

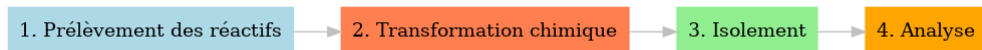
# Synthèse

E. Machefer

10 janvier 2024

# 1 Les étapes d'une synthèse chimique

## 1.1 Schéma



Une étape de purification peut s'ajouter après l'analyse du produit.

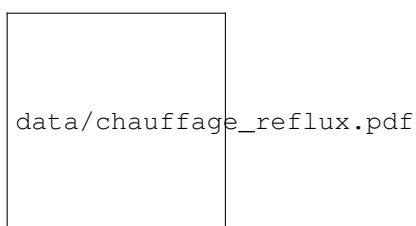
## 1.2 Prélèvement des réactifs

1. Vérifier les consignes de sécurités adaptées à la manipulation des réactifs en analysant les pictogrammes de danger
2. Déterminer la quantité à prélever pour les réactifs
  - **solide** en pesant le réactif
  - **liquide** en mesurant le volume (ou la masse si  $\rho$  ou  $c$  est donné)

## 1.3 Transformation chimique

En général, cette transformation s'effectue avec un chauffage à reflux.


La hausse de température permet d'accélérer la réaction chimique, la colonne évite les pertes de matière par vaporisation.



## 1.4 Isolement du produit de réaction

Afin de séparer le produit synthétisé du mélange réactionnel et/ou d'autres produits de réaction formés.

1. **DONE** Cas d'un produit solide Par une méthode de **filtration**

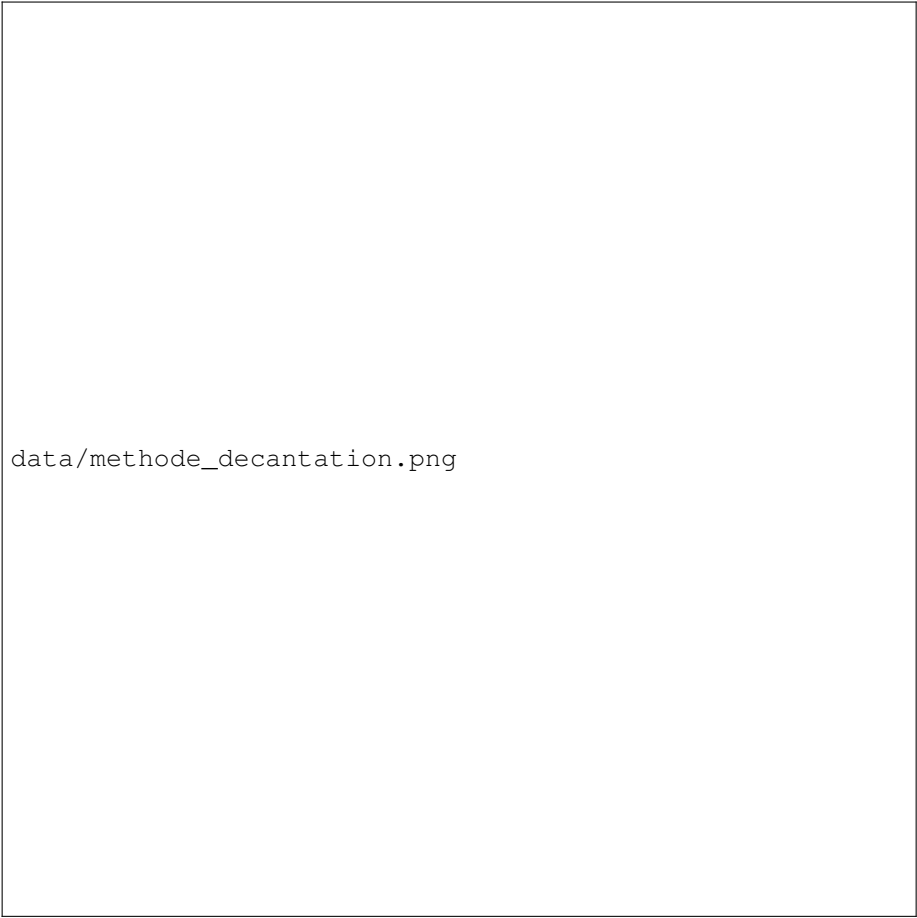


data/methode\_filtration.png

**Remarque 1.**

Plus le solvant est froid, moins le solide est soluble dans le solvant.

