

## Série 1

## La synthèse d'espèces chimiques

## تصنيع الأنواع الكيميائية

 **Exercice 1: (questions de cours)**

Cocher la (ou les) bonne(s) réponse(s):

- 1) Lors d'une synthèse chimique:
  - Un seul réactif peut être présent;
  - Il peut se former plusieurs produits;
  - Il se forme une seule espèce chimique.
- 2) Pour accélérer une réaction chimique:
  - On peut ajouter un catalyseur;
  - On peut chauffer le mélange réactionnel;
  - On doit condenser les vapeurs formées.
- 3) Dans un réfrigérant à eau:
  - L'eau circule de bas en haut;
  - L'eau circule de haut en bas;
  - Le sens de circulation de l'eau n'a pas d'importance.
- 4) Lorsqu'on chauffe à reflux un mélange réactionnel:
  - La transformation est accélérée;
  - Les vapeurs formées se condensent;
  - Un catalyseur est nécessaire.
- 5) Après une synthèse, on réalise parfois une chromatographie sur couche mince. Cette technique permet:
  - De purifier le produit synthétisé;
  - De vérifier la présence et la pureté de l'espace synthétisé;
  - D'isoler l'espace synthétisée du mélange réactionnel.
- 6) A la fin de synthèse, l'espèce chimique obtenue:
  - Est toujours pure;
  - Peut-être mélangée à d'autres espèces;
  - Est extraite du mélange réactionnel.

 **Exercice 2: (la synthèse de l'acétate de menthyle)**

L'acétate de menthyle est un ester qui amplifie la touche « florale » des eaux de lavande commerciales. On le prépare à partir d'acide acétique et de menthol. Pour synthétiser cet ester, on introduit dans un ballon à fond rond de l'acide acétique, du menthol, quelques gouttes d'acide sulfurique concentré (très soluble dans l'eau) et de la pierre ponce. On adapte un réfrigérant à eau vertical sur le ballon. On chauffe à reflux pendant 1H30min.

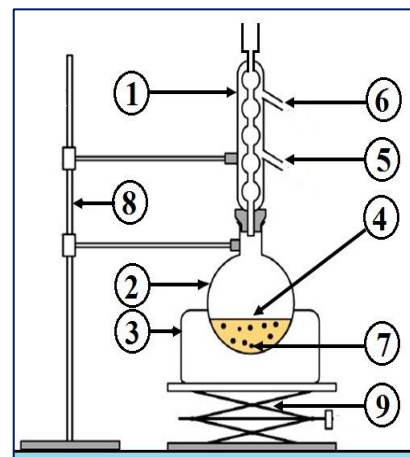
- 1) Quel est l'état physique des composés indiqués dans le tableau à 20°C et à 50°C ?
- 2) Faire un schéma annoté décrivant le chauffage à reflux.
- 3) Quel est le rôle du réfrigérant ? Préciser sur le schéma le sens de la circulation de l'eau dans le réfrigérant.
- 4) Quel est le rôle de la pierre ponce ? Quel est celui du chauffage à reflux ?
- 5) Après refroidissement, on verse le contenu du ballon dans un bécher contenant de l'eau froide. Il se forme deux phases non miscibles. L'une organique et l'autre aqueuse.
  - a. Comment peut-on séparer ces deux phases ? Faire un schéma annoté du procédé utilisé : nommer la verrerie et positionner les deux phases.
  - b. On lave et sèche la phase organique; qu'est-ce qui permet d'affirmer qu'elle contient l'ester?

