

1. OBJECTIF

2. UN AROME DE BANANE

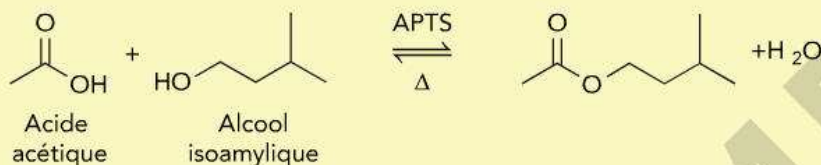
■ Un arôme de banane

Les esters volatils sont souvent utilisés pour produire des arômes et des fragrances synthétiques.

On désire préparer un ester dont la saveur et l'odeur sont ceux de la banane.

Cet ester est l'acétate d'isoamyle; il est utilisé pour aromatiser certains sirops.

L'équation de la réaction de sa synthèse s'écrit :



Données :

Produits	Données physiques	Pictogrammes de sécurité
Alcool isoamylique	$M = 88,1 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$. $T_{\text{éb}} = 128 \text{ }^\circ\text{C}$ et $d = 0,81$. Très peu soluble dans l'eau et encore moins soluble dans l'eau salée.	
Acide acétique	$M = 60,1 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$. $T_{\text{éb}} = 118 \text{ }^\circ\text{C}$ et $d = 1,05$. Grande solubilité dans l'eau (très grande pour CH_3COO^-).	
Acétate d'isoamyle	$M = 130,2 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$. $T_{\text{éb}} = 142 \text{ }^\circ\text{C}$ et $d = 0,87$. Très peu soluble dans l'eau et encore moins soluble dans l'eau salée.	
Eau salée saturée	$d = 1,3$.	

Questions

1) À quelle catégorie appartient cette réaction ?

Cette réaction est une réaction de substitution, résultat d'une addition suivie d'une élimination.

2) Identifier les fonctions chimiques des réactifs et du produit organique formé.

Fonction présentes : acide acétique (fonction acide carboxylique), alcool isoamylique (fonction alcool primaire) et acétate d'isoamyle (fonction ester).

3) Nommer les réactifs et le produit organique dans la nomenclature IUPAC.

Noms des réactifs et des produits : acide éthanoïque, 3-méthylbutan-1-ol et éthanoate de 3-méthylbutyle.

4) Observer les pictogrammes des réactifs utilisés. Rechercher les risques (voir annexe) que peut présenter leur

Pour l'APTS et l'acide acétique : manipuler avec des gants et des lunettes.

Pour l'alcool isoamylique : prélever sous hotte, manipuler avec des gants et des lunettes, tenir éloigné de toute flamme.

Pour l'acétate d'isoamyle : tenir éloigné de toute flamme.

4. EXPLOITATION

4.1. Synthèse

1) L'APTS est un catalyseur, quel est son rôle ?

L'APTS augmente la vitesse de la réaction.

2) Quel est le rôle de la pierre ponce ?

La pierre ponce permet d'avoir une ébullition régulière.

3) Pour quelle raison chauffe-t-on le milieu réactionnel ? Pourquoi chauffe-t-on à reflux ?

Le milieu réactionnel est chauffé pour augmenter la vitesse de la réaction.

On chauffe à reflux pour éviter toute perte de matière/ne pas perdre de produits et de réactifs

4) Pourquoi refroidit-on ensuite le milieu réactionnel ?

Le milieu réactionnel est refroidi pour recondenser les vapeurs et pour pouvoir conduire la suite des opérations à froid.

4.2. Séparation

5) Si on augmentait nettement la durée du chauffage, resterait-il encore de l'acide acétique et de l'alcool isoamylique dans le milieu réactionnel? Justifier en vous aidant de l'écriture de l'équation de la réaction.

La réaction est limitée (double flèche ds l'équation), donc, même en augmentant la durée de la réaction, il resterait encore des réactifs.

6) Quel est le rôle d'une ampoule à décanter ?

L'ampoule à décanter permet de séparer les phases aqueuse et organique

7) Faire le bilan des espèces chimiques présentes dans la phase aqueuse et dans la phase organique.

Phase aqueuse : APTS, acide acétique.

Phase organique : alcool isoamylique, acétate d'isoamyle.

8) Prévoir les positions relatives de la phase organique et de la phase aqueuse dans l'ampoule à décanter.

La densité de l'ester (constituant majoritaire de la phase organique) est inférieure à 1, donc la phase organique est située au-dessus de la phase aqueuse.

9) Proposer une méthode expérimentale permettant de vérifier cette prévision.

