

Correcteur : E. VIVILLE

Intro pédagogique :

La technique de distillation n'est pas rigoureusement introduite c'est un peu regrettable.

En revanche, les applications et les exemples mettant en jeu la distillation sont bien exposés.

- ⇒ Annonce des objectifs du montage : comprendre ce qui se cache derrière la notion de distillation et comprendre sa mise en œuvre.

Plan défendu :

- I. Déplacement d'équilibre :
Synthèse de l'acétate de benzyle (Grüber)
- II. Distillation suivie d'un dosage pour le contrôle qualité
Mesure de l'acidité volatile d'un vin (Cachau A/B)

Manipulation imposée : électrochimie en régime non stationnaire.

Remarque à propos du montage :

Manip imposée :

- ⇒ La manipulation imposée est très bien maîtrisée, Lise répond à toutes les questions tant expérimentales que théoriques.
- ⇒ Au moment du calcul des incertitudes de type B avec GUM attention à ne pas confondre incertitude type et demi-étendue. Ne pas oublier de montrer au jury la formule entrée pour calculer la grandeur d'intérêt.
- ⇒ Méfier vous des notations données dans le protocole, ici β_1 et β_2 étaient employés pour des complexes avec des ions métalliques différents, pédagogiquement pas rigoureux. Il faudrait mieux écrire β et β' .

I. Déplacement d'équilibre

- ⇒ Toujours penser à faire une présentation générale de la manipulation avant de démarrer et d'expliquer ce qu'on fait.
- ⇒ Attention à afficher un mécanisme rigoureux.
- ⇒ Si on évoque le déplacement d'équilibre il faut maîtriser l'aspect thermodynamique des réactions d'estérification. Connaître le rendement théorique et maximal obtenu.
- ⇒ Mettre en avant un déplacement d'équilibre oblige de démontrer que le DS permet effectivement de déplacer l'équilibre. Il faut donc réaliser deux fois la manip (dans exactement les mêmes conditions expérimentales excepté le Dean Stark). Pour démontrer ce déplacement d'équilibre on calculera les rendements des estérifications avec et sans DS.

ATTENTION cela me semble ambitieux comme réalisation surtout si le DS met du temps à monter en température.

II. Entraînement à la vapeur :

- ⇒ Ne pas mettre la manipulation concernant l'entraînement à la vapeur puisqu'elle ne fonctionne pas. Préférer une hydrodistillation (du clou de girofle par exemple mais attention on obtient l'eugénol et l'acétyl eugénol ce qui se voit facilement par CCM).
- ⇒ TB d'avoir préparé une solution d'acide acétique pour tout de même présenter le dosage.
- ⇒ Attention à bien se renseigner sur les mentions de sécurité des produits utilisés. En particulier la phénolphthaléine est introduite dans la plupart des établissements scolaires, il faut veiller à pouvoir proposer une solution alternative.

Remarques générales :

- ⇒ Présentation agréable, montage bien géré tant au niveau du timing que des manipulations.
- ⇒ Belle réactivité face à l'échec de l'entraînement à la vapeur même si la concentration de l'acide acétique préparé n'était pas optimale.
- ⇒ Rythme soutenu

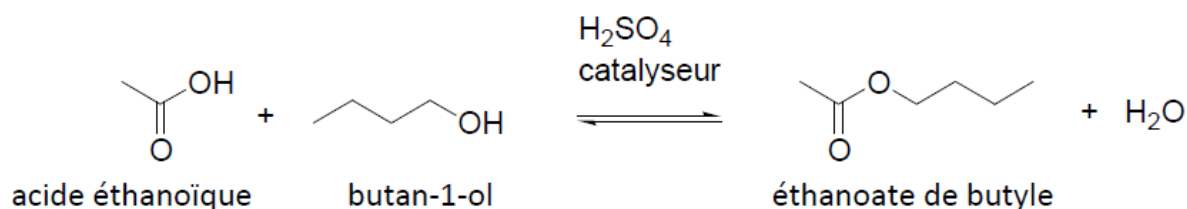
- ⇒ Un soin particulier est apporté à justifier les incompréhensions expérimentales.
- ⇒ Bonne maîtrise des concepts scientifiques se cachant derrière la notion de voltamétrie cyclique, un peu moins d'aisance concernant la réaction d'estérification.
- ⇒ Attention à bien connaître les nombres d'onde classiques qui reviennent souvent dans les spectres IR (CH aromatique, C=O, C=C...) Des connaissances solides permettent de ne pas perdre pied lors de l'interaction avec le jury.
- ⇒ Bonne interaction avec le jury, Lise prend soin de toujours revenir sur les questions posées par le jury, félicitations !
- ⇒ La purification d'un mélange réactionnel est une réelle problématique en chimie puisqu'un produit n'est jamais obtenu pur : j'aurais donc mis une distillation en tant que séparation d'un mélange homogène.

Si on reste dans le thème des estérifications je peux proposer cette manip :

L'éthanoate de butyle est utilisé comme arôme de banane.

Il a ici été obtenu en portant à reflux pendant 1 heure, 15 mL d'acide éthanoïque (260 mmol), 15 mL de butan-1-ol et quelques gouttes d'acide sulfurique (catalyseur).

Pendant le chauffage, il s'est produit la réaction d'estérification suivante :



Un laboratoire d'agroalimentaire fait appel à vous pour récupérer l'ester, le purifier et le caractériser.

Comment séparer l'ester du milieu réactionnel puis le purifier ?

Document 1 – Étapes de lavage - séchage

- Prélever 30 mL de mélange réactionnel et les verser dans l'ampoule à décanter. Prélever 30 mL environ d'eau distillée puis la rajouter dans l'ampoule. Bien agiter ; attendre la séparation des phases Eliminer ensuite la phase aqueuse. Verser la phase organique dans un bécher de 150 mL.
- Laver la phase organique avec une solution saturée de carbonate de sodium : pour cela, introduire 10 mL de cette solution dans le bécher avec la phase organique. Agiter grâce à l'agitateur en verre. Verser l'ensemble à nouveau dans l'ampoule à décanter, retourner l'ampoule puis dégazer **immédiatement** en dirigeant l'ampoule vers les murs ! Agiter, dégazer à nouveau ; recommencer ainsi jusqu'à cessation du dégagement gazeux.
- Séparer ensuite les phases. Recommencer le lavage de la phase organique avec une nouvelle portion de 10mL de solution de carbonate de sodium.
- Terminer en lavant la phase organique avec 10 mL d'une solution saturée de chlorure de sodium. Cette dernière étape s'apparente à un relavage
- Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre

Récupérer la phase organique dans un ballon rodé de 100 mL et mettre en œuvre la distillation fractionnée du mélange réactionnel.

On retrouve plusieurs protocoles sur internet... Je n'ai pas la ressource par contre.