

Chapitre 9 : Comment synthétiser des espèces chimiques organiques ?

Étapes d'un protocole.

Identifier, dans un protocole, les étapes de transformation des réactifs, d'isolement, de purification et d'analyse (identification, pureté) du produit synthétisé.

Synthèse d'une odeur de lavande : l'éthanoate de linalyle

L'équation de réaction de synthèse de l'éthanoate de linalyle s'écrit :

linalol + anhydride éthanoïque → éthanoate de linalyle + acide éthanoïque

Protocole Synthèse de l'éthanoate de linalyle

1. Sous la hotte, avec gants et lunettes, introduire 5 mL de linalol et 10 mL d'anhydride éthanoïque dans un ballon. Chauffer à reflux ce mélange pendant 30 min. Laisser refroidir, puis ajouter 30 mL d'eau qui vont transformer l'anhydride éthanoïque en excès en acide éthanoïque.
2. Introduire le mélange réactionnel avec 10 mL d'eau salée dans une ampoule à décanter. Agiter, puis laisser décanter. Récupérer la phase qui contient l'éthanoate de linalyle (phase organique).
3. La laver avec 10 mL d'eau salée. Agiter et laisser décanter.
4. Réaliser une CCM dont l'éluant est le dichlorométhane.

L'étape 1 est l'étape de transformation chimique.

L'étape 2 est l'extraction de l'éthanoate de linalyle liquide du milieu réactionnel.

L'étape 3 est la purification par lavage de la phase le contenant.

L'étape 4 consiste en l'identification de l'éthanoate de linalyle.

Justifier, à partir des propriétés physico-chimiques des réactifs et produits, le choix de méthodes d'isolement, de purification ou d'analyse.

Rendement d'une synthèse.

Déterminer, à partir d'un protocole et de données expérimentales, le rendement d'une synthèse.

On réalise la synthèse de l'acétate d'éthyle grâce à la réaction entre l'acide éthanoïque et l'éthanol, modélisée par l'équation de réaction suivante : $\text{CH}_3\text{COOH(l)} + \text{C}_2\text{H}_5\text{OH(l)} \rightarrow \text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5\text{(l)} + \text{H}_2\text{O(l)}$.

Pour cela, on fait réagir un mélange équimolaire de 0,10 mol d'acide éthanoïque et 0,10 mol d'éthanol. Après réaction, on isole un volume $V_{\text{ae}} = 5,9 \text{ mL}$ d'acétate d'éthyle.

1. Calculer la quantité de matière maximale d'acétate d'éthyle qui aurait pu être synthétisée.
2. En déduire le rendement de cette réaction.

Corrigé :

1. Avec une réaction totale on obtiendrait $n_1 = 0,10 \text{ mol}$ de produit.
2. Ici la quantité de produit obtenue est $n_2 = \frac{\rho_{\text{ae}} \cdot V_{\text{ae}}}{M_{\text{ae}}} = 0,060 \text{ mol}$.
On en déduit le rendement : $\eta = \frac{n_2}{n_1} = 0,60 = 60\%$.

• Masse volumique de l'acétate d'éthyle :

$$\rho_{\text{ae}} = 0,900 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1} ;$$

• Masse molaire de l'acétate d'éthyle :

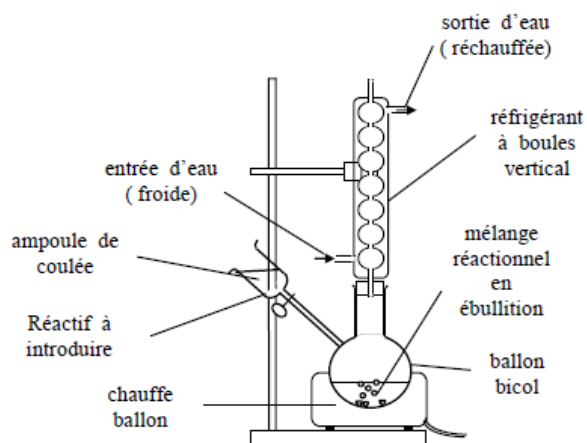
$$M_{\text{ae}} = 88,1 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}.$$

Doc. 5 Maquette d'une rumerie



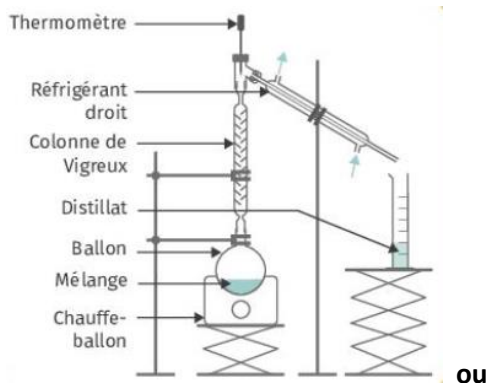
Schématiser des dispositifs expérimentaux des étapes d'une synthèse et les légènder.

