palier vaut $1.6 \pm 0.1 \text{ mA}$. On retrouve bien le facteur 2 attendu venant de la concentration en $[\text{Fe(II)(CN)}_6]^{4-}$ (le volume ajouté étant faible devant le volume de la solution, on peut considérer que la concentration a environ doublé pour $[\text{Fe(II)(CN)}_6]^{4-}$). En violet, 10mL de $[\text{Fe(II)(CN)}_6]^{4-}$ ont été ajoutés à nouveau sous forte agitation. On s'attendrait à un palier 3 fois plus élevé que pour le palier rouge. Cependant, on 	

mesure 4.0 ± 0.3 mA. Cela pourrait venir du facteur de dilution qui fait que la concentration en $[\text{Fe(II)(CN)}_6]^{4-}$ n'est pas le triple de la courbe en rouge. Il est aussi possible que l'agitation ne soit pas assez forte et vienne limiter la hauteur du palier.



Le potentiel du couple vaut 0.225 ± 0.015 V. il s'agit bien d'un couple rapide. Avec la correction, on trouve un potentiel égal à 0.445 ± 0.015 V. Au pH de la solution (environ 6), le potentiel de Nernst vaut 0.47 V. On trouve donc un z-score de 1.6.

Positionnement de la manipulation (leçons, capacités expérimentales, niveau)

Leçons :

- L27 : Cinétique électrochimique

Élément imposé : Tracer une courbe i-E

Niveau : PSI

Gestes présentés le jour J

- Montage à 3 électrodes
- Tracé d'une courbe i-E