

1. OBJECTIF

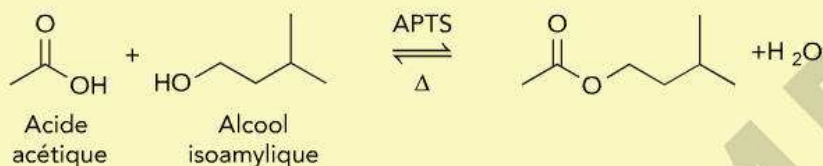
- **Déplacement d'équilibre** : étudier comment les conditions expérimentales influence le rendement d'une réaction chimique.
- **Protocole de synthèse** : étudier les techniques employées lors de la synthèse d'une espèce liquide

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	$d = 1,3$.	

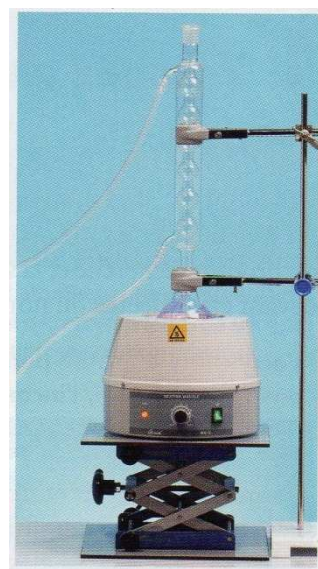
Questions

- 1) À quelle catégorie appartient cette réaction?
- 2) Identifier les fonctions chimiques des réactifs et du produit organique formé.
- 3) Nommer les réactifs et le produit organique dans la nomenclature IUPAC.
- 4) Observer les pictogrammes des réactifs utilisés. Rechercher les risques (voir annexe) que peut présenter leur manipulation. Quelles sont les précautions à prendre?

3. SYNTHÈSE



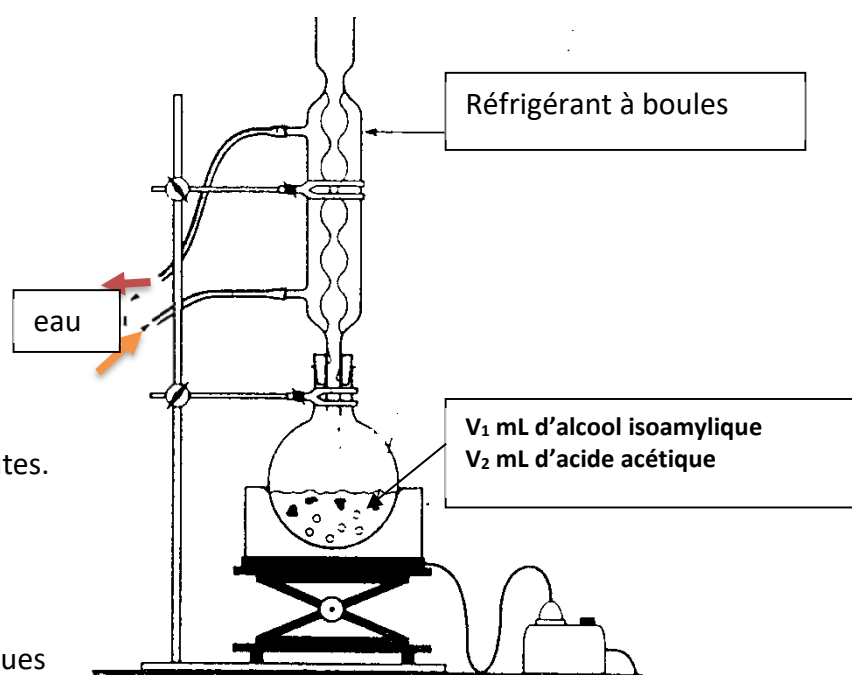
attention attention attention attention
Pour manipuler, mettre obligatoirement des lunettes et des gants



3.1. Protocole expérimental

- Dans un ballon monocol, introduire un volume V_1 d'alcool isoamylique et un volume V_2 d'acide acétique.
- Ajouter une pointe de spatule d'acide paratoluènesulfonique (APTS) et quelques grains de pierre ponce (ou 1 barreau aimanté si agitation magnétique).
- Réaliser un montage de chauffage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 minutes.

- Au bout de 30 minutes, arrêter le chauffage et tout en laissant la circulation d'eau dans le réfrigérant, laisser refroidir le ballon à l'air quelques minutes, puis à l'eau froide.



	Binôme 1	Binôme 2
Alcool isoamylique	$V_1 = 20 \text{ mL}$	$V_1 = 20 \text{ mL}$
Acide acétique	$V_2 = 10 \text{ mL}$	$V_2 = 20 \text{ mL}$

3.2. Séparation

-Verser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter.

