

| | | |
|-------------------------|---------------------------|------------------------------|
| Chimie P1/CH3/TP n°5 | Partie | Chapitre |
| | « Chimique ou naturel ? » | Synthèse d'espèces chimiques |

TP N°5 : Synthèse d'une espèce chimique

Objectifs :

- Réaliser la synthèse d'un ester aromatique à forte odeur de banane, l'acétate d'isoamyle ;
- Suivre un protocole expérimental en respectant les consignes ;
- Connaître le montage du chauffage à reflux.

Les esters sont à l'origine du goût et de l'odeur agréable de nombreux fruits, fleurs et parfums artificiels.

Les senteurs naturelles doivent leur délicatesse à des mélanges complexes contenant souvent plus de cent espèces chimiques différentes. Par contre, les parfums artificiels sont souvent constitués d'une seule espèce chimique ou d'un mélange très simple ce qui les rend moins coûteux.

1. La transformation chimique

L'acétate d'isoamyle est un ester présent dans certaines plantes (jasmin, eucalyptus, bergamote) et dans la banane. Il est utilisé dans l'alimentation comme arôme de banane, et à faibles doses, en parfumerie. On veut réaliser sa synthèse.

1.1. Les réactifs et les produits

| | Nom | T _{éb} (°C) | Densité | Solubilité dans l'eau |
|--------------|---|----------------------|---------|-----------------------|
| Les réactifs | Acide acétique ou Acide éthanóïque pur | 118 | 1,05 | Grande |
| | Alcool isoamylique ou 3-méthylbutan-1-ol | 128,5 | 0,81 | Très faible |
| Les produits | Acétate d'isoamyle ou l'éthanoate de 3-méthylbutyle | 142 | 0,87 | Très faible |
| | Eau | 100°C | 1,00 | / |

1.2. La transformation chimique


L'acide éthanóïque et l'alcool isoamylique réagissent pour donner l'acétate d'isoamyle et de l'eau.


Dans cette synthèse, l'acide éthanóïque sera introduit en excès.

La transformation chimique est lente. Pour l'accélérer, on chauffe le mélange réactionnel et on ajoute un catalyseur : l'acide sulfurique (l'acide sulfurique est très soluble dans l'eau).

2. Sécurité

Les fiches de sécurités associées aux réactifs utilisés sont données ci-dessous :

| Acide éthanóïque (acétique) | CH ₃ COOH |
|--|---|
| Risques |  |
| <div style="background-color: red; color: white; padding: 2px; display: inline-block;">R35</div> Provoque de graves brûlures. <div style="background-color: red; color: white; padding: 2px; display: inline-block;">R36</div> Irritant pour les yeux. <div style="background-color: red; color: white; padding: 2px; display: inline-block;">R38</div> Irritant pour la peau. | |
| Sécurité | |
| <div style="background-color: green; color: white; padding: 2px; display: inline-block;">S23</div> Ne pas respirer les gaz / vapeurs / fumées / aérosols (termes appropriés à indiquer par le fabricant). <div style="background-color: green; color: white; padding: 2px; display: inline-block;">S26</div> En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste. <div style="background-color: green; color: white; padding: 2px; display: inline-block;">S45</div> En cas d'accident ou de malaise consulter immédiatement un médecin (si possible lui montrer l'étiquette). | |

| Alcool isoamylique ou 3-méthylbutan-1-ol | C ₅ H ₁₂ O |
|---|---|
| Risques |  |
| <ul style="list-style-type: none"> ■ R10 Inflammable. ■ R20 Nocif par inhalation. ■ R37 Irritant pour les voies respiratoires. ■ R66 L'exposition répétée peut provoquer dessèchement ou gerçures de la peau. | |
| Sécurité | |
| <ul style="list-style-type: none"> ■ S2 Conserver hors de la portée des enfants. ■ S46 En cas d'ingestion consulter immédiatement un médecin et lui montrer l'emballage ou l'étiquette. | |

1. Quel est le nom de chaque symbole représenté dans les fiches de sécurité ?
2. Quelles précautions faudra-t-il veiller à prendre lors de ce TP ?

