



L'évaluation dont vous  
êtes le héros

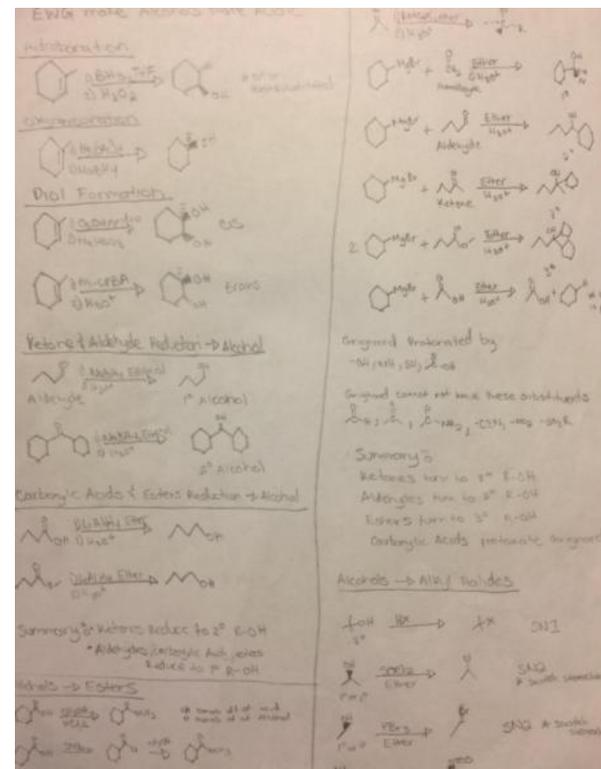
X. Bataille, ENCPB, Paris, 2022

# Quels types d'évaluations en synthèse ?

- Ecrites
- Orales
- Expérimentales
  - Dépendent de la finalité de la formation
  - Examens nationaux (homogénéisation des pratiques)
  - Concours (cahier des charges précis)
  - Examens locaux (comme son nom l'indique)

# Quelles questions en synthèse ?

- Restitution de connaissances
- Applications peu éloignées de situations vue en formation
  - Vérification de l'acquisition de savoirs et de méthodes
  - Questions à traitement algorithmique
- Situations totalement nouvelles

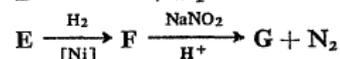
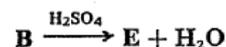
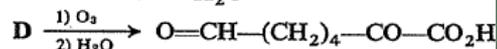
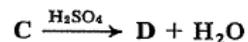
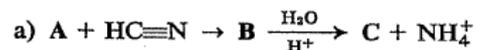


# Quelques exemples

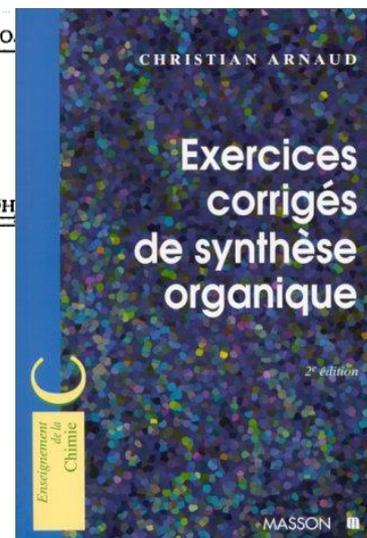
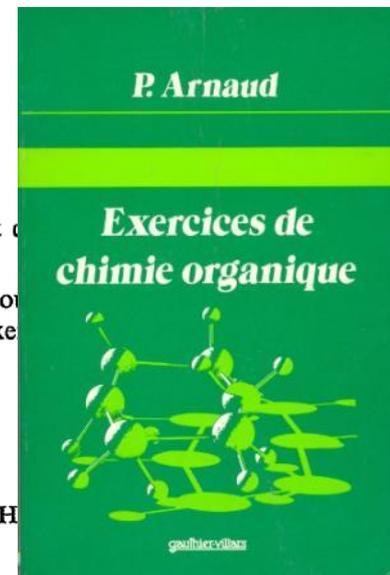
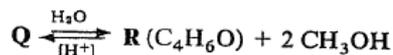
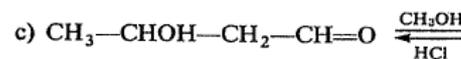
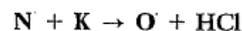
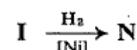
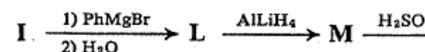
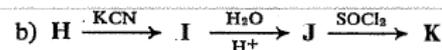
- La molécule ### est-elle chirale ?
- Quelle est la configuration absolue de ### ?
- Donner / proposer / dessiner / représenter un/le mécanisme pour ##.
- Comment augmenter le rendement de l'étape ### ?
- Proposer une explication à la présence de ## dans le protocole ?

Identifiez les composés A, B, C, ... intervenant dans les réactions suivantes.

Rappel : *Raisonnez et réfléchissez*, comme vous l'avez fait dans les cours des chapitres précédents pour ce genre d'exercice. Arriver aux réponses (cf. conseils donnés en 3.41).



⇒ 8.38



# Mais qu'est-ce que la synthèse ?

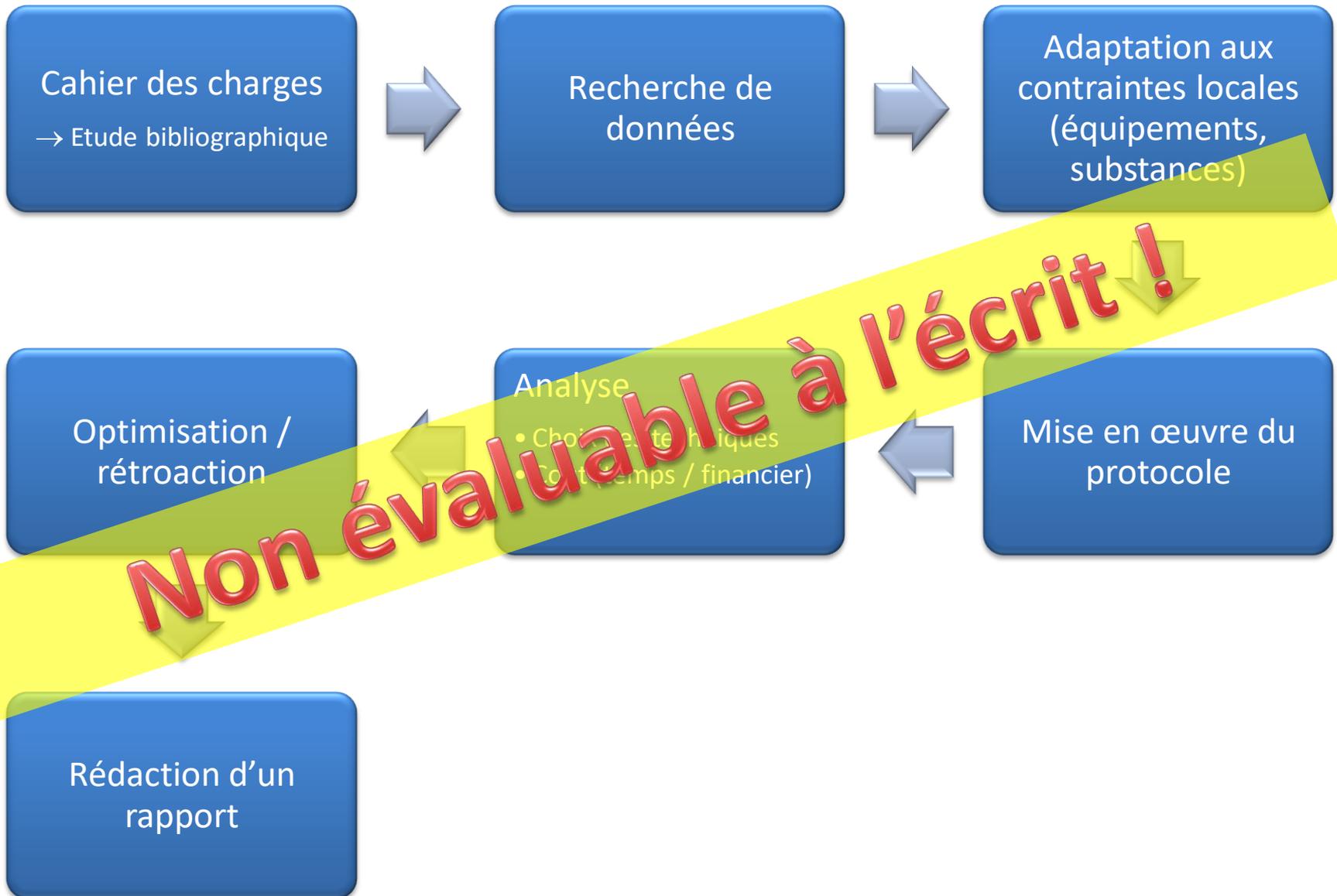


Lab of polymer and peptide synthesis

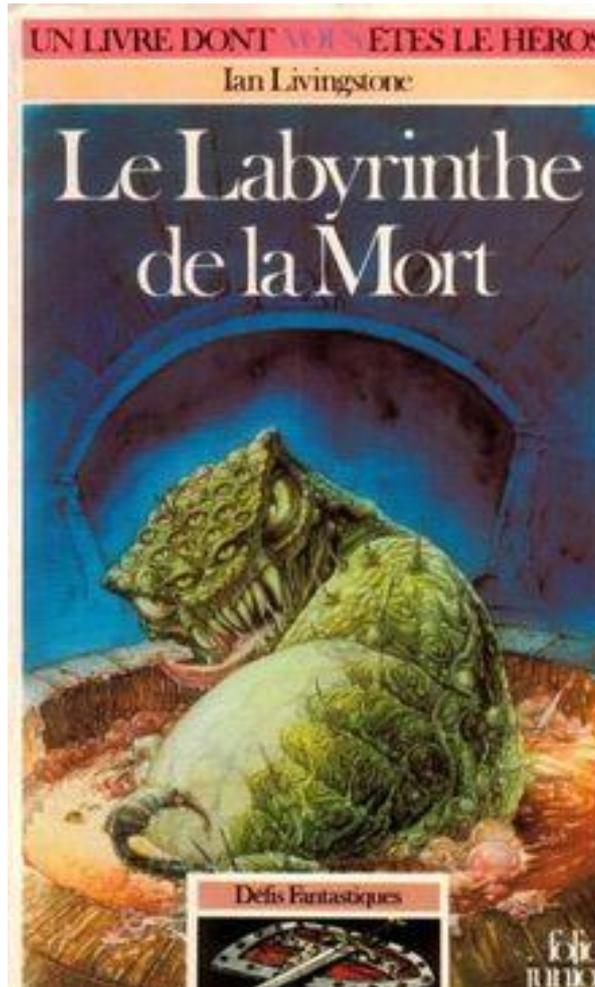


Comment se rapprocher d'une  
situation « réaliste » ?

