

TP 10 – Synthèse à l'aide de différents protocoles

Le programme officiel

Notions et contenus	Capacités exigibles Activités expérimentales support de la formation
Optimisation d'une étape de synthèse Optimisation de la vitesse de formation d'un produit et du rendement d'une synthèse.	Identifier, dans un protocole, les opérations réalisées pour optimiser la vitesse de formation d'un produit. Justifier l'augmentation du rendement d'une synthèse par introduction d'un excès d'un réactif ou par élimination d'un produit du milieu réactionnel. <i>Mettre en œuvre un protocole de synthèse pour étudier l'influence de la modification des conditions expérimentales sur le rendement ou la vitesse.</i>

Les compétences travaillées dans le cadre de la démarche scientifique

Compétences	Quelques exemples de capacités associées
Réaliser	- Mettre en œuvre les étapes d'une démarche. - Effectuer des procédures courantes (calculs, représentations, collectes de données, etc.). - Mettre en œuvre un protocole expérimental en respectant les règles de sécurité.
Valider	- Faire preuve d'esprit critique, procéder à des tests de vraisemblance. - Identifier des sources d'erreur, estimer une incertitude, comparer à une valeur de référence. - Proposer d'éventuelles améliorations de la démarche ou du modèle.
Communiquer	À l'écrit comme à l'oral : - présenter une démarche de manière argumentée, synthétique et cohérente ; - utiliser un vocabulaire adapté et choisir des modes de représentation appropriés ; - échanger entre pairs.

Capacités expérimentales

- Mettre en œuvre une extraction liquide-liquide.
- Réaliser le montage des dispositifs de chauffage à reflux et de distillation fractionnée et les mettre en œuvre.
- Réaliser une filtration simple ou sous pression réduite, un lavage, un séchage.
- Respecter les règles de sécurité lors de l'utilisation de produits chimiques et de verrerie.
- Respecter le mode d'élimination d'une espèce chimique ou d'un mélange pour minimiser l'impact sur l'environnement.

Etiquettes pour tirage au sort :

Protocole 1	Protocole 2	Protocole 3
Protocole 1	Protocole 2	Protocole 3
Protocole 1	Protocole 2	Protocole 3
Protocole 1		

TP 10 – Synthèse à l'aide de différents protocoles

Matériels

Un tirage au sort au début de la séance donne le protocole à suivre aux élèves.

Matériels bureau (pour 10 groupes) :

- Au minimum 250 mL de solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium (25 mL par binôme) ;
- 1 flacon de sulfate de magnésium anhydre avec coupelle et spatule ;
- 1 flacon de pierre ponce avec coupelle et spatule ;
- 1 valet à proximité de la pierre ponce ;
- 1 balance précise au cg ;

Matériels sous la hotte :

- 1 flacon d'alcool isoamylique (3-méthylbutan-1-ol) avec pictogrammes de sécurité (les élèves n'en prélèvent pas) ;
- 1 flacon d'acide éthanoïque avec pictogrammes de sécurité et son bécher de 50 mL ;
- 1 flacon d'acide sulfurique concentré avec pictogrammes de sécurité et son bécher de 50 mL et sa pipette pasteur avec graduation de 1 mL ;
- 1 valet à proximité de l'acide sulfurique ;

Matériels au frigo et à apporter à la deuxième heure du TP :

- Au minimum 1 L de solution saturée de chlorure de sodium (100 mL par binôme) ;
- Au minimum 1 L d'eau distillée (100 mL par binôme) ;

Matériels élèves :

Synthèse :

- 1 montage à reflux prêt à l'emploi avec :
 - 1 chauffe ballon sur un support élévateur ;
 - 1 réfrigérant à boules déjà branché pour la circulation d'eau froide ;
- 1 ballon monocol avec bouchon sur son valet contenant exactement 20,0 mL d'alcool isoamylique ;
- 1 pipette jaugée de 10 mL ;
- 1 pipette jaugée de 25 mL ;
- 1 poire à pipeter ;
- 1 bécher de 50 mL (pour prélever l'acide) ;
- 1 bécher poubelle ;
- gants et lunettes ;

Extraction purification :

- 1 coupelle (ou cristalliseur) pour un bain d'eau froide ;
- 1 ampoule à décanter de 250 mL sur son support avec bouchon et bécher de 200 mL ;
- 1 erlenmeyer de 150 mL ;
- 1 éprouvette de 100 mL ;
- 1 éprouvette de 25 mL ;
- 1 entonnoir à solide avec filtre sur son support et bécher de 50 mL ;