Transformation



Isolement

Distillation fractionnée



ou

L'équation de réaction de synthèse de l'éthanoate de linalyle s'écrit :
linalol + anhydride éthanoïque → éthanoate de linalyle + acide éthanoïque

Protocole Synthèse de l'éthanoate de linalyle

1. Sous la hotte, avec gants et lunettes, introduire 5 mL de linalol et 10 mL d'anhydride éthanoïque dans un ballon. Chauffer à reflux ce mélange pendant 30 min. Laisser refroidir, puis ajouter 30 mL d'eau qui vont transformer l'anhydride éthanoïque en excès en acide éthanoïque.
2. Introduire le mélange réactionnel avec 10 mL d'eau salée dans une ampoule à décanter. Agiter, puis laisser décanter. Récupérer la phase qui contient l'éthanoate de linalyle (phase organique).
3. La laver avec 10 mL d'eau salée. Agiter et laisser décanter.
4. Réaliser une CCM dont l'éluant est le dichlorométhane.

Données physico-chimiques des espèces mises en jeu

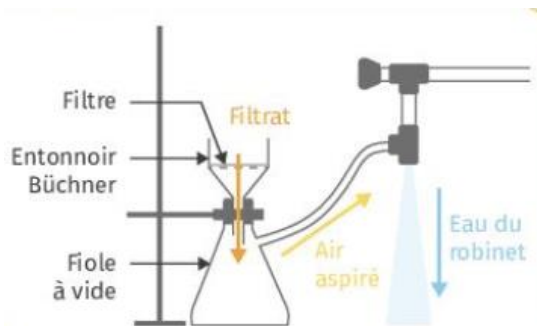
	Linalol	Acide éthanoïque	Éthanoate de linalyle
Masse volumique (en g·mL ⁻¹)	0,87	1,08	0,89
Solubilité dans l'eau salée	Faible	Très élevée	Nulle

• Masse volumique de l'eau salée : $\rho = 1,1 \text{ g·mL}^{-1}$

La phase 1 est constituée de l'éthanoate de linalyle (insoluble dans l'eau salée). Sa masse volumique étant plus faible que celle de l'eau salée, cette phase est au-dessus de l'eau salée. La phase aqueuse contient l'eau salée et l'acide éthanoïque.



Ou la filtration Buchner



Isoler, purifier et analyser un produit formé.

L'éthanoate d'éthyle est utilisé comme solvant pour les vernis à ongles et certaines colles. Pour réaliser sa synthèse, on chauffe à reflux pendant 30 minutes un mélange d'acide éthanoïque, d'éthanol et d'acide sulfurique concentré.

- Élaborer un protocole expérimental permettant d'isoler l'éthanoate d'éthyle $C_4H_8O_2(l)$ du milieu réactionnel à la fin de la synthèse. Schématiser et légender le dispositif expérimental.



Données

Espèce chimique	Acide éthanoïque	Éthanol	Acide sulfurique	Éthanoate d'éthyle
Masse volumique ($g \cdot mL^{-1}$)	1,05	0,79	1,84	0,93
Solubilité dans l'eau salée ($d = 1,1$)	Très grande	Très grande	Très grande	Très faible
Solubilité dans l'éthanoate d'éthyle	Plus soluble dans l'eau que dans l'éthanoate d'éthyle			–

Solution rédigée

- On utilise le Réflexe 1.

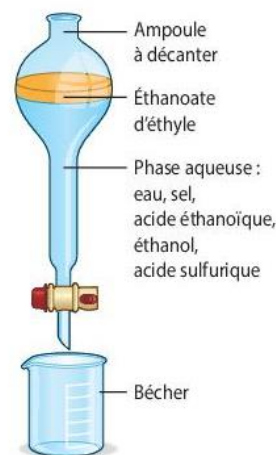
Détermination de l'état physique de l'espèce

Réalisation de l'extraction liquide-liquide, de la décantation et du séchage

L'éthanoate d'éthyle est un liquide comme l'indique l'état physique (l) associé à la formule $C_4H_8O_2$.

On peut réaliser une extraction liquide-liquide. Protocole :

- Verser le contenu du mélange dans une ampoule à décanter contenant de l'eau salée et agiter. Tous les réactifs sont très solubles dans l'eau salée : ils sont présents dans la phase aqueuse. Ce n'est pas le cas de l'éthanoate d'éthyle, il est donc présent dans la phase organique.
- Laisser décanter puis récupérer la phase supérieure qui contient l'éthanoate d'éthyle car :
 $d(\text{éthanoate d'éthyle}) < d(\text{eau salée})$
- Sécher la phase organique recueillie avec un solide anhydre puis filtrer.



Exemple

La vanilline est présente dans la vanille. On analyse ci-contre la CCM de la vanilline synthétisée au laboratoire (dépôt VS) en la comparant à l'extrait de vanille naturelle (VN).



Interprétation du chromatogramme :

- Lecture horizontale : la vanilline synthétisée (VS) est identique à la vanilline de la vanille naturelle (migration au même niveau).
- Lecture verticale : la vanille naturelle (VN) est un mélange de vanilline et d'autres espèces, alors que la vanilline synthétisée est un corps pur.

