

Sujet 10 (Banque 2006)**Sujet : Synthèse d'un ester****Fiche n°3 : ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT**

Ce sujet est accompagné de deux feuilles individuelles de réponses sur laquelle vous devez consigner vos résultats.

Le port d'une blouse correctement attachée est obligatoire au laboratoire de chimie.

But de la manipulation :

Réaliser le début de la synthèse d'un ester : le benzoate d'éthyle, composé odorant fruité utilisé pour la synthèse de l'arôme de groseille.

Vérifier la nature et tester la pureté du même ester synthétisé préalablement en laboratoire.

Travail à effectuer :

Au cours de certaines étapes de la manipulation, le port de lunettes de protection et des gants doit être envisagé.

	Solubilité dans l'eau	densité	M (g.mol ⁻¹)
Acide benzoïque	peu soluble		122
Éthanol	soluble	0,810	46
Benzoate d'éthyle	très peu soluble	1,050	150
Eau salée saturée	très soluble	d > 1,1	

1. Pesée

À l'aide d'une balance électronique, peser 4,0 g d'acide benzoïque solide dans une coupelle.

Appeler le professeur pour contrôler la pesée (appel 1)**2. Montage**

- Introduire dans un ballon l'acide benzoïque pesé, 20 mL d'éthanol de formule C₂H₅OH prélevés à l'aide de l'éprouvette graduée de 20 mL et quelques grains de pierre ponce. Puis, avec précaution, ajouter 1 mL d'une solution d'acide sulfurique concentré mesuré à l'aide du flacon compte-gouttes ou de la dispensette. Agiter doucement jusqu'à dissolution complète de l'acide benzoïque.

- Insérer le ballon dans le montage de chauffage à reflux.

- Mettre en route la circulation d'eau dans le réfrigérant.

Appeler le professeur pour valider le montage (appel 2)

- Porter le mélange à ébullition douce.

- Pendant la durée du chauffage à reflux, environ 10 minutes, répondre aux questions 2.1 à 2.5 de la feuille de réponses et effectuer la partie 3. du travail expérimental.

3. Préparation de la chromatographie

- Préparer la plaque à chromatographie : tracer une ligne de dépôt à 1 cm du bord inférieur de la plaque, placer sur cette ligne de dépôt 3 croix et leur attribuer dans l'ordre les lettres A, B et C.

4. Traitement du mélange

- Arrêter le chauffage et éloigner le chauffe-ballon. En maintenant la circulation d'eau, laisser refroidir le mélange réactionnel à l'air ambiant, il ne sera pas utilisé par la suite.

La synthèse de cet ester a été réalisée au laboratoire avant l'épreuve selon le protocole mis en œuvre au 1. et au 2. mais en laissant chauffer beaucoup plus longtemps. On a ensuite procédé à un ajout de 25 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium puis à un ajout de 50 mL de solution saturée de chlorure de sodium dans l'ampoule à décanter présente sur la paillasse et laissé reposer le mélange. **Ne pas agiter l'ampoule à décanter.**

- En s'aidant du tableau de données, identifier la phase organique. La récupérer dans un bécher propre et sec.

- Ajouter à la phase organique du sulfate de magnésium anhydre et agiter quelques instants.

5. Réalisation de la chromatographie

Appeler le professeur pour contrôler les différentes étapes de la chromatographie (appel 3)

5.1 Dépôt des échantillons

- Effectuer sur la plaque les 3 dépôts suivants : en A, une goutte de la phase organique précédente à prélever délicatement dans la partie supérieure du liquide, en B une goutte de solution de benzoate d'éthyle et en C une goutte de solution d'acide benzoïque.
- Aller chercher sous la hotte une cuve à élution munie de son couvercle et contenant l'éluant nécessaire. Placer la plaque dans la cuve pour l'élution.
- Répondre aux questions 4.1 à 4.4 de la feuille de réponses.

5.2 Révélation du chromatogramme

- Sortir la plaque et repérer le front de l'éluant.
- Révéler le chromatogramme sous une lampe à U.V. Entourer les taches rendues visibles .
- À la fin de l'exploitation du chromatogramme, l'agrafer sur la feuille de réponses.
- Répondre aux questions 5.1.à 5.3. de la feuille de réponses.

Achever de défaire le montage. Nettoyer le matériel utilisé et le ranger avant de quitter la salle .

Le candidat doit restituer ce document avant de sortir de la salle d'examen