TP 10 – Synthèse à l'aide de différents protocoles

Travaux Pratiques

1

Optimisation de la vitesse de formation d'un produit et du rendement d'une synthèse

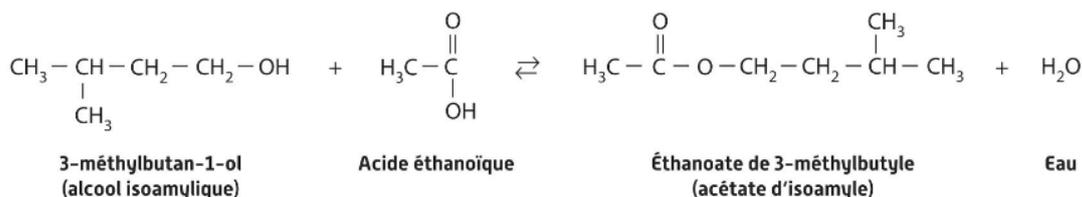
L'éthanoate de 3-méthylbutyle ou acétate d'isoamyle est utilisé comme agent de saveur. Cette substance est présente naturellement dans la banane. Au laboratoire, on peut la synthétiser en réalisant une transformation limitée entre l'acide éthanoïque et le 3-méthylbutan-1-ol (alcool isoamylique). Or, une synthèse industrielle doit avoir le meilleur rendement possible pour économiser les ressources.



Comment optimiser à la fois la vitesse de formation d'un produit et le rendement de cette synthèse ?

1 Données sur la synthèse

• La synthèse est modélisée par la réaction chimique d'équation :



• L'estérification est une transformation chimique limitée qui est modélisée par un équilibre chimique dont la constante d'équilibre K(T) varie peu avec la température (298 K) et vaut environ 4.

Données

	Acide éthanoïque	3-méthylbutan-1-ol	Éthanoate de 3-méthylbutyle	Eau salée
Masse volumique (g · cm ⁻³)	1,05	0,81	0,87	1,2
Masse molaire (g · mol ⁻¹)	60	88	130	
Température d'ébullition (°C)	118	128,5	142	
Solubilité dans l'eau	Très grande	Faible	Très faible	
Solubilité dans l'eau salée	Grande	Très très faible	Très faible	
Pictogramme		 		

Liste des produits

3-méthylbutan-1-ol ou alcool isoamylique • Acide acétique • Acide sulfurique concentré • Eau froide • Solution saturée de chlorure de sodium • Solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium.

Matériel pour l'expérience 4

Ampoule à décanter 200 ou 250 mL • Bouchon • Anneau • Erlenmeyer de 150 mL pour la récupération de la phase organique • Bêcher de 400 mL pour la récupération des phases aqueuses • Éprouvette graduée 100 mL • Entonnoir à solide • Support • « coton » pour filtration.

Matériel pour les expériences 1 à 3

Ballon bicol ou monocol de 250 mL • 1 ou 2 bouchons • Chauffe-ballon • Support élévateur • Réfrigérant à boules • Pincettes • Noix • Potence • Valet • Éprouvette graduée de 100 mL • Éprouvette graduée de 50 mL • 2 bêchers de 100 mL (pour verser les réactifs du flacon dans le bêcher et du bêcher dans le ballon avant transformation) • Cristalliseur pour bain d'eau froide • Pierre ponce • Flacon compte-goutte contenant la solution d'acide sulfurique concentrée.

Protocoles

Trois protocoles différents vont être menés en parallèle par trois groupes d'élèves différents afin de dégager l'influence des conditions opératoires sur le rendement de la synthèse.

La partie traitement de la phase réactionnelle et de la récupération de l'ester seront identiques pour les trois protocoles.



Protocole 1

- 1 Dans un ballon de 250 mL, introduire $V_1 = 20,0$ mL d'alcool isoamylique (3-méthylbutan-1-ol) et un volume $V_2 = 10,0$ mL d'acide éthanoïque (acétique).
- 2 Ajouter, avec précaution, 1 mL d'une solution d'acide sulfurique concentré et quelques grains de pierre ponce.
- 3 Réaliser un montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 min.
- 4 Au bout de 30 min, arrêter le chauffage et laisser refroidir le ballon à l'air quelques minutes puis dans un bain d'eau froide tout en laissant la circulation d'eau dans le réfrigérant. Passer à la partie séparation.