# Un enchaînement parmi d'autres

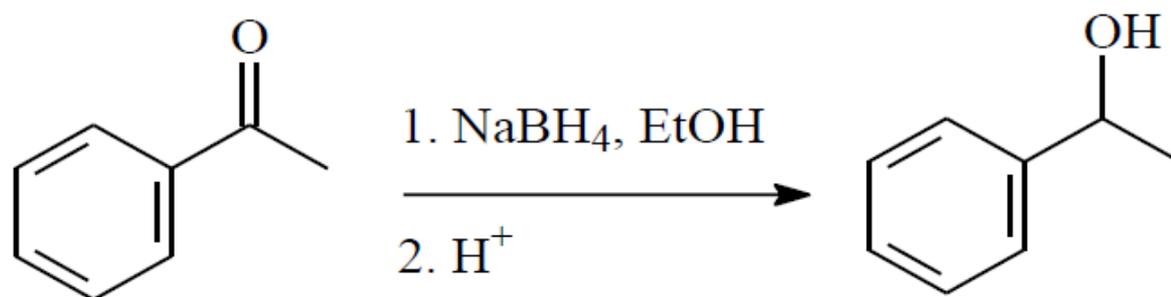


# Un livre dont vous êtes le héros



### Cahier des charges.

Le 1-phényléthanol peut être synthétisé par réduction de l'acétophénone selon l'équation de réaction suivante :

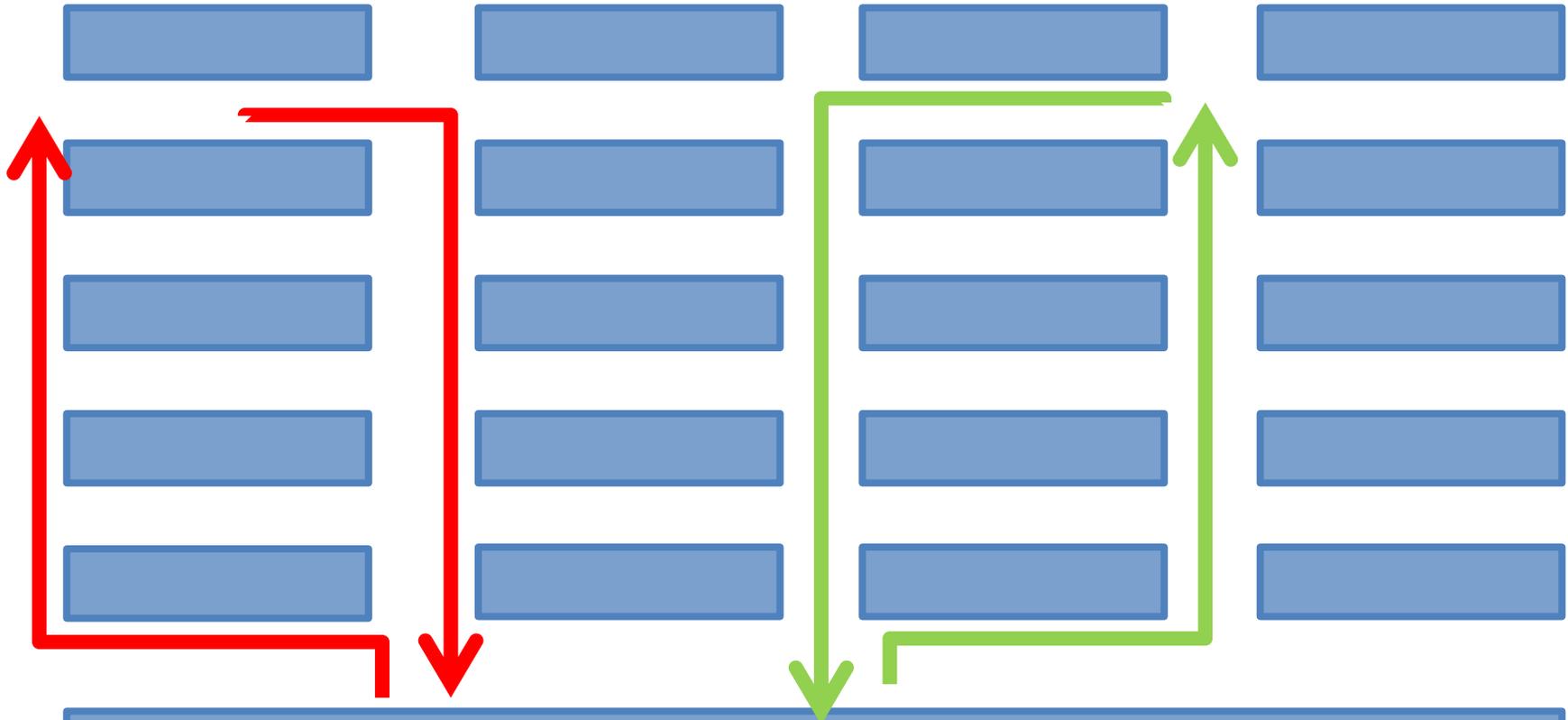


*Figure 1. Schéma de synthèse de la réduction*

**Objectif** : synthétiser  $5 \pm 1$  g de produit de plus grande pureté possible ( $> 98$  %).

# Organisation

**Bureau**



**Tables sur lesquelles sont placées des cartes numérotées**

P1 P2 MO1 MO2 MO3 MO4 MO5 R1 C1 MA1 A1 A2 A3 A4 A5 A6 A7 A8 A9 EL1 EL2  
EL3 R1 R2 CH1 CH2 CH3 CH4 CH5 CH6 CH7 F1

# Consignes

- La **rédaction** doit prendre la forme d'un **cahier de laboratoire**, en indiquant les heures et les résultats.
- La **justification** du choix doit être faite (rédigée/à l'oral) avant d'aller prendre la carte suivante.

# Au départ ...

## Cahier des charges.

Le 1-phényléthanol peut être synthétisé par réduction de l'acétophénone selon l'équation de réaction suivante :

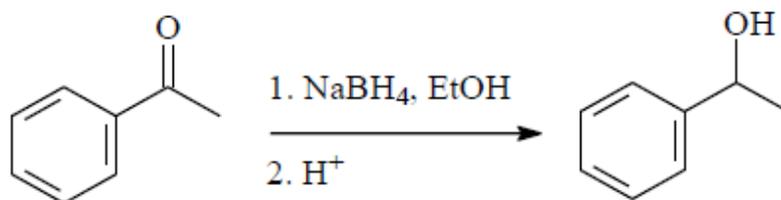


Figure 1. Schéma de synthèse de la réduction

**Objectif :** synthétiser  $5 \pm 1$  g de produit de plus grande pureté possible ( $> 98$  %).

Note 1. Un équivalent de NaBH<sub>4</sub> peut réduire 4 équivalents d'acétophénone.

Note 2. L'action d'eau (*a fortiori* à pH acide) sur NaBH<sub>4</sub> produit du dihydrogène, d'autant plus violemment que le pH est faible.

## Protocole extrait de la recherche bibliographique.

Pour répondre à ce cahier des charges, une recherche bibliographique a été menée.

Le protocole retenu est :

"Dans un réacteur de 250 mL, introduire 2,8 g de tétrahydruroborate de sodium dans 45 mL d'éthanol à 95 %. Placer le réacteur dans un bain de glace. Ajouter 25 g d'acétophénone goutte à goutte en maintenant la température du milieu réactionnel en-dessous de 50 °C. Un fois l'addition terminée, agiter pendant 30 min à température ambiante. Ajouter goutte à goutte 60 mL d'eau puis 30 mL d'acide chlorhydrique à 3 mol·L<sup>-1</sup> jusqu'à dissolution du solide blanc. Extraire avec 2 × 40 mL de dichlorométhane. Laver les phases organiques réunies à l'eau. Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre puis éliminer le dichlorométhane. Le rendement est estimé à 70 %."

Des données sur les espèces sont centralisées dans le tableau 1.