**Données:**

Espèce chimique	Menthol	Acide acétique	Acétate de menthyle
Température de fusion (°C)	41	16	0
Température d'ébullition (°C)	212	118	227
Densité	0,89	1,05	0,92
Solubilité dans l'eau	Faible	Grande	Très faible

**Exercice 3: (l'arôme de Jasmin)**

La chimie de synthèse s'avère indispensable pour pallier les insuffisances des productions naturelles ou les coûts élevés de production de certaines espèces chimiques naturelles. 120 000 pétales de rose sont nécessaires à la production de 15 mL d'huile essentielle pure de rose. Pour obtenir seulement 1 kg d'huile essentielle pure de jasmin il faut environ 8 millions de bourgeons de jasmin récoltés à la main. Les chimistes ont donc cherché à synthétiser ces espèces présentes dans la nature. On se propose d'étudier la synthèse de l'acétate de benzyle, molécule à l'odeur de jasmin.



**Partie A : La synthèse.**

**Protocole expérimental :**

Placer dans un ballon 12,0 cm<sup>3</sup> d'alcool benzylique, 15,0 cm<sup>3</sup> d'acide acétique, quelques gouttes d'acide sulfurique (pour accélérer la réaction) et quelques grains de pierre ponce. Réaliser un montage de chauffage à reflux. Chauffer pendant 30 minutes.

- 1) En quoi consiste une synthèse chimique ?
- 2) Pourquoi est-on amené à synthétiser l'acétate de benzyle (l'arôme de jasmin) alors qu'il existe dans la nature ? (donner au minimum 2 raisons)
- 3) Indiquer ce que représente chaque numéro de la légende du montage à reflux schématisé ci-contre.
- 4) A l'aide des masses volumiques données ci-dessous, calculer les masses d'alcool benzylique et d'acide acétique versés dans le ballon.
- 5) On voit sur les flacons les pictogrammes ci-dessous. Quelles sont les significations de ces pictogrammes et consignes de sécurité à respecter pour réaliser la synthèse ?

Alcool benzylique	Acide sulfurique et acide acétique

**Partie B : L'extraction.**

**Protocole expérimental :**

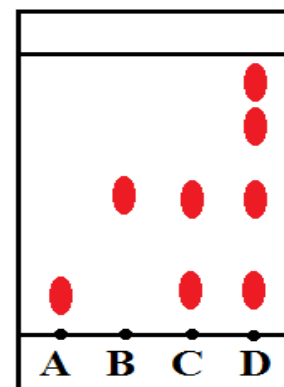
Après avoir refroidi le mélange réactionnel, verser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter, ajouter 50 mL d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium (densité 1,25). Après avoir agité et laissé décanter, recueillir la phase contenant l'acétate de benzyle. Lors de la synthèse, on admettra que tous les réactifs n'ont pas complètement réagi et qu'il en reste dans le mélange réactionnel.

- 1) Pourquoi utilise-t-on de l'eau salée ?
- 2) Représenter l'ampoule à décanter et indiquer la position relative des phases organiques et aqueuse.
- 3) Indiquer dans quelle phase (organique ou aqueuse) sont les différentes espèces chimiques à l'aide des données en début d'énoncé.
- 4) Quelle phase récupère-t-on ?

**Partie C : Caractérisation de l'espèce chimique synthétisée.**

On désire analyser l'espèce chimique synthétisée par chromatographie sur couche mince. Pour cela, on dépose sur la plaque quatre échantillons de l'alcool benzylique pur (A), de l'acétate de benzyle commercial (B), de la phase liquide récupérée en fin de synthèse (C) et de l'extrait naturel de jasmin (D).

Le chromatogramme obtenu est représenté ci-contre ;



- 1) A-t-on synthétisé de l'acétate de benzyle ? Est-il pur ?
- 2) L'acétate de benzyle est-il présent dans l'extrait de jasmin ? Justifier.
- 3) Que dire de la composition de l'extrait naturel de jasmin ?

