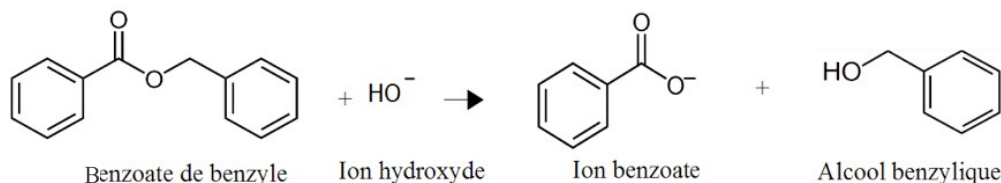


## TP 14

## Peut-on estimer la durée d'une transformation chimique par CCM ?

**Objectif :** Le benzoate de benzyle est un médicament qui sert de traitement de référence en France contre la gale. On se propose d'estimer la durée de la réaction d'hydrolyse basique du benzoate de benzyle dont l'équation est :



*Déterminer la formule brute de chaque espèce chimique.*

*Identifier les groupes caractéristiques et nommer les fonctions chimiques des réactifs et des produits de l'hydrolyse basique.*

*Vérifier qu'il y a conservation des éléments et des charges dans l'écriture de cette équation chimique.*

Rappel :

La chromatographie sur couche mince (CCM), étudiée dans les classes antérieures, est une **méthode d'identification d'espèces chimiques** basée sur la différence d'affinités des substances chimiques à l'égard de **deux phases, l'une stationnaire ou fixe, l'autre mobile**. La CCM est effectuée en vue d'une **analyse** d'un mélange.

La phase solide est fixée sur une plaque et la phase mobile liquide, nommée éluant, est un solvant ou un mélange de solvants. On dépose sur la phase fixe, à l'aide d'un capillaire, une petite quantité du mélange à analyser, puis on met la plaque au contact de la phase mobile dans une cuve. La phase mobile migre de bas en haut le long de la phase fixe en entraînant les constituants du mélange : c'est le phénomène d'**élution** qui permet la séparation des constituants du mélange. Chaque constituant migre d'une certaine hauteur, caractéristique de la substance et de la nature de l'éluant.

Données sur les espèces chimiques utilisées :

Benzoate de benzyle  R22 S25	Hydroxyde de sodium  R35 S26-37/39-45	Ethanol  R11 S7-16	Ether de pétrole  R11-65 S23-24-62
Ether diéthylique  R12-19-22-66-67 S9-16-29-33	Acétate d'éthyle  R11-36-66-67 S16-26-33	Alcool benzylique  R20/22 S26	

*Quelles précautions devront être prises lors de l'utilisation de ces différentes substances ?*

**Protocole :** on préparera 1 mélange réactionnel pour deux binômes mais 1 cuve de chromatographie pour chaque binôme

1. Préparation de la cuve chromatographique :
  - Verser 10 mL d'éluant, préparé à l'avance, mélange d'éther de pétrole (3 volumes) et d'acétate d'éthyle (1 volume).
  - Placer une bande de papier filtre (largeur 4 cm) pour favoriser la saturation en vapeur d'éluant et fermer la cuve.
2. Préparation de la plaque
  - Tracer délicatement au crayon la ligne de dépôt à 1 cm du bord inférieur.
  - Marquer 5 traits équidistants, numérotés de 1 à 5, correspondants aux 2 références et aux 3 prélèvements réalisés au cours de la transformation chimique.
3. Préparation des tubes (références et prélèvements) **sous la hotte**
  - Introduire 1 goutte de benzoate de benzyle dans 2 mL d'éther diéthylique et fermer le tube. Faire deux dépôts en (1).
  - Introduire 1 goutte de d'alcool benzylique dans 2 mL d'éther diéthylique et fermer le tube. Faire deux dépôts en (2).
  - Introduire dans 3 tubes numérotés de 3 à 5, 2 mL d'une solution saturée de chlorure de sodium et 5 mL d'éther

diéthylique de densité 0,71.