NaBH <sub>4</sub>	Substances et mélanges qui, au contact de l'eau, dégagent des gaz inflammables (Catégorie 1), H260 Toxicité aiguë, Oral(e) (Catégorie 3), H301 Corrosion cutanée (Sous-catégorie 1B), H314 Lésions oculaires graves (Catégorie 1), H318 Toxicité pour la reproduction (Catégorie 1B), H360FD <table border="1" data-bbox="376 232 846 435"> <tr> <td>Water-react 1; Acute Tox. 3; Skin Corr. 1B; Eye Dam. 1; Repr. 1B; H260, H301, H314, H318, H360FD Limites de concentration: &gt;= 3,4 %: Repr. 1B, H360F;</td> <td>&lt;= 100 %</td> </tr> </table>	Water-react 1; Acute Tox. 3; Skin Corr. 1B; Eye Dam. 1; Repr. 1B; H260, H301, H314, H318, H360FD Limites de concentration: >= 3,4 %: Repr. 1B, H360F;	<= 100 %		<table border="1" data-bbox="1290 89 1599 335"> <tr> <td>Met. Corr. 1; Skin Corr. 1B; STOT SE 3; H290, H314, H335 Limites de concentration: &gt;= 25 %: Skin Corr. 1B, H314; 10 - &lt; 25 %: Skin Irrit. 2, H315; 10 - &lt; 25 %: Eye Irrit. 2, H319; &gt;= 10 %: STOT SE 3, H335; &gt;= 0,1 %: Met. Corr. 1, H290;</td> <td>&gt;= 20 - &lt; 25 %</td> </tr> </table> <table border="1" data-bbox="1290 354 1599 449"> <tr> <td>Met. Corr. 1; Skin Corr. 1B; STOT SE 3; H290, H314, H335 Limites de concentration:</td> <td>&gt;= 3 - &lt; 5 %</td> </tr> </table>	Met. Corr. 1; Skin Corr. 1B; STOT SE 3; H290, H314, H335 Limites de concentration: >= 25 %: Skin Corr. 1B, H314; 10 - < 25 %: Skin Irrit. 2, H315; 10 - < 25 %: Eye Irrit. 2, H319; >= 10 %: STOT SE 3, H335; >= 0,1 %: Met. Corr. 1, H290;	>= 20 - < 25 %	Met. Corr. 1; Skin Corr. 1B; STOT SE 3; H290, H314, H335 Limites de concentration:	>= 3 - < 5 %	
Water-react 1; Acute Tox. 3; Skin Corr. 1B; Eye Dam. 1; Repr. 1B; H260, H301, H314, H318, H360FD Limites de concentration: >= 3,4 %: Repr. 1B, H360F;	<= 100 %									
Met. Corr. 1; Skin Corr. 1B; STOT SE 3; H290, H314, H335 Limites de concentration: >= 25 %: Skin Corr. 1B, H314; 10 - < 25 %: Skin Irrit. 2, H315; 10 - < 25 %: Eye Irrit. 2, H319; >= 10 %: STOT SE 3, H335; >= 0,1 %: Met. Corr. 1, H290;	>= 20 - < 25 %									
Met. Corr. 1; Skin Corr. 1B; STOT SE 3; H290, H314, H335 Limites de concentration:	>= 3 - < 5 %									
EtOH 95 %										
Acétophénone										
Phényléthanol										
HCl 3M	Corrosion cutanée (Sous-catégorie 1B), H314 Irritation cutanée (Catégorie 2), H315 Irritation oculaire (Catégorie 2), H319 Toxicité spécifique pour certains organes cibles - exposition unique (Catégorie 3), Système respiratoire, H335	84,93 g/mol ; $d^{20}_4 = 1,33$	H319, H351, H336 Limites de concentration: 20 %: STOT SE 3, H336;	sibles - exposition ra H336 100 %						

"Dans un réacteur de 250 mL, introduire 2,8 g de tétrahydroborate de sodium dans 45 mL d'éthanol à 95 %. Placer le réacteur dans un bain de glace. Ajouter 25 g d'acétophénone goutte à goutte en maintenant la température du milieu réactionnel en-dessous de 50 °C. Un fois l'addition terminée, agiter pendant 30 min à température ambiante. Ajouter goutte à goutte 60 mL d'eau puis 30 mL d'acide chlorhydrique à 3 mol·L<sup>-1</sup> jusqu'à dissolution du solide blanc. Extraire avec 2 × 40 mL de dichlorométhane. Laver les phases organiques réunies à l'eau. Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre puis éliminer le dichlorométhane. Le rendement est estimé à 70 %."

Tableau 1.

**Ce protocole est-il adapté au cahier des charges ?**  
 OUI : justifier et se rendre à la boîte P1.  
 NON : justifier et se rendre à la boîte P2.

**Boîte P2<sup>ii</sup>.**

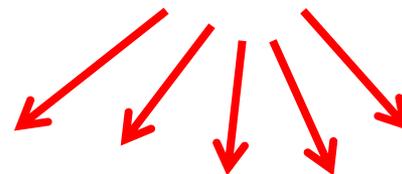
En effet, la quantité d'acétophénone est trop importante. Le protocole doit être adapté. Cinq protocoles ajustés sont proposés.

Boîte P2.	Protocole initial	Protocole 1	Protocole 2
Verrerie	Réacteur	Tricol	Tricol
Volume verrerie	250 mL	50 mL	100 mL
$m(\text{NaBH}_4)$ / g	2,8	0,6	0,8
$V(\text{EtOH } 95 \%)$ / mL	45	10	12
$m(\text{acétophénone})$ / g	25	5	7
Temps d'agitation / min	30	30	30
$V(\text{H}_2\text{O})$ / mL	60	10	15
$V(\text{HCl } 3\text{M})$ / mL	30	6	8
Solvant d'extraction	DCM	DCM	DCM
$V(\text{solvant d'extraction})$ / mL	2 × 40	2 × 8	3 × 10
Lavage	Eau	Eau salée	Eau salée
Séchage	MgSO <sub>4</sub>	MgSO <sub>4</sub>	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Elimination	Evaporateur rotatif	Evaporateur rotatif	Distillation

Boîte P2.	Protocole 3	Protocole 4	Protocole 5
Verrerie	Monocol	Tricol	Tricol
Volume verrerie	100 mL	50 mL	100 mL
$m(\text{NaBH}_4)$ / g	0,8	0,7	0,9
$V(\text{EtOH } 95 \%)$ / mL	12	12	12
$m(\text{acétophénone})$ / g	7	5	7
Temps d'agitation / min	20	25	25
$V(\text{H}_2\text{O})$ / mL	15	15	15
$V(\text{HCl } 3\text{M})$ / mL	8	9	9
Solvant d'extraction	DCM	AcOEt	AcOEt
$V(\text{solvant d'extraction})$ / mL	2 × 10	3 × 10	2 × 15
Lavage	Eau	Eau	Eau salée
Séchage	MgSO <sub>4</sub>	MgSO <sub>4</sub>	MgSO <sub>4</sub>
Elimination	Evaporateur rotatif	Evaporateur rotatif	Evaporateur rotatif

Choix du protocole :

Protocole x : justifier et se rendre à la boîte MOx.



**Boîte MO1<sup>iii</sup>.**

Dans ce protocole, les quantités ne tiennent pas compte du rendement de 70 %.

Aller à la boîte C1.

**Boîte MO2<sup>iv</sup>.**

Dans ce protocole, les quantités sont correctes (elles tiennent compte du rendement de 70 %). L'usage de la distillation peut être remplacé par un évaporateur rotatif. Le sulfate de sodium peut être remplacé par du sulfate de magnésium. L'emploi d'eau salée pour le lavage est judicieux. Par contre, les trois lavages avec 10 mL de DCM impliquent une surconsommation d'un solvant à risque.

Aller à la boîte MA1.

**Boîte MO3<sup>v</sup>.**

Dans ce protocole, les quantités sont correctes (elles tiennent compte du rendement de 70 %). Le temps d'agitation a été réduit de 10 minutes ce qui convient tout à fait. Le monocol devra être remplacé par un tricol pour gérer le suivi de température et ajouter l'eau.

Aller à la boîte MA1.

**Boîte MO4<sup>vi</sup>.**

Dans ce protocole, les quantités ne tiennent pas compte du rendement de 70 %. Le solvant d'extraction a été substitué par un autre solvant plus sûr d'un point de vue santé (évite la manipulation mais génère une incertitude sur l'efficacité) mais génère une incertitude sur l'efficacité de l'extraction. 50 mL risque de s'avérer un peu juste.

Aller à la boîte C1.

**Boîte MO5<sup>vii</sup>.**

Dans ce protocole, les quantités sont correctes (elles tiennent compte du rendement de 70 %) et mêmes majorées. Le temps d'agitation a été réduit à 25 minutes ce qui convient tout à fait. Le solvant d'extraction a été substitué par l'acétate d'éthyle, ce qui est judicieux d'un point de vue santé (évite la manipulation et le retraitement d'un solvant halogéné) mais génère une incertitude sur l'efficacité de l'extraction. L'emploi d'eau salée peut s'avérer pertinent.

Aller à la boîte MA1.

**Boîte C1.**

Dans le protocole initial, l'acétophénone est le réactif limitant :

$$n(\text{acétophénone}) = m(\text{acétophénone}) / M(\text{acétophénone}) = 25 / 120 = 208,33 \text{ mmol}$$

En effet, la stœchiométrie de la réaction implique :

$$n(\text{acétophénone}) = 4 \times n(\text{NaBH}_4)$$

or :  $n(\text{NaBH}_4) = m(\text{NaBH}_4) / M(\text{NaBH}_4) = 2,8 / 37,8 = 74 \text{ mmol}$

et  $4 \times n(\text{NaBH}_4) = 296 \text{ mmol} > n(\text{acétophénone}) = 208 \text{ mmol}$

Comme :  $n(\text{acétophénone}) = n(\text{phényléthanol})$

Alors :  $m(\text{phényléthanol}) = n(\text{phényléthanol}) \times M(\text{phényléthanol})$

$$m(\text{phényléthanol}) = 0,2083 \times 122 = 25,42 \text{ g}$$

Avec un rendement de 70 % :  $m_{\text{réelle}} = 0,7 \times 25,42 = 17,8 \text{ g}$

Pour obtenir 5 g comme l'impose le cahier des charges, il faut utiliser :

$$m(\text{acétophénone}) = 25 \times 5 / 17,8 = 7,03 \text{ g}$$

Le protocole doit être revu en fonction de cette nouvelle masse de réactif limitant.

Revenir à la boîte P2.

### Boîte MA1.

Le protocole suivant est mis en œuvre (à adapter selon le choix fait précédemment).

"Dans un xx de xx mL, introduire 0,xx g de tétrahydruroborate de sodium dans 12 mL d'éthanol à 95 %. Placer le ballon dans un bain de glace. Ajouter xx g d'acétophénone goutte à goutte à l'aide d'une ampoule de coulée en maintenant la température du milieu réactionnel en-dessous de 50 °C. Un fois l'addition terminée, agiter pendant xx min à température ambiante. Ajouter goutte à goutte 15 mL d'eau puis 8 mL d'acide chlorhydrique à 3 mol·L<sup>-1</sup> jusqu'à dissolution du solide blanc. Extraire avec 2 fois xx mL de XX. Laver les phases organiques réunies à l'eau XX. Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre puis éliminer le solvant."