2. **DONE** Cas d'un produit liquide Par une méthode d'**extraction liquide-liquide** dans une ampoule à décanter.



data/methode\_decantation.png

### **1.5 Purification (facultatif)**

Afin de purifier le produit, pas encore pur à ce stade, il faut procéder à une étape de lavage.

- Pour les solides : étape de recristallisation
- Pour les liquides : distillation fractionnée

### **1.6 Analyse du produit**

Cette étape permet l'identification du produit et de contrôler sa pureté.

L'analyse peut se faire selon les caractéristiques physiques :

- température de fusion ou d'ébullition
- indice de réfraction (si produit transparent)
- masse volumique

Selon les caractéristiques chimiques :

- Chromatographie sur couche mince (CCM)
- Spectroscopie infrarouge

## 2 Rendement d'une synthèse

### 2.1 Définition et calcul

Le rendement permet de déterminer la qualité de la transformation, un rendement de 100% indique la quantité maximale de produit possible, un rendement proche de 0% indique que beaucoup de pertes ont eu lieu lors de la réaction.

#### Définition 1.

$$\eta = \frac{n_P}{n_{max}},$$

avec  $\eta$  le rendement (sans unité),  $n_P$  la quantité de matière de produit obtenu et  $n_{max}$  la quantité de matière maximale attendue (théorie).

## 3 Synthèse de l'éthanoate de benzyle

TP

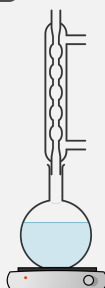
### 3.1 Protocole

L'éthanoate de benzyle constitue la note de tête de l'odeur du jasmin


#### Document 1. Formules des réactifs

Espèces chimiques	Formule	Dangers	M (g/mol)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )
Anhydride éthanoïque	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub>	Corrosif	102	1,08
Alcool benzylique	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O		108	1,04
Acide éthanoïque	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	Corrosif, inflammable	60	1,05
Éthanoate de benzyle	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>		150	1,06

#### Document 2. Montage à reflux



### Document 3. Protocole

- **Mettre les lunettes et les gants**
- Introduire dans le ballon sous la hotte aspirante :
  - 10 mL d'anhydride éthanoïque
  - 15 mL d'alcool benzylique
  - quelques grains de pierre ponce
  - quelques gouttes d'acide sulfurique 
- Fixer le ballon sur le support et adapter le tube réfrigérant
- **Appeler le professeur**
- Chauffer le mélange réactionnel, porter à ébullition pendant une vingtaine de minutes
- Retirer le chauffe ballon sous le mélange réactionnel et laisser refroidir quelques minutes
- Transvaser le contenu du ballon dans l'ampoule à décanter
- Ajouter 50 mL de solution aqueuse saturée de chlorure de sodium
- Agiter puis laisser décanter
- Recueillir la phase organique
- Ajouter quelques spatules de chlorure de calcium puis filtrer

## 3.2 Questions

1. Mettre en œuvre le protocole.
2. Légender le schéma 3.1 avec les termes suivants : réfrigérant à boules, mélange réactionnel, chauffe-ballon
3. Écrire puis équilibrer l'équation de réaction.
4. (a) Montrer que la quantité de matière peut s'écrire

$$n = \frac{\rho \times V}{M}$$

- (b) Calculer les quantités de matière initiales d'alcool benzylique et d'anhydride éthanoïque.
  - (c) Déterminer la quantité de matière maximale d'éthanoate de benzyle.
5. Faire un schéma de l'ampoule à décanter.