On peut verser une goutte d'eau dans l'ampoule à décanter et regarder si elle traverse la phase supérieure

10) a) En exploitant le tableau de données, justifier le rôle joué par le chlorure de sodium,

Le chlorure de sodium permet de diminuer la solubilité des espèces chimiques organiques dans la phase aqueuse.

b) Comment s'appelle cette technique ?

Cette technique s'appelle le relargage.

11) Écrire l'équation de la réaction qui a lieu lors du lavage. On donne les couples acide/base mis en jeu :



12) Quel est le rôle du lavage de la phase organique avec la solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium, $\text{Na}^+_{(\text{aq})} + \text{HCO}_3^-_{(\text{aq})}$?

En lavant la phase organique avec la solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium, l'acide acétique est transformé en ion carboxylate, beaucoup plus soluble dans la phase aqueuse que dans la phase organique. Cette étape permet donc de purifier la phase organique.

4.3. Caractérisation

13) En s'aidant de l'annexe, vérifier que le spectre peut être celui de l'acétate d'isoamyle.

La bande intense vers 1740 cm^{-1} est caractéristique de la liaison C=O des esters.

14) Pourquoi ce spectre permet-il d'affirmer qu'il ne reste plus d'alcool ou d'acide dans le distillât ?

Il n'y a pas de bande entre 3200 et 3600 cm^{-1} , ce qui implique l'absence de la liaison OPH. On peut donc conclure qu'il n'y a plus de trace d'alcool et d'acide carboxylique.

4.4 Rendement

15) Calculer les quantités de matière de chacun des réactifs. Les réactifs ont-ils été utilisés dans les proportions stœchiométriques ? (sinon préciser)

Calcul des quantités de matière des réactifs : $n_{(\text{alcool})}$

On a $d = \frac{\rho_{\text{alcool}}}{\rho_{\text{eau}}}$

On a $\rho_{\text{alcool}} = \frac{m}{V_1}$

On a $n_{(\text{alcool})} = \frac{m}{M}$

D'où : $n_{(\text{alcool})} = \rho_{\text{alcool}} \cdot \frac{V_1}{M}$

$n_{(\text{alcool})} = d \cdot \rho_{\text{eau}} \cdot \frac{V_1}{M} = 0,81 \cdot 1 \cdot \frac{20}{88,1}$

$n_{(\text{alcool})} = 1,8 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$

g.mL⁻¹

mL

g.mol⁻¹

Calcul des quantités de matière des réactifs : $n_{(\text{acide})}$

Binôme 1

$n_{(\text{acide})} = d \cdot \rho_{\text{eau}} \cdot \frac{V_2}{M} = 1,05 \cdot 1 \cdot \frac{10}{60,1}$

$n_{(\text{acide})} = 1,7 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$

D'après le TA, les réactifs sont dans les % stœchiométriques

Binôme 2

$$n_{(\text{acide})} = d \cdot \rho_{\text{eau}} \cdot \frac{V_2}{M} = 1,05 \cdot 1 \cdot \frac{20}{60,1}$$

$$n_{(\text{acide})} = 3,5 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

D'après le TA, l'acide est en excès

16) Calculer le rendement de la synthèse.

Calcul du nombre de moles théorique d'ester : n_{th}

- D'après le TA

$$n_{(\text{alcool})} = n_{\text{th}} = 1,7 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

Calcul du nombre de moles pratique n_p de produit :

binôme 1

$$n_p = \frac{m}{M} = \frac{\dots}{130,2} = \dots \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

binôme 2

$$n_p = \frac{m}{M} = \frac{\dots}{130,2} = \dots \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

Calcul du rendement

binôme 1

$$\text{Donc : } R = \frac{n_p}{n_{\text{th}}} = \frac{\dots \cdot 10^{-2}}{1,7 \cdot 10^{-2}} \times 100 = \dots \%$$

binôme 2

$$\text{Donc : } R = \frac{n_p}{n_{\text{th}}} = \frac{\dots \cdot 10^{-2}}{1,7 \cdot 10^{-2}} \times 100 = \dots \%$$

17) Mettre en commun les résultats obtenus par les 2 binômes et conclure.

Le rendement est plus élevé pour la synthèse effectuée selon le protocole 2

18) Quelle stratégie de synthèse a été ici utilisée pour augmenter le rendement de la synthèse ? Proposer une autre méthode ?

Pour augmenter le rendement, on a déplacé l'équilibre dans le sens direct en utilisant un réactif en excès.

On pourrait également déplacer l'équilibre dans le sens direct et donc augmenter le rendement en éliminant du milieu réactionnel un des produits de la réaction :

-ester (par distillation)

-eau (appareil de Dean-Stark)