Les masses obtenues, selon les protocoles, sont :

	P1	P2	P3	P4	F
$m_{\text{ballon piriforme vide}} / \text{g}$	125,32	127,12	126,3	125,89	13,1
$m_{\text{ballon piriforme avant évaporateur rotatif}} / \text{g}$	150,31	173,46	159,74	156,1	163,98
$t_{\text{évaporateur rotatif à téb/Patm - 20°C}} / \text{min}$	12	7	16	14	
$m_{\text{ballon piriforme après évaporateur rotatif}} / \text{g}$	129,05	133,62	133,15	129,15	
$m_{\text{pillulier vide avec bouchon}} / \text{g}$	62,47	64,32	63,2	61,25	
$m_{\text{pillulier rempli}} / \text{g}$	66,17	70,72	70	64,45	68,27
$m_{\text{brut}} / \text{g}$	3,7	6,4	6,8	3,2	4,8

Après avoir réfléchi sur le temps de mise en œuvre de la technique ainsi que son coût, si vous choisissez :

la mesure de l'indice de réfraction, justifier et aller à la boîte A3,  
la mesure de la densité, justifier et aller à la boîte A8,  
la SIR (IRTF<sup>1</sup>), justifier et aller à la boîte A2,  
la CCM, justifier et aller à la boîte A1,

la SUVV, justifier et aller à la boîte A4,  
la RMN <sup>1</sup>H, justifier et aller à la boîte A5,  
la mesure de la température d'ébullition, justifier et aller à la boîte A7,  
la CPG, justifier et aller à la boîte A9,  
la RMN <sup>13</sup>C, justifier et aller à la boîte A6,

Les techniques d'analyse mises à disposition sont les suivantes : CCM, SIR (spectroscopie infrarouge), réfractométrie, SUVV (spectrophotométrie UV-visible), RMN, mesure de température d'ébullition, densimétrie et CPG (chromatographie ne phase gazeuse).

### Boîte MA1.

Le protocole suivant est mis en œuvre (à adapter selon le choix fait précédemment).

"Dans un xx de xx mL, introduire 0,xx g de tétrahydroborate de sodium dans 12 mL d'éthanol à 95 %. Placer le **ballon** dans un bain de glace. Ajouter xx g d'acétophénone goutte à goutte à l'aide d'une ampoule de coulée en maintenant la température du milieu réactionnel en-dessous de 50 °C. Un fois l'addition terminée, agiter pendant xx min à température ambiante. Ajouter goutte à goutte 15 mL d'eau puis 8 mL d'acide chlorhydrique à 3 mol·L<sup>-1</sup> jusqu'à dissolution du solide blanc. Extraire avec 2 fois xx mL de XX. Laver les phases organiques réunies à l'eau XX. Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre puis éliminer le solvant."

Les masses obtenues, selon les protocoles, sont :

$m_{\text{ballon piriforme vide}} / \text{g}$
$m_{\text{ballon piriforme avant évaporateur rotatif}}$
$t_{\text{évaporateur rotatif à } t_{\text{éb}}/P_{\text{atm}} - 20^{\circ}\text{C}} / \text{min}$
$m_{\text{ballon piriforme après évaporateur rotatif}}$
$m_{\text{pillulier vide avec bouchon}} / \text{g}$
$m_{\text{pillulier rempli}} / \text{g}$
$m_{\text{brut}} / \text{g}$

Les techniques d'analyse mise (spectroscopie infrarouge), réfra RMN, mesure de température (ne phase gazeuse).

Après avoir réfléchi sur le temps de mise en œuvre de la technique ainsi que son coût, si vous choisissez :

la mesure de l'indice de réfraction, justifier et aller à la boîte A3,  
la mesure de la densité, justifier et aller à la boîte A8,  
la SIR (IRTF<sup>1</sup>), justifier et aller à la boîte A2,  
la CCM, justifier et aller à la boîte A1,

la SUVV, justifier et aller à la boîte A4,  
la RMN <sup>1</sup>H, justifier et aller à la boîte A5,  
la mesure de la température d'ébullition, justifier et aller à la boîte A7,  
la CPG, justifier et aller à la boîte A9.  
la RMN <sup>13</sup>C, justifier et aller à la boîte A6,

**Boîte A1<sup>viii</sup>.**

Choisir parmi les conditions suivantes celle qui vous semble la plus appropriée.

Support	Silice	Silice	Silice
Eluant %EP (V/V)	75	50	25
Eluant %AA (V/V)	25	50	75
R <sub>f</sub> indicatif (Acphen)	0,7	0,8	0,9
R <sub>f</sub> indicatif (Pheth)	0,2	0,5	0,8

Légende : EP : éther de pétrole fraction 40-60 ; AA : acétate d'éthyle ; Acphen : acétophénone ; Pheth : phényéthanol

Choisir les proportions d'éluant.

EP / AA 75:25 (V/V) : justifier et aller à la boîte EL1.

EP / AA 50:50 (V/V) : justifier et aller à la boîte EL2.

EP / AA 25:75 (V/V) : justifier et aller à la boîte EL3.

**Boîte EL1<sup>ix</sup>.**

C'est en effet l'éluant qui permet la meilleure séparation.

Quel mode de révélation utiliser ?

Lampe UV : justifier et passer à la boîte R1.

Cristaux de diode : justifier et passer à la boîte R2.

**Boîte EL3<sup>xii</sup>.**

La séparation n'est pas de bonne qualité. Les proportions EP / AA 75:25 (V/V) sont recommandées.

Quel mode de révélation utiliser ?

Lampe UV : justifier et passer à la boîte R1.

Cristaux de diode : justifier et passer à la boîte R2.

**Boîte EL2<sup>x</sup>.**

La séparation n'est pas optimale. Les proportions EP / AA 75:25 (V/V) sont conseillées.

Quel mode de révélation utiliser ?

Lampe UV : justifier et passer à la boîte R1.

Cristaux de diode : justifier et passer à la boîte R2.

### Boîte R1<sup>xi</sup>.

C'est en effet la méthode la plus simple à mettre en œuvre. Le résultat est le suivant : une grosse tache sombre est visible en bas tandis qu'une petite tache claire apparaît en haut de la plaque.

Conclure et revenir à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier cas, aller à la boîte F1.

### Boîte R2<sup>xiii</sup>.

Cette technique fonctionne mais elle oblige à manipuler du diiode particulièrement dangereux :

Toxicité aiguë, Inhalation (Catégorie 4), H332

Toxicité aiguë, Dermale (Catégorie 4), H312

Irritation oculaire (Catégorie 2), H319

Irritation cutanée (Catégorie 2), H315

Toxicité spécifique pour certains organes cibles - exposition répétée (Catégorie 1), Oral(e), thyroïde, H372

Toxicité spécifique pour certains organes cibles - exposition unique (Catégorie 3), Inhalation, Système respiratoire, H335

Toxicité aiguë pour le milieu aquatique (Catégorie 1), H400

La révélation UV est conseillée.

Se rendre à la boîte R1.

**Boîte A2<sup>xv</sup>.**

Selon le protocole choisi, les résultats sont les suivants :

Transmittance de la bande à	P1	P2	P3	P4	P5
3365 cm <sup>-1</sup>	10 %	12 %	11 %	10 %	11 %
1685 cm <sup>-1</sup>	30 %	-	-	20 %	-

Conclure et revenir à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier cas, aller à la boîte F1.

**Boîte A3<sup>xv</sup>.**

Cette analyse n'est pas judicieuse. L'indice de réfraction du phényléthanol est de 1,5325 (20 °C) tandis que celui de l'acétophénone est de 1,5342 (19 °C). Ces valeurs, compte tenu de la précision des appareils, sont trop proches pour que cette analyse soit pertinente.

Revenir à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier cas, aller à la boîte F1.

**Boîte A7<sup>xxi</sup>.**

Cette analyse n'est pas judicieuse. La température d'ébullition du phényléthanol est de 204°C tandis que celle de l'acétophénone est de 202 °C. Ces températures sont trop proches et trop élevées pour être distinguées.

Revenir à la boîte MA1.

**Boîte A4<sup>xvi</sup>.**

Malgré la présence d'un groupe carbonyle délocalisé sur le cycle aromatique, les spectres UV-visibles du phényléthanol et de l'acétophénone risquent d'être très proches. Nous ne disposons pas de données expérimentales ni de données simulées.

Revenir à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier cas, aller à la boîte F1.

**Boîte A5<sup>xvii</sup>.**

Selon le protocole choisi, les résultats sont les suivants :

$\delta$ / ppm	Acétophénone RP	Phényléthanol RP	Intégrations relatives				
			P1	P2	P3	P4	P5
1,51		d,3	2,99	3,01	2,99	3,01	3,00
2,60	s, 3		1,62	0,16	0,13	0,75	0,02
3,08		s, 1 (OH)	0,98	0,99	0,97	0,99	0,98
4,86		qd, 1	1,00	0,99	1,01	1,00	1,00
7,32	s, 1		0,54	0,05	0,04	0,25	
7,40		m, 5	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
7,68	d, 2		1,08	0,11	0,08	0,50	
7,94	d, 2		1,08	0,11	0,08	0,51	

Légende : s : singulet ; d : doublet ; qd : quadruplet ; m : massif

Conclure<sup>xviii</sup> et revenir à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier cas, aller à la boîte F1.

**Boîte A6<sup>xx</sup>.**

Les résultats selon le protocole choisi, sont les suivants :

**Boîte A8<sup>xxii</sup>.**

Cette analyse n'est pas judicieuse. La densité du phényléthanol est de 1,02 tandis que celle de l'acétophénone est de 1,03. Ces densités sont trop proches pour être distinguées.

Revenir à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier cas, aller à la boîte F1.

	Aire du pic	Intégrations relatives				
		P3	P4	P5	P6	P7
		Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
		Non	Petit	Non	Non	Non
		Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
	125,4	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
	127,3	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
128,3	128,3	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
128,6		Oui	Petit	Petit	Petit	Non
133		Oui	Petit	Petit	Petit	Non
137,3		Petit	Non	Non	Non	Non
	145,9	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
198		Petit	Non	Non	Non	Non

Conclure<sup>xx</sup> et revenir à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier cas, aller à la boîte F1.

Boîte A2<sup>xv</sup>.