| | | |
|-------------------------|---------------------------|------------------------------|
| Chimie P1/CH3/TP n°5 | Partie | Chapitre |
| | « Chimique ou naturel ? » | Synthèse d'espèces chimiques |

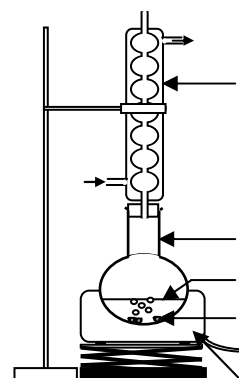
3. Synthèse de l'acétate d'isoamyle

3.1. Protocole expérimental

- Dans un ballon contenant déjà 15 mL d'acide éthanoïque et 10 gouttes d'acide sulfurique concentré, introduire avec précaution 10 mL d'alcool isoamylique mesuré à l'éprouvette graduée et quelques grains de pierre ponce.
- Placer le ballon dans le chauffe-ballon et le fixer à l'aide d'une pince.
- Fermer le ballon à l'aide du réfrigérant à eau.
- Relier le réfrigérant au robinet
- **Faire vérifier votre montage par le professeur !**
- Porter à ébullition **douce** pendant environ 25 min.
- Éteindre le chauffe-ballon, baisser le support élévateur et laisser refroidir.

3.2. Principe du chauffage à reflux

1. Compléter le schéma du montage de chauffage à reflux donné ci-contre:
2. À quoi sert le chauffage ?
3. Dans quel sens doit circuler l'eau dans le réfrigérant ? Pourquoi ?
4. Quel est le rôle du réfrigérant à eau ?
5. Comment régler la température du dispositif de chauffage ?
6. Pourquoi le réfrigérant doit-il rester ouvert dans sa partie supérieure ?
7. Expliquer en une phrase, l'intérêt du chauffage à reflux.
8. À quoi sert l'acide sulfurique ?
9. Quel est le rôle de la pierre ponce ?
10. Donner une définition du mot « synthèse » en utilisant les mots : « réactifs », « produits », « transformation chimique ».
11. Dans le paragraphe 1.2, que signifie la phrase « l'acide éthanoïque sera introduit en excès » ?
12. Quelles sont les espèces chimiques présentes dans le ballon à la fin de la transformation chimique ?



4. Extraction de l'acétate d'isoamyle synthétisé.

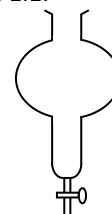
4.1. Protocole expérimental

- D'une manière générale, les espèces chimiques organiques sont moins solubles dans l'eau salée que dans l'eau. Verser le mélange obtenu dans un verre à pied contenant environ 60 mL d'eau salée (solution concentrée de chlorure de sodium) : c'est le **relargage**.
- Verser le contenu du verre à pied dans une ampoule à décanter. Agiter en évacuant le gaz qui se dégage.
- Après décantation, récupérer la phase organique dans un petit bécher.

4.2. Extraction de l'espèce synthétisée

Pour répondre aux questions suivantes, penser à s'aider du tableau donné dans le paragraphe 1.1.

1. Que contient le verre à pied après le relargage ?
2. Combien y a-t-il de phases dans l'ampoule à décanter ?
3. Comment s'appelle chacune de ces phases ?
4. Que contient chaque phase ?
5. Quelle est la plus dense ?
6. Compléter le schéma de l'ampoule à décanter.



5. Identification de l'espèce synthétisée

Après avoir synthétisé une espèce chimique, il faut la caractériser pour être sûr qu'elle correspond bien à l'espèce chimique attendue.

Pour cela, à l'aide de l'éluant adéquat, on réalise une C.C.M (chromatographie sur couche mince) avec le produit synthétisé (noté A), l'arôme de banane commercial (noté B) et l'acétate d'isoamyle pur (C). On obtient le chromatogramme ci-contre.

1. Comment peut-on interpréter ce chromatogramme ?
2. Décrire le protocole expérimental à suivre pour réaliser cette chromatographie.