Deux phases non miscibles apparaissent : la phase aqueuse et la phase organique.

- Ajouter 50 mL d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium. Agiter, puis laisser décanter.

- Récupérer la phase aqueuse dans un erlenmeyer puis la jeter.

- Laver la phase organique avec une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium. Agiter tout en dégazant régulièrement jusqu'à ce que l'effervescence cesse.

- Laisser la phase organique dans l'ampoule à décanter et jeter la phase aqueuse

- Laver la phase organique avec 50 mL d'eau froide.

- Laisser la phase organique dans l'ampoule à décanter et jeter la phase aqueuse

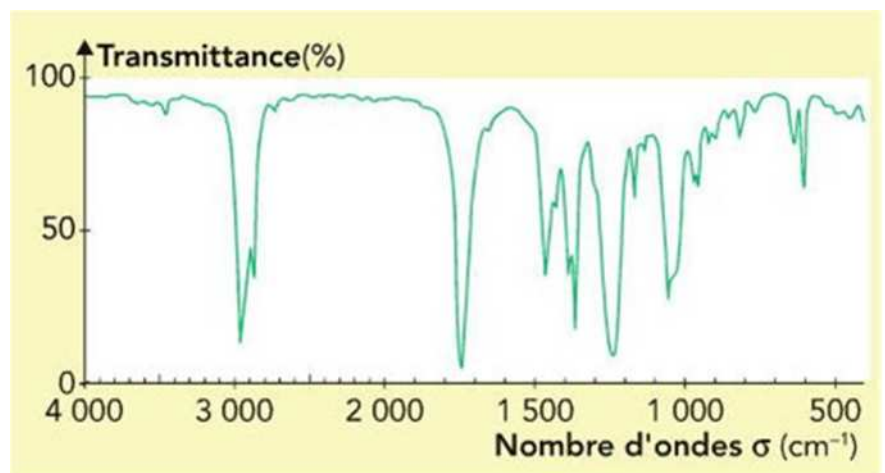
- (A réaliser, seulement si vous avez le temps sinon passer directement à l'étape suivante) Recueillir la phase organique dans un erlenmeyer. Sécher la phase organique à l'aide de sulfate de magnésium anhydre. Filtrer.

- Récupérer la **phase organique** dans un erlenmeyer préalablement taré.

- Peser la masse m_v de produit obtenu.

3.3. Caractérisation

Pour augmenter la pureté du produit synthétisé, on pourrait également procéder à sa distillation. Ci-contre, le spectre IR du distillat :



4. EXPLOITATION

4.1. Synthèse

- 1) L'APTS est un catalyseur, quel est son rôle ?
- 2) Quel est le rôle de la pierre ponce (ou du barreau aimanté si agitation magnétique)?
- 3) Pour quelle raison chauffe-t-on le milieu réactionnel ? Pourquoi chauffe-t-on à reflux ?
- 4) Pourquoi refroidit-on ensuite le milieu réactionnel ?

4.2. Séparation

- 5) Si on augmentait nettement la durée du chauffage, serait-il possible de transformer entièrement l'acide acétique et l'alcool isoamylique en acétate d'isoamyle? Justifier en vous aidant de l'écriture de l'équation de la réaction.
- 6) Quel est le rôle d'une ampoule à décanter ?
- 7) Faire le bilan des espèces chimiques présentes dans la phase aqueuse et dans la phase organique.
- 8) Prévoir les positions relatives de la phase organique et de la phase aqueuse dans l'ampoule à décanter.
- 9) Proposer une méthode expérimentale permettant de vérifier cette prévision.
- 10) a) En exploitant le tableau de données, justifier le rôle joué par le chlorure de sodium.
b) Comment s'appelle cette technique ?
- 11) Écrire l'équation de la réaction qui a lieu lors du lavage. On donne les couples acide/base mis en jeu :
 $\text{H}_2\text{O}_{(l)}, \text{CO}_{2(aq)}/\text{HCO}_3^-_{(aq)}$,
 $\text{CH}_3\text{COOH}_{(aq)}/\text{CH}_3\text{COO}^-_{(aq)}$.

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

4.3. Caractérisation

- 13) En s'aidant de l'annexe, vérifier que le spectre peut être celui de l'acétate d'isoamyle.
- 14) Pourquoi ce spectre permet-il d'affirmer qu'après extraction, lavage et distillation, il ne reste plus d'alcool ou d'acide dans le produit de la synthèse ?

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)
- 16) Calculer le rendement de la synthèse. **(Aidez-vous d'un tableau d'avancement)**
- 17) Mettre en commun les résultats obtenus par les 2 binômes et conclure.
- 18) Quelle stratégie de synthèse a été ici utilisée pour augmenter le rendement de la synthèse ? Proposer une autre méthode ?