Selon le protocole choisi, les résultats sont les suivants :

Trans

**Boîte A5<sup>xvii</sup>.**

Selon le protocole choisi, les résultats sont les suivants :

Conclure et  
ce dernier c

$\delta$ / ppm	Acétophénone RP	Phényléthanol RP	Intégrations relatives				
			P1	P2	P3	P4	P5
1,51		d,3	2,99	3,01	2,99	3,01	3,00
2,60	s, 3		1,62	0,16	0,13	0,75	0,02
3,08		s, 1 (OH)	0,98	0,99	0,97	0,99	0,98
4,86		qd, 1	1,00	0,99	1,01	1,00	1,00
7,32	s, 1		0,54	0,05	0,04	0,25	
7,40		m, 5	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
7,68	d, 2		1,08	0,11	0,08	0,50	
7,94	d, 2		1,08	0,11	0,08	0,51	

Boîte A3<sup>xv</sup>.

Cette analyse n  
1,5325 (20 °C)  
valeurs, compte  
analyse soit pert

Revenir  
cas, alle

Boîte A7<sup>xci</sup>.

Cette analyse n'est pas judicieus  
de 204°C tandis que celle de l'a  
trop proches et trop élevées pour

Revenir à la boîte MA1.

Boîte A4<sup>xvi</sup>.

Malgré la p  
spectres UV-visibles du phényléthanol et de l'acétophénone risquent d'être très  
proches. Nous ne disposons pas de données expérimentales ni de données simulées.

Revenir à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier  
cas, aller à la boîte F1.

se du pic

P3	P4	P5				
Oui	Oui	Oui				
Non	Petit	Non				
Oui	Oui	Oui				
Oui	Oui	Oui				
Oui	Oui	Oui				
Oui	Oui	Oui				
Petit	Petit	Non				
Petit	Petit	Non				
Non	Non	Non				
	145,9	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
198		Petit	Non	Non	Non	Non

Conclure<sup>xx</sup> et revenir à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées.  
Dans ce dernier cas, aller à la boîte F1.

**Boîte A2<sup>xv</sup>.**

Selon le protocole choisi, les résultats sont les suivants :

Transmittance de la bande à	P1	P2	P3	P4	P5
3365 cm <sup>-1</sup>	10 %	12 %	11 %	10 %	11 %
1685 cm <sup>-1</sup>	30 %	-	-	20 %	-

Conclure et revenir à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier cas, aller à la boîte F1.

**Boîte A8<sup>xxii</sup>.**

Cette analyse n'est pas judicieuse. La densité du phényléthanol est de 1,02 tandis que celle de l'acétophénone est de 1,03. Ces densités sont trop proches pour être distinguées.

Revenir à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier cas, aller à la boîte F1.

**Boîte A7<sup>xxi</sup>.**

Cette analyse n'est pas judicieuse. La température d'ébullition du phényléthanol est de 204°C tandis que celle de l'acétophénone est de 202 °C. Ces températures sont trop proches et trop élevées pour être distinguées.

Revenir à la boîte MA1.

**Boîte A4<sup>xvi</sup>.**

Malgré la présence d'un groupe carbonyle délocalisé sur le cycle aromatique, les spectres UV-visibles du phényléthanol et de l'acétophénone risquent d'être très proches. Nous ne disposons pas de données expérimentales ni de données simulées.

Revenir à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier cas, aller à la boîte F1.

**Boîte A5<sup>xvii</sup>.**

Selon le protocole choisi, les résultats sont les suivants :

δ / ppm	Acétophénone RP	Phényléthanol RP	Intégrations relatives				
			P1	P2	P3	P4	P5
1,51		d,3	2,99	3,01	2,99	3,01	3,00
2,60	s, 3		1,62	0,16	0,13	0,75	0,02
3,08		s, 1 (OH)	0,98	0,99	0,97	0,99	0,98
4,86		qd, 1	1,00	0,99	1,01	1,00	1,00
7,32	s, 1		0,54	0,05	0,04	0,25	
7,40		m, 5	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
7,60			1,00	0,11	0,08	0,50	
					0,08	0,51	

massif

es sont terminées.

pic

RP	RP				P4	P5
	25,1	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
26,5		Petit	Non	Non	Petit	Non
	70,1	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
	125,4	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
	127,3	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
128,3	128,3	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
128,6		Oui	Petit	Petit	Petit	Non
133		Oui	Petit	Petit	Petit	Non
137,3		Petit	Non	Non	Non	Non
	145,9	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
198		Petit	Non	Non	Non	Non

Conclure<sup>xx</sup> et revenir à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier cas, aller à la boîte F1.

**Boîte A9<sup>xxxiii</sup>.**

Cette analyse peut sembler judicieuse. Quelles espèces peut-on mettre dans la référence ?

Mélange 1	Mélange 2	Mélange 3	Mélange 4
Acétophénone	Acétophénone	Acétophénone	Acétophénone
Phényléthanol	Phényléthanol	Phényléthanol	Phényléthanol
	Dichlorométhane	Dichlorométhane	Dichlorométhane
		Styrène	Styrène
			Ethanol

Mélange 5	Mélange 6	Mélange 7
Acétophénone	Acétophénone	Acétophénone
Phényléthanol	Phényléthanol	Phényléthanol
Acétate d'éthyle	Acétate d'éthyle	Acétate d'éthyle
	Styrène	Styrène
		Ethanol

Mélange x : justifier et passer à la boîte CHx.

**Boîte CH6<sup>xxxix</sup>.**

Ce mélange est acceptable si les protocoles 4 ou 5 ont été utilisés. La détection de la présence d'un sous-produit, le styrène, peut s'avérer intéressant.

Aller à la boîte A10.

**Boîte CH7<sup>xxxix</sup>.**

Ce mélange est le bon si les protocoles 4 ou 5 ont été utilisés. La détection de la présence d'un sous-produit, le styrène, peut s'avérer intéressant. La présence d'éthanol n'est néanmoins pas nécessaire car celui-ci est extrait avec les phases aqueuses.

Aller à la boîte A10.

**Boîte CH1<sup>xxxiv</sup>.**

Non, la présence résiduelle des solvants utilisés doit être dépistée. Ainsi que la présence de sous-produits.

Revenir à la boîte A9.

**Boîte CH2<sup>xxxv</sup>.**

Ce mélange est acceptable si les protocoles 1, 2 ou 3 ont été utilisés. La détection de la présence d'un sous-produit, le styrène, peut s'avérer intéressant.

Aller à la boîte A10.

**Boîte CH3<sup>xxxvi</sup>.**

Ce mélange est le bon si les protocoles 1, 2 ou 3 ont été utilisés. La détection de la présence d'un sous-produit, le styrène, peut s'avérer intéressant.

Aller à la boîte A10.

**Boîte CH4<sup>xxxvii</sup>.**

Ce mélange est le bon si les protocoles 1, 2 ou 3 ont été utilisés. La détection de la présence d'un sous-produit, le styrène, peut s'avérer intéressant. La présence d'éthanol n'est néanmoins pas nécessaire car celui-ci est extrait avec les phases aqueuses.

Aller à la boîte A10.

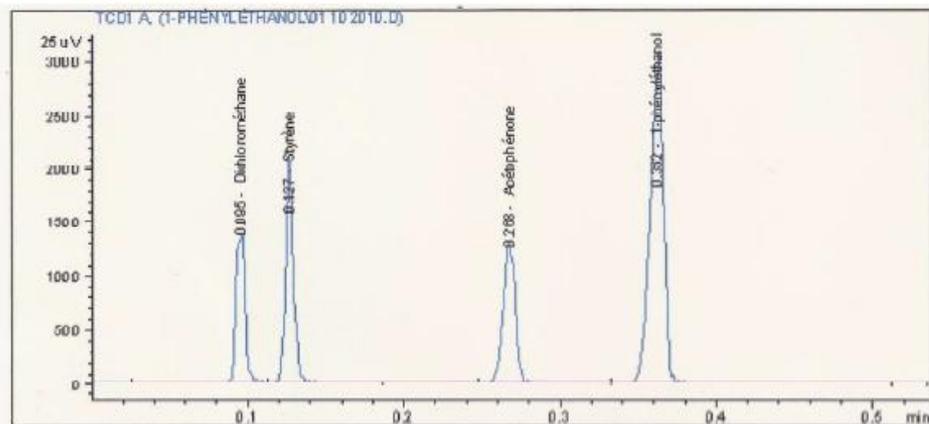
**Boîte CH5<sup>xxxviii</sup>.**

Ce mélange est acceptable si les protocoles 4 ou 5 ont été utilisés. La détection de la présence d'un sous-produit, le styrène, peut s'avérer intéressant.

Aller à la boîte A10.

## Boîte A10<sup>xxxxii</sup>

Voici le chromatogramme de référence réalisé au laboratoire :



#	RT	Signal	Compound	Lvl	Amt[g]	Area
1	0.095	TCD1 A	Dichlorométhane	1	6.9100e-2	765.570
2	0.127	TCD1 A	Styrène	1	6.1600e-2	694.870
3	0.268	TCD1 A	Acétophénone	1	6.2200e-2	678.790
4	0.362	TCD1 A	1-phényléthanol	1	1.7080e-1	1823.900

Légende : Amt(g) : masse pesée pour réalisée le mélange de référence (en g)

Voici les résultats des chromatogrammes expérimentaux :