#### 4. Préparation du milieu réactionnel (à lire entièrement avant de commencer)

- La transformation chimique se fait à température ambiante, **en portant gants et lunettes**.
- Dans un erlenmeyer de 100 mL, muni d'un barreau aimanté, introduire :
  - 3,0 mL de benzoate de benzyle à la burette graduée (densité : 1,118)
  - 5 mL d'éthanol à 99 % mesurés à l'éprouvette graduée
  - 5 mL d'une solution aqueuse concentrée d'hydroxyde de sodium (ou soude) à 7 mol.L<sup>-1</sup> mesurés à l'éprouvette graduée
  - Déclencher le chronomètre à l'instant du dernier ajout et mettre sous agitation.
- Pour le binôme 1 : prélever, dès que possible, à l'aide d'une pipette graduée, 0,5 mL du milieu réactionnel et les introduire dans le tube 3 que l'on fermera (éther diéthylique très volatil). Mélanger et laisser décanter.
- Pour le binôme 2 : prélever, à t = 10 min, à l'aide d'une pipette graduée, 0,5 mL du milieu réactionnel et les introduire dans le tube 3 que l'on fermera (éther diéthylique très volatil). Mélanger et laisser décanter.
- Surveiller l'aspect du mélange réactionnel, dès qu'un trouble apparaît, ajouter 1 mL d'eau distillée au compte goutte en plastique.
- Pour le binôme 1 : renouveler ce prélèvement, en pratiquant de la même façon, aux instants t<sub>4</sub> = 20 min, t<sub>5</sub> = 40 min et introduire dans les tubes correspondants 4, 5.
- Pour le binôme 2 : renouveler ce prélèvement, en pratiquant de la même façon, aux instants t<sub>4</sub> = 30 min, t<sub>5</sub> = 50 min et introduire dans les tubes correspondants 4, 5.

Faire un schéma de l'expérience.

Quel est le rôle de l'éthanol ?

Quel réactif est introduit grâce à la soude ?

Pourquoi a-t-on ajouté, dans le tube 3, 2 mL d'une solution saturée de chlorure de sodium et 5 mL d'éther diéthylique avant d'introduire 0,5 mL du mélange réactionnel ?

Dans quelle phase se situent les réactifs restants et les produits formés au cours de cette transformation chimique ? Où se trouve-t-elle ?

Calculer les quantités de matière de réactifs introduites, déterminer le réactif limitant.

#### 5. Suivi de la réaction

- A l'aide de différents capillaires, réaliser un dépôt de chaque prélèvement aux emplacements marqués (3), (4) et (5). Afin de concentrer le dépôt, laisser évaporer le solvant à chaque fois et déposer de nouveau une goutte du même prélèvement au même endroit, et ceci 3 fois de suite.
- Introduire la plaque dans la cuve, mettre le couvercle et ne pas la bouger lors de l'éluion.
- Retirer la plaque lorsque le front du solvant arrive à environ 1 cm du haut et refermer la cuve.
- Sécher la plaque au sèche-cheveux.

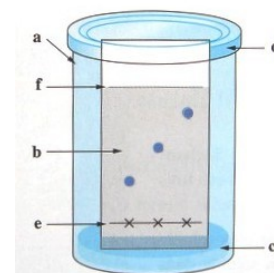
#### 6. Révélation et conclusion

- Les taches étant invisibles, il faut réaliser la révélation sous lampe UV : entourer les taches au crayon.

Reprendre le schéma de la cuve, l'annoter et reprendre l'allure du chromatogramme. Identifier les taches présentes au-dessus de chaque dépôt.

Par lecture du chromatogramme, peut-on dire si la réaction est terminée ? Justifier.

Si oui, estimer la durée de cette transformation chimique.



**Données :**

Densité :

Eau salée	Éther diéthylique
1,1	0,7

Solubilité :

	Benzoate de benzyle	Alcool benzylique
Solubilité dans l'eau	insoluble	faible
Solubilité dans l'éthanol	soluble	soluble
Solubilité dans l'éther diéthylique	soluble	soluble
Masse molaire (g.mol <sup>-1</sup> )	212	10