**Données:**

Espèce chimique	Alcool benzylique	Acide acétique	Acétate de benzyle	Eau salée
Solubilité dans l'eau	faible	Totale	faible	Totale
Solubilité dans l'eau salée	faible	totale	Nulle	
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	1,04	1,05	1,06	1,25

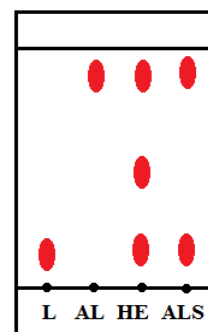
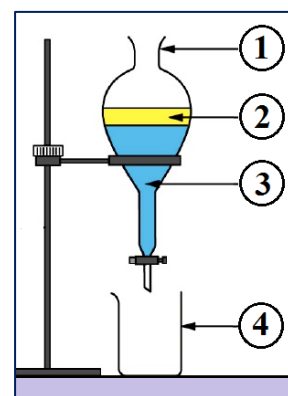
**Exercice 4: (Synthèse de l'essence de lavande)**

Pour synthétiser l'éthanoate de linalyle, principal constituant de l'essence de lavande. On suivie le Protocole expérimental suivant:

- Dans un ballon de 250 mL, verser 30 mL de linalol, 90 mL d'acide éthanoïque et 1 mL d'acide sulfurique. Chauffer à reflux pendant une heure.
- Après refroidissement du ballon, verser le contenu dans une ampoule à décanter. Ajouter l'eau salée et agiter vigoureusement. Laisser décanter, puis éliminer la phase aqueuse.

Afin de vérifier l'identité du produit obtenu, on réalise une chromatographie.

- 1) Quelle est l'utilité du chauffage à reflux ?
- 2) Quelle masse d'acide éthanoïque a-t-on utilisée ? Quelle masse de linalol a-t-on utilisée ?
- 3) Le protocole fait intervenir une ampoule à décanter. Quelle est son utilité ? Indiquer sur le schéma ci-contre les positions de l'eau et de l'éthanoate de linalyle et Indiquer ce que représente chaque numéro de la légende du montage.
- 4) Commenter le chromatogramme obtenu ci-joint.
- 5) A-t-on réalisé la synthèse de l'éthanoate de linalyle ? Si oui, le produit synthétisé est-il pur ? Justifier votre réponse.



**Données:**

- L : linalol pur; AL : éthanoate de linalyle pur; HE : huile essentielle de lavande; ALS : produit de synthèse.

Espèce chimique	linalol	Acide éthanoïque	Ethanoate de linalyle	Eau
Masse volumique (g/mL)	0,87	1,05	0,90	1,00
Solubilité dans l'eau salée	Nulle	Grande	Nulle	

**Exercice 5: (la synthèse de paracétamol)**

Le paracétamol (connu sous le nom commercial de Doliprane ou Efferalgan) est obtenu par action du para-aminophénol solide sur l'anhydride acétique. Pour la synthèse, on doit dissoudre le para-aminophénol dans de l'eau acidifiée. Le protocole est le suivant: «On introduit dans un erlenmeyer 6g de para-aminophénol, 50 mL d'eau et 4 mL d'acide acétique pur. Le mélange est placé sous agitation dans un bain-marie à 80°C, jusqu'à disparition du solide. Il est ensuite refroidi en plongeant l'erlenmeyer dans un bain d'eau froide. On ajoute délicatement millilitre par millilitre l'anhydride acétique. On refroidit et on observe la cristallisation du paracétamol. On filtre alors sur Büchner et on sèche les cristaux.». Une mesure du point de fusion des cristaux obtenus indique 161°C. En théorie, le point de fusion des cristaux est de 168°C.

- 1) Que réalise le manipulateur lorsqu'il met sous agitation, le para-aminophénol, l'eau et l'acide acétique?
- 2) Citer les conditions expérimentales requises pour la synthèse.
- 3) A partir de quelle phrase, du protocole, la synthèse proprement dite démarre-t-elle ?
- 4) Quelle est l'avantage de la filtration sur Büchner ?
- 5) Comment interpréter le fait que le point de fusion ne soit pas exactement égal à 168°C ?

## Exercice 6: (un aromatisant à goût de banane)

L'acétate de 3-méthylbutyle est une espèce chimique qui possède une odeur caractéristique de banane. On le prépare en deux étapes puis on le caractérise par chromatographie.