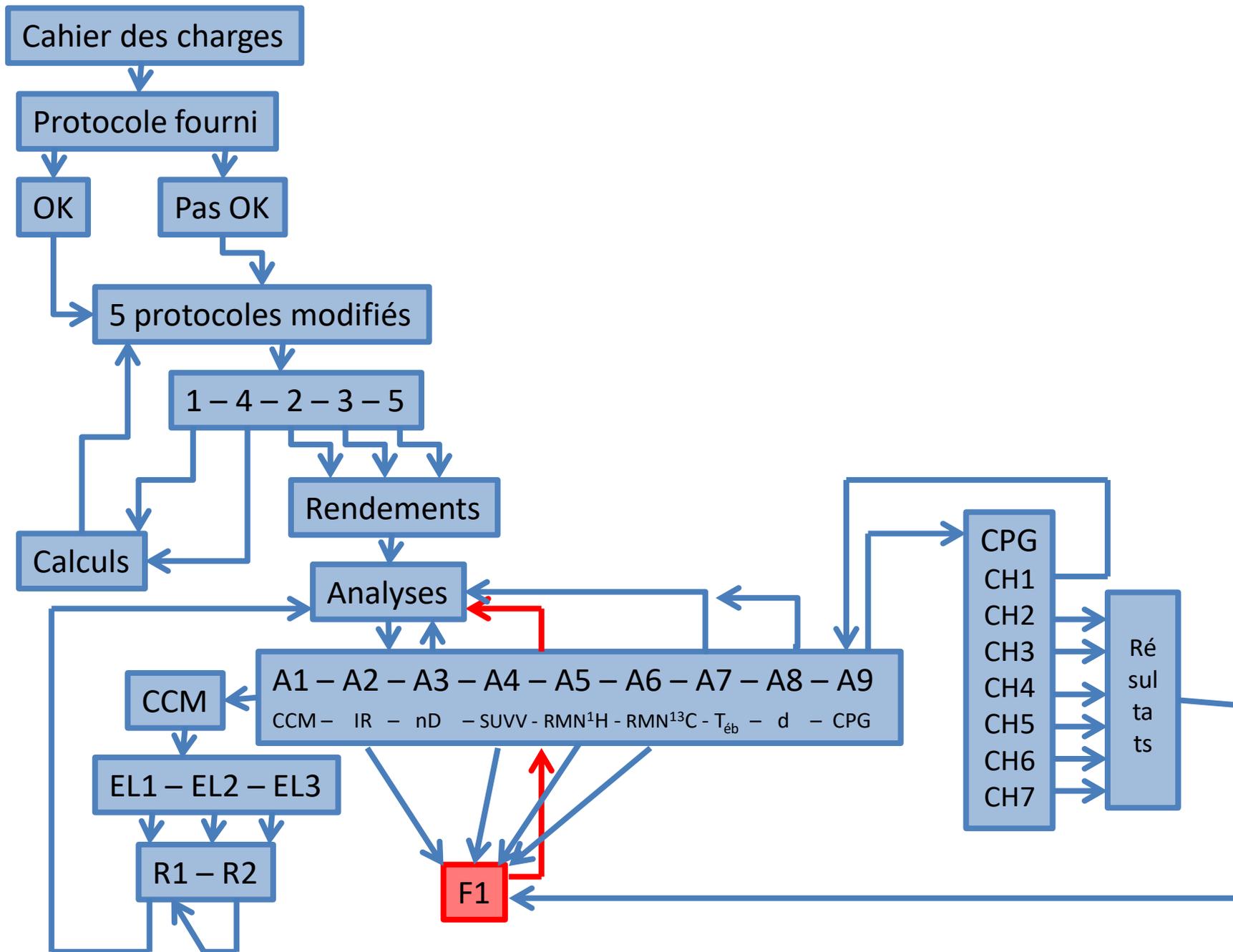
$t_r$ / min	Pourcentages surfaciques				
	P1	P2	P3	P4	P5
0,095 ± 0,004	2	6	1		
0,102 ± 0,005				5	1
0,127 ± 0,005	2	0	0	0	0
0,268 ± 0,005	33	2	1	17	1
0,362 ± 0,006	63	92	98	88	98

Conclure<sup>xxxxiii</sup> et aller à la boîte MA1 sauf si les analyses sont terminées.  
Dans ce dernier cas, aller à la boîte F1.

**Boîte F1.**

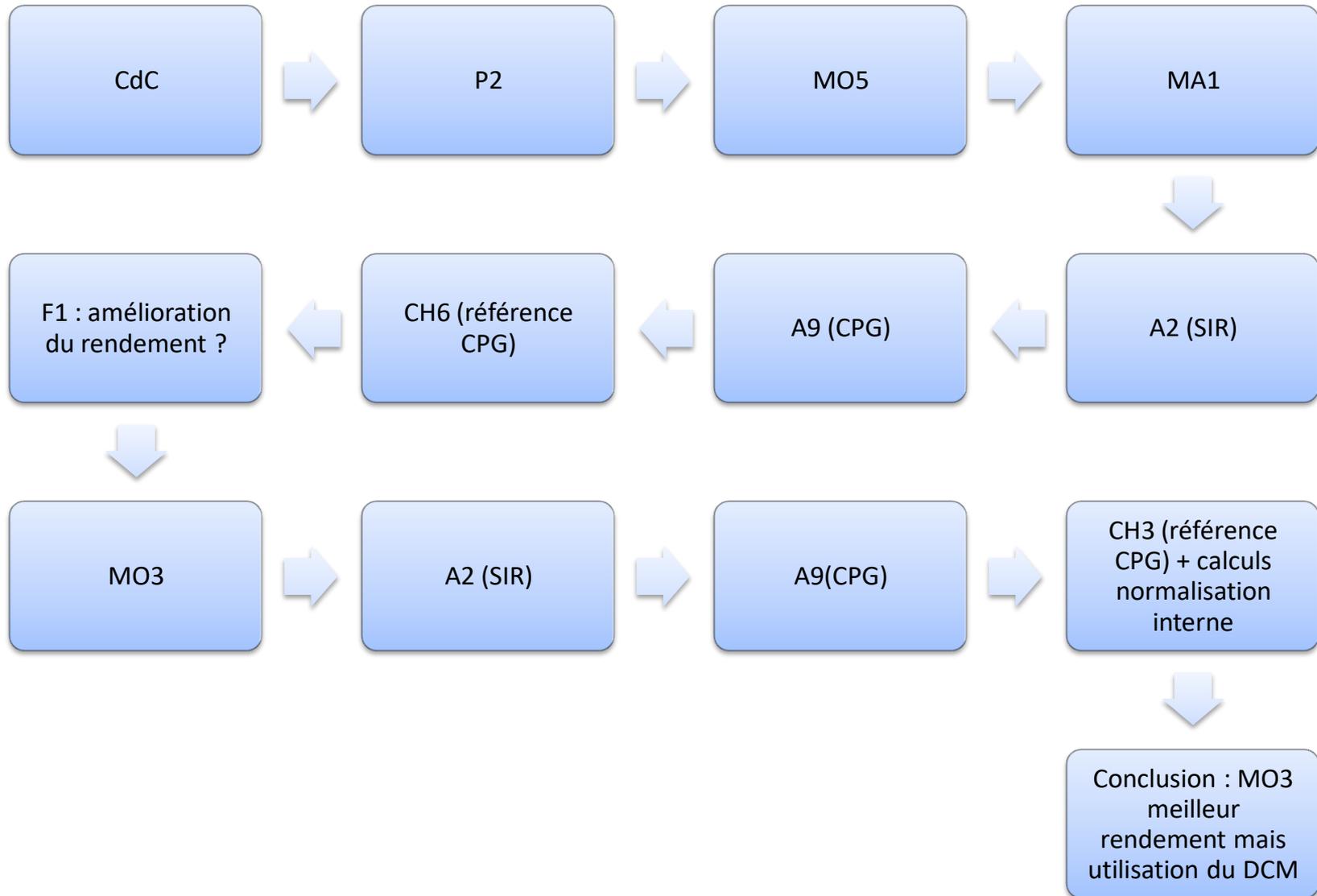
Conclure<sup>xxxx</sup> sur les améliorations à pouvoir apporter à l'ensemble de la démarche mise en œuvre au cours de ce sujet. Si vous le souhaitez, vous pouvez optimiser en repartant à la boîte P2.

Fin.

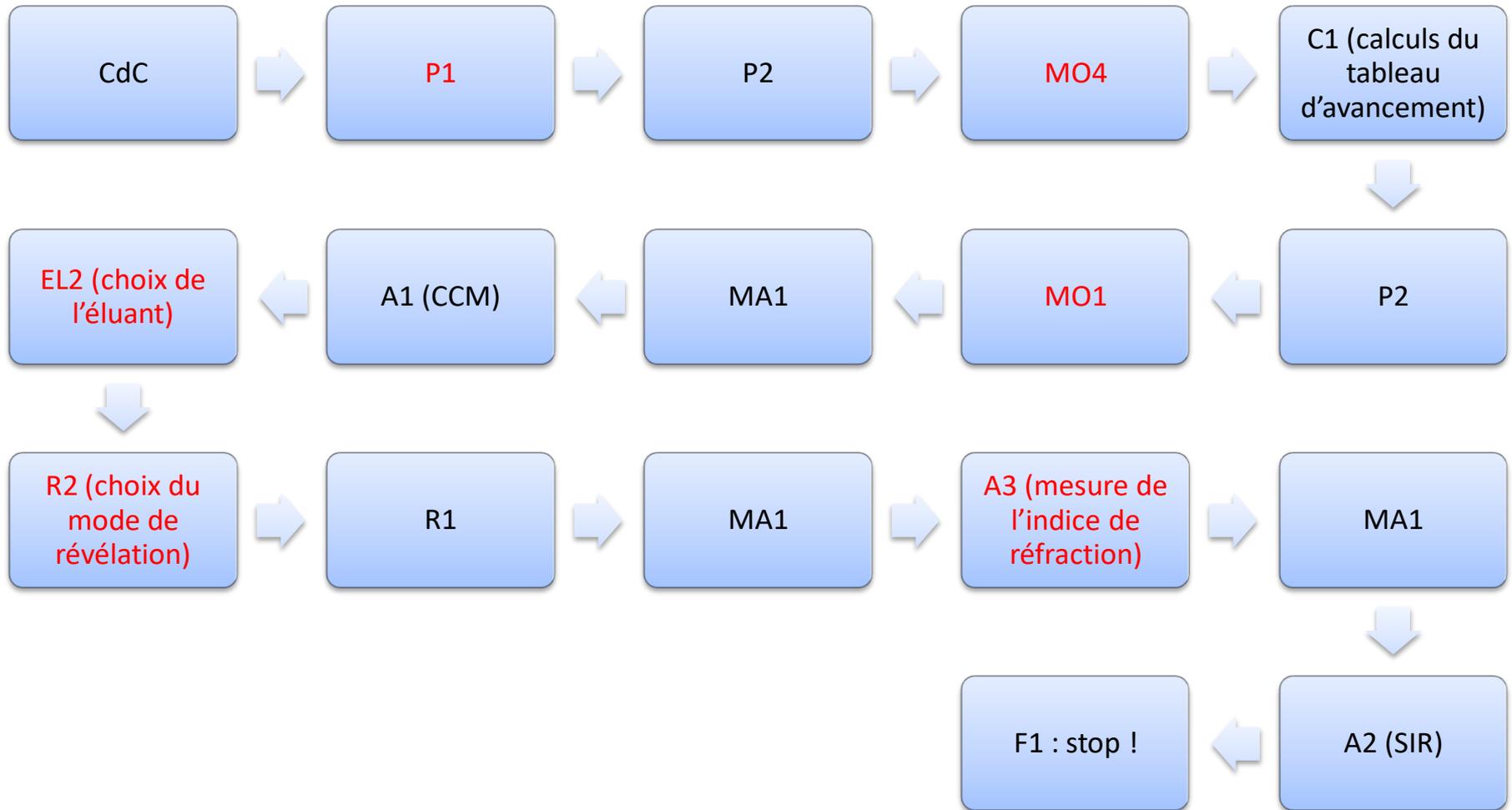




# Un enchaînement



# Un autre





# Notation

- Choix judicieux du protocole
- Choix judicieux des techniques d'analyse
- Exploitation optimale des résultats d'analyse
- Rétroactions judicieuses
- Qualité de présentation du cahier de laboratoire :
  - heure,
  - opérations,
  - justification des choix,
  - calculs,
  - formulation des conclusions,
  - mise en place de l'optimisation...



