

13.TP1 – Amélioration du rendement d'une synthèse

Compétence travaillée :

- 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.
- Mettre en œuvre un protocole de synthèse pour étudier l'influence de la modification des conditions expérimentales sur le rendement ou la vitesse.

Matériel

A préparer à l'avance et à mettre au bureau

- 1 pochette de glaçons + cristalliseur
- Pissettes d'eau distillée froide (1 pissette par groupe)

Bureau

- Solution de bleu de thymol + becher + compte-goutte
- Pierre ponce + spatule
- Acide sulfurique concentré + bécher + 1 compte-goutte
- Solution d'hydroxyde de sodium à $0,30 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ (environ 1 L) + becher
- Acide éthanóïque pur (environ 0,400 L pour 16 groupes) + burette de 25 mL + bécher
- Alcool benzylique (environ 0,150 L pour 16 groupes) + burette de 25 mL + bécher

A mettre au bureau (à distribuer aux élèves par le professeur en fonction des grp)

- 2 pipettes jaugées de 20 mL
- 2 pipettes jaugées de 10 mL
- 4 pipettes jaugées de 2 mL
- 2 pipettes jaugées de 1 mL

Elève

• Dispositif pour chauffage à reflux :

- 1 potence, 2 pinces et 2 noix
- 1 chauffe ballon
- 1 ballon adapté
- 1 réfrigérant à boules adapté
- 1 élévateur

• Dispositif pour dosage colorimétrique :

- 1 burette graduée de 25 mL avec potence
- 1 agitateur + 1 barreau aimanté
- 1 erlenmeyer de 200 mL

- 1 éprouvette graduée de 100 mL
- 1 éprouvette graduée de 25 mL
- 1 bécher de 200 mL
- 1 propipette
- 1 verre à pied

I - Présentation

1 - Données sur les espèces chimiques

Espèce	Alcool benzylique	Acide éthanóïque	Ethanoate de benzyle
Formule topologique			
Sécurité	 Attention	 Danger	 Attention
Masse molaire ($\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$)	108,1	60,1	150,2
Densité	1,04	1,05	1,05
Solubilité dans l'eau	Très faible	Très grande	Très faible

2 - But de la manipulation

Dans ce TP nous étudierons l'influence des quantités de matières initiales des réactifs sur le rendement d'une réaction.

Nous étudierons la synthèse de l'éthanoate de benzyle à partir de l'acide éthanóïque et de l'alcool benzylique.

Q1 : Ecrire l'équation de la réaction d'estérification.

II - Manipulations

1 - Estérification

Dans une première étape, on réalise l'estérification avec un chauffage à reflux.

Dans un ballon sec, introduire 5,0 mL d'alcool benzylique, le volume d'acide éthanóïque indiqué pour votre groupe (voir tableau de synthèse en fin de TP), ajouter 5 gouttes d'acide sulfurique concentré et trois grains de pierre ponce.

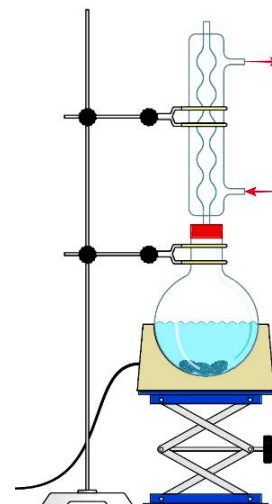
Adapter le réfrigérant à eau au ballon, puis chauffer le mélange (ébullition douce) pendant 25 minutes environ, puis arrêter le chauffage (l'état d'équilibre est considéré comme atteint).

Quand le reflux a cessé, ajouter 100 mL d'eau glacée dans le ballon, agiter le mélange et laisser décanter.

Q2 : Légender le schéma ci-contre.

Q3 : Quel est le rôle du montage à reflux ?

Q4 : Faire un schéma du ballon est de son contenu à la fin de cette étape en mettant en évidence les différentes phases et en précisant où se trouvent l'acide éthanóïque qui n'a pas totalement réagi et l'éthanoate de benzyle ?



2 - Titrage colorimétrique de l'acide éthanoïque

Dans cette deuxième étape, on dose un prélèvement de la phase contenant l'acide éthanoïque qui n'a pas réagi par une solution d'hydroxyde de sodium de concentration $c_B = 0,30 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.

Q5 : Légender le schéma ci-contre, et préciser ce qu'il faut mettre dans le bécher et dans la burette.

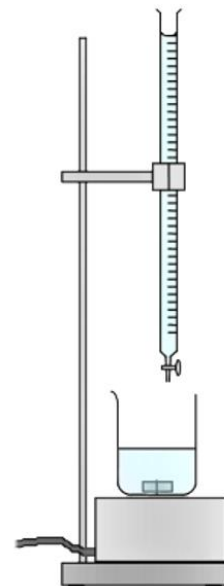
 Prélever le volume de mélange réactionnel indiqué pour votre groupe et le verser dans l'erenmeyer.

Ajouter 25 mL d'eau glacée.

Ajouter quelques gouttes de solution de bleu de thymol.

 Préparer la burette, le bécher et le dispositif expérimental en vue du titrage de l'acide éthanoïque restant dans ce prélèvement, par une solution d'hydroxyde de sodium ($\text{Na}^+ + \text{HO}^-$) de concentration $c_B = 0,30 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.

 Procéder au titrage.



III - Exploitation

1 - Exploitation du dosage

Q6 : Ecrire l'équation support du dosage.

Q7 : Déterminer la quantité de matière d'acide éthanoïque restant dans le prélèvement.

Q8 : En déduire la quantité de matière d'acide éthanoïque restant dans la totalité du mélange obtenu lors de l'estérification.

=> Compléter le tableau de synthèse en fin d'énoncé.

2 - Détermination du rendement

On raisonne maintenant avec la réaction d'estérification. On pourra s'aider d'un tableau d'avancement.

Q9 : Calculer les quantités de matières initiales de réactifs.

Q10 : A l'aide des résultats du III.1), déterminer la quantité de matière d'ester formée lors de la réaction d'estérification.

Q11 : Déterminer la quantité de matière maximale d'ester que l'on aurait pu former.

Q12 : En déduire le rendement de la réaction.

=> Compléter le tableau de synthèse en fin d'énoncé.

IV - Mise en commun et conclusion

Mettre tous les résultats en commun.

Groupe :	1	2	3	4	5	6
Volume initial d'alcool benzylique (mL)	5	5	5	5	5	5
Volume initial d'acide éthanoïque (mL)	2,8	5,5	11,0	16,5	22,0	27,5
Volume de mélange réactionnel prélevé (mL)	20	10	2	2	2	1
Volume à l'équivalence lors du titrage (mL)						
n_0 (alcool benzylique) (mol)						
n_0 (acide éthanoïque) (mol)						
n (acide éthanoïque titré) (mol)						
n (acide éthanoïque restant) (mol)						
n (ester formé) (mol)						
n_{max} (ester formé) (mol)						
Rendement η						

Q13 : Identifier les conditions expérimentales qui ont conduit à un meilleur rendement de la synthèse de l'ester.

Q14 : Quel est le rôle de l'acide chlorhydrique introduit dans le mélange réactionnel lors de la synthèse de l'ester.