### ○ Synthèse de l'espèce chimique (étape 1)

- Dans un ballon, on introduit du 3-méthylbutan-1-ol (ou alcool isoamylique), de l'acide acétique, quelques gouttes d'acide sulfurique (catalyseur) et quelques grains de pierre ponce.
- On chauffe le contenu du ballon à reflux pendant une demi-heure (30 min).

### ○ Extraction de l'espèce chimique (étape 2)

- On refroidit le ballon et on verse son contenu dans un bécher contenant de l'eau froide.
- On introduit ensuite le mélange dans une ampoule à décanter et on écarte la phase aqueuse.

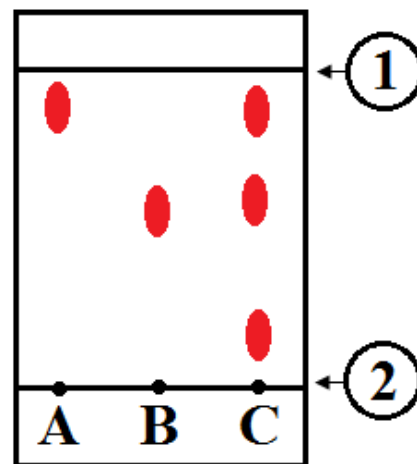
### ○ Purification de la phase organique (étape 3)

- La phase organique est recueillie dans un bécher puis lavée avec une solution saturée de chlorure de sodium. De nouveau, la phase aqueuse est écartée par décantation.
- Le liquide surnageant recueilli a une odeur caractéristique de banane.
- Dans cette phase organique, on introduit environ une spatule de sulfate de magnésium anhydre (solide blanc).

### ○ Chromatographie sur couche mince (étape 4)

- On analyse par chromatographie ce liquide.
- Pour cela on effectue trois dépôts : **dépôt A** : solution de 3-méthylbutan-1-ol (ou alcool isoamylique); **dépôt B** : le liquide obtenu après purification (3); **dépôt C** : solution d'acétate de 3-méthylbutyle (ou acétate d'isoamyle espèce chimique pure achetée dans le commerce).

- 1) Faire le schéma annoté d'un montage à reflux avec réfrigérant à eau. Sur le schéma annoté d'un montage à reflux avec réfrigérant à eau on trouvera le vocabulaire suivant : élévateur, chauffage, ballon, contenu du ballon, colonne réfrigérante, entrée et sortie d'eau pour le réfrigérant à eau.
- 2) Quel est le rôle du condenseur ? et celle de la pierre ponce ? et celle de l'acide sulfurique ?
- 3) Schématiser l'ampoule à décanter et indiquer les différentes phases et ce qu'elles contiennent. Justifier ta réponse en utilisant pour cela le tableau des données.
- 4) Pourquoi ajoute-t-on du chlorure de sodium ?
- 5) Dans une phase organique on introduit du sulfate de magnésium anhydre (solide blanc). Que signifie le terme « anhydre » ? Quel est le but de cette opération ?
- 6) Décrire rapidement les opérations permettant de réaliser la chromatographie.
- 7) Quel est le rôle joué par l'éluant dans une chromatographie ?
- 8) Voici le résultat de la chromatographie. Compléter le schéma. Identifier A et B et conclure en ce qui concerne l'espèce chimique obtenue après synthèse et extraction.



### Données:

Espèce chimique ↓	Masse Volumique (g/mL)	Température d'ébullition (° C)	Solubilité dans l'eau	Solubilité dans l'eau salée
Acide acétique	1,05	118	Très grande	grande
3-méthylbutan-1-ol (Alcool)	0,81	128	faible	Nulle
Acétate de 3-méthylbutyle (Arôme de banane ou acétate d'isoamyle)	0,87	142	Très faible	Très faible
Acide sulfurique	1,05	330	Très très grande	Très grande