# Ce qui est évalué :

- la **capacité à utiliser les connaissances acquises** (faire un tableau d'avancement et l'exploiter ...)
- la **maîtrise de la pertinence du choix des techniques analytiques**, qualitatifs, semi quantitatifs et quantitatifs,
- **l'enchaînement logique des opérations** (notable à partir de la feuille Excel)
- la pertinence des informations rapportées dans le cahier de laboratoire (calculs de rendements, évaluation des informations déduites des analyses)

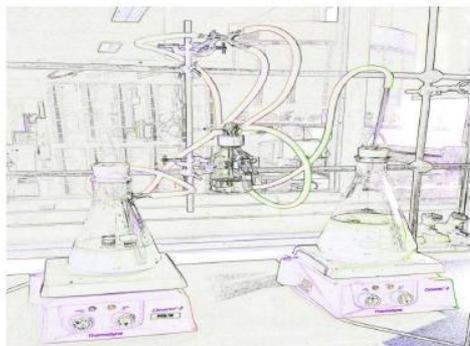
# On peut y ajouter beaucoup d'autres aspects :

- **maîtriser le risque** des expériences plus ou moins "dangereuses" (utilisation du sodium, utilisation d'agents bromants, etc.)
- **glisser des erreurs à détecter** :
  - dans la stœchiométrie de la réaction, dans les masses molaires, dans les formules fournies,
  - montages fermés,
  - se tromper de phase dans une extraction liquide-liquide,
  - mauvais contrôles de températures (donnant des produits différents),
  - des conditions de synthèses dangereuses à modifier (chauffage au bec bunsen, montages ouverts avec solvants organiques volatils, addition rapide d'un réactif générant une augmentation brusque de la température),
  - des réactifs dangereux à substituer (benzène comme solvant, mélange chloroforme-méthanol etc.),
  - faire utiliser des réactifs "périmés" ou "vieillis" (solides hydratés, solutions oxydées, carbonatées etc.)

- donner différents protocoles issus de la littérature et laisser choisir (!),
- donner des résultats d'appareils non calibrés/étalonnés,
- simuler de la démarche d'investigation (sur un Grignard par exemple), pour mettre en évidence les différents produits formés,
- mettre en évidence des phénomènes non anticipés (distillation d'azéotropes non envisagés),
- faire réfléchir sur des mécanismes réactionnels à partir de données expérimentales récupérées,
- tenter de laisser libre cours à la liberté d'action,
- ...

L'évaluation dont vous êtes le héros

## UNE REDUCTION ...



Xavier Bataille, 2020

procès. Vous ne pouvez pas de données expérimentales ni de données simulées.

Revenir à la boîte 31 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier cas, aller à la boîte 7.

### Boîte 28.

Ce mélange est le bon si les protocoles 4 ou 5 ont été utilisés. La détection de la présence d'un sous-produit, le styrène, peut s'avérer intéressant. La présence d'éthanol n'est néanmoins pas nécessaire car celui-ci est extrait avec les phases aqueuses.

Aller à la boîte 5.

### Boîte 39.

Selon le protocole choisi, les résultats sont les suivants :

Transmittance de la bande à	P1	P2	P3	P4	P5
3365 cm <sup>-1</sup>	10%	12%	11%	10%	11%
1685 cm <sup>-1</sup>	30%	-	-	20%	-

Conclusion et revenir à la boîte 31 sauf si les analyses sont terminées. Dans ce dernier cas, aller à la boîte 7.

### Sommaire

Cahier des charges.....	5
Protocoles extraits de la recherche bibliographique.....	5
Boîte 2.....	9
Boîte 3.....	9
Boîte 4.....	9
Boîte 5.....	10
Boîte 6.....	11
Boîte 7.....	11
Boîte 8.....	11
Boîte 9.....	11
Boîte 10.....	12
Boîte 11.....	13
Boîte 12.....	14
Boîte 13.....	14
Boîte 14.....	14
Boîte 16.....	15
Boîte 17.....	15
Boîte 18.....	16
Boîte 19.....	16
Boîte 20.....	17
Boîte 21.....	17
Boîte 22.....	17
Boîte 23.....	17
Boîte 24.....	18
Boîte 25.....	18
Boîte 26.....	18
Boîte 27.....	19
	3

Boîte 28.....	19
Boîte 29.....	19
Boîte 30.....	20
Boîte 31.....	20
Boîte 32.....	22
Boîte 33.....	22
Boîte 34.....	23

Le texte commence ci-dessous. Se rendre de boîte en boîte en indiquant sur votre copie le chemin parcouru (les numéros des boîtes consultées) et en répondant aux questions posées.

La rédaction doit prendre la forme d'un cahier de laboratoire, en indiquant les heures et les résultats.

La justification du choix doit être rédigée avant d'aller à la boîte suivante. Le cahier des charges et les données du tableau 1 restent toujours à disposition.

N'utiliser que les données du protocole que vous avez choisi.

Temps d'agitation / min	20	25	25
$V(\text{H}_2\text{O})$ / mL	15	15	15
$V(\text{HCl}3\text{M})$ / mL	8	9	9
Solvant d'extraction	DCM	AcOEt	AcOEt
dur d'extraction / mL	2 × 10	3 × 10	2 × 15
Lavage	Eau	Eau	Eau salée
Séchage	MgSO <sub>4</sub>	MgSO <sub>4</sub>	MgSO <sub>4</sub>
Elimination	Évaporateur rotatif	Évaporateur rotatif	Évaporateur rotatif

Choix du protocole :

- protocole 1 : justifier et se rendre à la boîte 2.
- protocole 2 : justifier et se rendre à la boîte 9.
- protocole 3 : justifier et se rendre à la boîte 11.
- protocole 4 : justifier et se rendre à la boîte 24.
- protocole 5 : justifier et se rendre à la boîte 34.

protocoles, les quantités sont correctes (elles tiennent compte du de 70 %). Le temps d'agitation a été réduit de 10 minutes ce qui est fait. Le monocol devra être remplacé par un tricol pour gérer le température et ajouter l'eau.

aller à la boîte 31.

### Boîte 12.

Cette technique fractionne mais elle oblige à manipuler du diiode particulièrement dangereux :

- Toxicité aiguë, Inhalation (Catégorie 4), H332
- Toxicité aiguë, Dermal (Catégorie 4), H312
- Irritation oculaire (Catégorie 2), H319
- Irritation cutanée (Catégorie 2), H315
- Toxicité spécifique pour certains organes cibles - exposition répétée (Catégorie 1), Orni(6), thyroïde, H372
- Toxicité spécifique pour certains organes cibles - exposition unique (Catégorie 3), Inhalation, Système respiratoire, H335
- Toxicité aiguë pour le milieu aquatique (Catégorie 1), H400

La révélation UV est conseillée.

Se rendre à la boîte 23.

### Boîte 13.

Ce mélange est le bon si les protocoles 1, 2 ou 3 ont été utilisés. La détection de la présence d'un sous-produit, le styrène, peut s'avérer intéressant. La présence d'éthanol n'est néanmoins pas nécessaire car celui-ci est extrait avec les phases aqueuses.

Aller à la boîte 5.

### Boîte 14.

Dans le protocole initial, l'acétophénone est le réactif limitant :  $n(\text{acétophénone}) = m(\text{acétophénone}) / M(\text{acétophénone}) = 25 / 120 = 208.33 \text{ mmol}$

En effet, la stoechiométrie de la réaction implique :  $n(\text{acétophénone}) = 4 \times n(\text{NaBH}_4)$

conditions suivantes celle qui vous semble la plus appropriée.

Support	Silice	Silice	Silice
Ethant %EP (777)	75	50	25
Ethant %AA (777)	25	50	75
Reactant (Arphen)	0,7	0,8	0,9
Reactant (Pheth)	0,2	0,5	0,8

Légende : EP : ether de pétrole fraction 40-60 ; AA : acétate d'éthyle ; Arphen : acétophénone ; Pheth : phényléthanol

Choisir les proportions d'éthant.

- EP / AA 75:25 (777) : justifier et aller à la boîte 25.
- EP / AA 50:50 (777) : justifier et aller à la boîte 22.
- EP / AA 25:75 (777) : justifier et aller à la boîte 26.

### Boîte 31.

Le protocole suivant est mis en œuvre (à adapter selon le choix fait précédemment).

"Dans un xx de xx mL, introduire 0,xx g de tétrahydroborate de sodium dans 12 mL d'éthanol à 95 %. Placer le ballon dans un bain de glace. Ajouter xx g d'acétophénone goutte à goutte à l'aide d'une seringue de couleur en maintenant la température du milieu réactionnel au-dessous de 50 °C. En fin l'addition terminée, agiter pendant xx min à température ambiante. Ajouter goutte à goutte 15 mL d'eau puis 5 mL d'acide chlorhydrique à 3 mol.L<sup>-1</sup> jusqu'à dissolution du solide blanc. Extraire avec 2 fois xx mL de XX. Laver les phases organiques réunies à l'eau XX. Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre puis éliminer le solvant."