Protocole 2

- 1 Dans un ballon de 250 mL, introduire $V_1 = 20,0$ mL d'alcool isoamylique et un volume $V_2 = 25,0$ mL d'acide acétique.
- 2 Ajouter, avec précaution, 1 mL d'une solution d'acide sulfurique concentré et quelques grains de pierre ponce.
- 3 Réaliser un montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 min.
- 4 Au bout de 30 min arrêter le chauffage et laisser refroidir le ballon à l'air quelques minutes, puis dans un bain d'eau froide tout en laissant la circulation d'eau dans le réfrigérant. Passer à la partie séparation.

Protocole 3

- 1 Dans un ballon de 250 mL, introduire $V_1 = 20,0$ mL d'alcool isoamylique et un volume $V_2 = 25,0$ mL d'acide acétique.
- 2 Ajouter quelques grains de pierre ponce.
- 3 Réaliser un montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 min.
- 4 Au bout de 30 min, arrêter le chauffage et laisser refroidir le ballon à l'air quelques minutes, puis dans un bain d'eau froide tout en laissant la circulation d'eau dans le réfrigérant. Passer à la partie séparation.

Protocole de séparation 4

- 1 Verser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter. Deux phases non miscibles apparaissent : la phase aqueuse et la phase organique. Les identifier.
- 2 Ajouter 100 mL d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium glacée. Agiter, puis laisser décanter. Récupérer la phase aqueuse dans un bécher.
- 3 Laver la phase organique avec une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium. Agiter tout en dégazant régulièrement jusqu'à ce que l'effervescence cesse.
- 4 Laver deux fois la phase organique avec 50 mL d'eau glacée.
- 5 Récupérer la phase organique dans un erlenmeyer.
- 6 Sécher la phase organique avec du sulfate de magnésium anhydre. Filtrer et peser la masse d'ester obtenue.

CONSIGNES SUPPLEMENTAIRES

PROTOCOLES 1, 2 et 3 :

- 1 L'alcool a déjà été introduit dans le ballon présent sur votre table !
- 1 L'acide est à prélever à votre table avec le matériel judicieusement choisi.
- 3 Une fois le ballon en place dans le montage à reflux, réaliser les manipulations dans l'ordre suivant :
 - mettre en route la circulation d'eau froide dans le réfrigérant ;
 - mettre le chauffage à fond ;
 - dès la première apparition de l'ébullition, réduire le chauffage pour que l'ébullition soit douce.
- 4 Au bout des 30 minutes d'ébullition, réaliser les manipulations dans l'ordre suivant :
 - couper le chauffage ;
 - descendre le chauffe-ballon à l'aide du support élévateur ;
 - arrêter la circulation d'eau froide dans le réfrigérant ;
 - attendre le refroidissement suffisant du ballon ;
 - retirer le ballon délicatement en le tenant par le col ;
 - refroidir le ballon dans un bain d'eau froide.

PROTOCOLE 4 :

- 2 L'utilisation de l'ampoule à décanter se fait toujours dans une direction sans danger.
- 3 On utilisera 25 mL d'hydrogénocarbonate de sodium.
- 6 On saupoudrera avec 2 grosses spatules de sulfate de magnésium anhydre.
- 6 On pensera à peser le bécher vide avant de récupérer le filtrat.

**Démarche expérimentale****Analyser un protocole - ANA**

1 Pour chacun des protocoles réalisés, identifier les facteurs cinétiques qui favorisent la formation de l'acétate d'isoamyle.

Faire des prévisions à l'aide d'un modèle - ANA/RAI

2 Pour chacun des protocoles réalisés, établir le tableau d'avancement, déterminer le réactif limitant et la masse maximale d'ester que l'on peut théoriquement synthétiser.

APPELER le professeur pour validation des résultats

Réaliser un calcul - RÉA

3 Expliciter le rendement de la synthèse et le calculer pour chacun des protocoles mis en œuvre.

APPELER le professeur pour validation des résultats

Choisir, élaborer et justifier un protocole - ANA/RAI

4 Comparer les différents protocoles et identifier les différences qui apparaissent entre ceux-ci.

Analyser un protocole - ANA/RAI

5 Expliquer pourquoi un chauffage à reflux est nécessaire pour réaliser cette synthèse et pourquoi on ne peut pas utiliser le montage à distillation fractionnée de la page 248.

**De l'activité au cours****Présenter une démarche de manière argumentée - COM**

6 Dégager les paramètres qui augmentent le rendement et la vitesse d'une synthèse.