Les masses obtenues, selon les protocoles, sont :

# Corrigé

	$K_{i/P}^m$
DCM	0,963
Styrène	0,946
Acétophénone	0,978
Phényléthanol	1

Les coefficients étant proches de 1, les pourcentages surfaciques peuvent être assimilés aux pourcentages massiques :

$t_r$ / min	Pourcentages massiques				
	P1	P2	P3	P4	P5
DCM	2	6	1		
Acétate d'éthyle				5	1
Styrène	2	0	0	0	0
Acétophénone	33	2	1	17	1
Phényléthanol	63	92	98	88	98

Remarque. un calcul plus fin peut être réalisé avec la formule suivante :

$$\%m_p = \frac{\%A_p}{\%A_p + \sum_i K_{i/P}^m \%A_i}$$

Mais étant donné les incertitudes sur les rendements, les valeurs ne seraient que corrigées à la marge.

Les rendements "bruts" sont calculés selon :

$$\eta = \frac{m_{\text{exp}}}{m_{\text{max}}} = \frac{m_{\text{exp}}}{\eta_{\text{reactif limitant}} \times M_{\text{Phényléthanol}}}$$

Le rendement corrigé se calcule en faisant le produit du rendement brut par le rendement chromatographique :

$$\eta_{\text{corrigé}} = \eta_{\text{chromatographique}} \times \eta_{\text{brut}}$$

	P1	P2	P3	P4	P5
$n_{\text{reactif limitant}} / \text{mmol}$	41,667	58,333	58,333	41,667	58,333
$m_{\text{max}} / \text{g}$	5,0833	7,1167	7,1167	5,0833	7,1167
$m_{\text{max,pale}} / \text{g}$	3,7	6,4	6,8	3,2	4,8
$\eta_{\text{brut}}$	72,8 %	89,9 %	95,5 %	63 %	67,4 %
$\eta_{\text{chromatographique}}$	63 %	92 %	98 %	88 %	98 %
$\eta_{\text{corrigé}}$	46 %	83 %	94 %	55 %	66 %

En conclusion, la substitution du dichlorométhane semble préjudiciable au rendement et le protocole 3 semble être le meilleur, *a priori*. Une étude de répétabilité devrait être menée pour confirmer que ce protocole est réellement le meilleur et que ces résultats ne sont pas la conséquence d'aléas ou de facteurs liés aux opérateurs.

Attention, au moins trois analyses sont nécessaires afin de pouvoir conclure. Ne pas avoir oublié de calculer les rendements et estimé la pureté.

<sup>i</sup> #2. Mauvaise lecture du cahier des charges. La masse produite sera trop importante.

<sup>ii</sup> #+1. Bonne lecture du cahier des charges.

<sup>iii</sup> #2. Mauvaise estimation des quantités. Revoir l'adaptation des quantités dans un protocole.

<sup>iv</sup> #+0. Protocole acceptable mais surconsommation d'un solvant halogéné.

<sup>v</sup> #+2. Protocole correct.

<sup>vi</sup> #+0 Protocole correct et substitution d'un solvant néfaste pour la santé.

<sup>vii</sup> #+3 Protocole correct et substitution d'un solvant néfaste pour la santé. Utilisation d'un relargage judicieux.

<sup>viii</sup> #+1. Cette technique est peu onéreuse et met 20 min à être mise en œuvre si l'éluant est donné, 1h si il n'est pas donné. La présence du cycle aromatique sur le réactif et le produit permet une détection en UV.

<sup>ix</sup> #+1. C'est en effet l'éluant permettant la meilleure séparation.

<sup>x</sup> #+0. Ce n'est pas l'éluant optimal.

<sup>xi</sup> #1. Ce n'est pas l'éluant optimal.

<sup>xii</sup> #+1. Les résultats montrent la présence de traces d'acétophénone.

<sup>xiii</sup> #+0.

<sup>xiv</sup> #+1. Cette technique est très rapide (10 min avec l'appareil très élevé.

du fichier avec le bon formalisme et à la bon Les spectres de RMN <sup>1</sup>H du réactif et du produit sont très différents.

moeyment onéreuse (le prix d'achat d'une FTIR simple et nombre d'acquisition est très élevé sur le moins 100 000)). <sup>xv</sup> #+4. On peut déduire des spectres RMN la quantité relative de chaque produit. les résultats sont :

	P1	P2	P3	P4	P5
% phényléthanol	65	95	96	80	100
% acétophénone	35	5	4	20	0

La présence sur le réactif (et l'absence sur le produit) d'une bande C=O confère à la SIR une grande pertinence. les résultats montrent l'absence de cétone. Même si la CCM indique le contraire. <sup>xvi</sup> #1. Cette technique est très rapide (10 min en régime de l'appareil moyennement élevé.

Mauvaise pioche, les deux indices sont trop proches

<sup>xvii</sup> #0. Cette technique prend un temps variable en mode qualitatif : 5 min si les conditions sont correctes, 45 min si les conditions ne le sont pas. Il faut également tenir compte de :

des données avec le bon formalisme et à la bonne a Cette technique est moyennement onéreuse : le prix UVV est moyennement élevé mais l'entretien est si

très élevé sur le temps de vie d'un appareil (au moins 10 ans) Nous ne disposons pas de données.

<sup>xviii</sup> #1. Le temps d'acquisition est long (~30 min) et le coût de l'appareil très élevé.

La présence sur le réactif (et l'absence sur le produit) d'une bande C=O confère à la RMN <sup>13</sup>C une grande pertinence : la présence d'un signal vers 200 ppm

caractéristique d'un atome de carbone d'une fonction cétone mettra en évidence la présence du réactif.

<sup>xix</sup> Les conclusions vont dans le même sens que la RMN du proton

<sup>xx</sup> #1. Le temps d'analyse est long, l'incertitude de mesure élevée même si le montage utilise du matériel courant de laboratoire.

Mauvaise pioche, les deux températures d'ébullition sont trop proches.

<sup>xxi</sup> #1. Cette technique est très rapide (5 min) et le coût de l'appareil peu élevé.

Mauvaise pioche, les deux densités sont trop proches.

<sup>xxii</sup> #+2. Une CPG sur des liquides d'avère en effet judicieux.

<sup>xxiii</sup> #1. Ne pas se limiter au réactif et au produit.

<sup>xxiv</sup> #+1. Si les protocoles 1, 2 ou 3 ont été mis en œuvre.

<sup>xxv</sup> #+2. Si les protocoles 1, 2 ou 3 ont été mis en œuvre.

<sup>xxvi</sup> #+2. Si les protocoles 1, 2 ou 3 ont été mis en œuvre.

<sup>xxvii</sup> #+1. Si les protocoles 4 ou 5 ont été mis en œuvre.

<sup>xxviii</sup> #+2. Si les protocoles 4 ou 5 ont été mis en œuvre.

<sup>xxix</sup> #+2. Si les protocoles 4 ou 5 ont été mis en œuvre.

<sup>xxx</sup> #+1.

<sup>xxxi</sup> #+10. Les calculs de rendements chromatographiques et rendements corrigés sont attendus.

Calcul des coefficients de réponse :

$$K_{i/P}^m = \frac{\%m_{i/P}^{exp}}{\%m_P^{exp}} = \frac{\%A_{i/P}^{exp}}{\%A_P^{exp}}$$

La référence est prise pour l'acétophénone :

# Retour d'expériences

- Testé sur 70 étudiants sur 3 classes
- Temps d'épreuve : entre 60 et 90 min
- Notes révélatrices des compétences expérimentales de l'étudiant
- Pas de constatation de stratégie de contournement
- Points bloquants :
  - le tableau d'avancement
  - l'analyse qualitative RMN (mélange)
  - L'analyse quantitative en CPG (**formule fournie à la demande**)
- Questionnaire de fin d'évaluation

J'ai bien aimé cet exercice, ça m'a permis de voir que je perds trop de temps à chercher des choses dont je n'ai pas besoin. Par exemple pour la première question, après avoir calculé la quantité théorique j'ai continué à chercher pourquoi le protocole n'était pas adapté alors que cela suffisait. Je fais pleins de petites choses comme ça qui fait que je perds beaucoup de temps, et du coup je n'ai pas eu le temps pour les analyses.

Alors concernant cette évaluation innovante, on va dire que c'est drôle quand on a juste directement et **déprimant quand on choisi toutes les mauvaises boîtes** ! Mais sinon c'était bien quand même !

J'ai moyennement aimé ce petit jeux bien que ce n'étais pas très difficile **j'ai trouvé ca très stressant, et je pense ne pas être un héros**

Concernant ce que j'en ai pensé j'ai trouvé cela très intéressant et encourageant à travailler car on sait que la bonne réponse est là mais on doit chercher laquelle l'est.

Moi personnellement j'ai beaucoup aimé ce jeux. C'est **divertissant** je trouve. Merci pour ce petit jeux.

Cet exercice était vraiment sympa et assez **ludique**, j'ai beaucoup aimé.

C'était plutôt amusant :)

C'etait vraiment bien, cela change un peu des cours/TP habituels et c'est très ludique et intéressant.

**J'aurais aimé accéder à la boîte F1**. Mais j'ai pas vu le temps passer à cause de ma rédaction. Cette séance était super intéressante. Merci pour l'initiative, **c'est mieux que les cours sur le Cned**, où je ne suivais que la moitié à cause des problèmes de connexion.

J'aimerais avoir accès à la boîte F1 mais je n'ai pas eu assez de temps à cause des problèmes de connexion que j'ai eu donc j'avais du mal à ouvrir les fichiers que vous m'avais envoyé à chaque fois. Mais j'ai bien appréciée cette séance et je me suis bien amusée. Je vous remercie pour cette séance excellente.

J'étais sceptique mais au final, j'ai trouvé cela sympathique, ça change des cours de d'habitude. **On peut avancer à notre rythme** et c'est plus "ludique". Merci beaucoup.

Ce **nouveau concept est très intéressant** et a été pour moi plaisant à faire. Je n'ai pas de nouvelles idées pour améliorer certaines choses. Je le trouve déjà assez complet !

Alors moi j'ai bien aimé le principe ça permet de rester actif. Je suis juste allé un peu trop vite au début. Je ne vois pas d'amélioration à y apporter.