

## A8. TP Synthèse d'un ester odorant

Les esters sont les espèces chimiques responsables du goût et de l'odeur agréable de nombreux fruits et fleurs. On peut les extraire des produits naturels mais on préfère en général les synthétiser à partir d'autres espèces chimiques car cette opération est très souvent moins onéreuse.

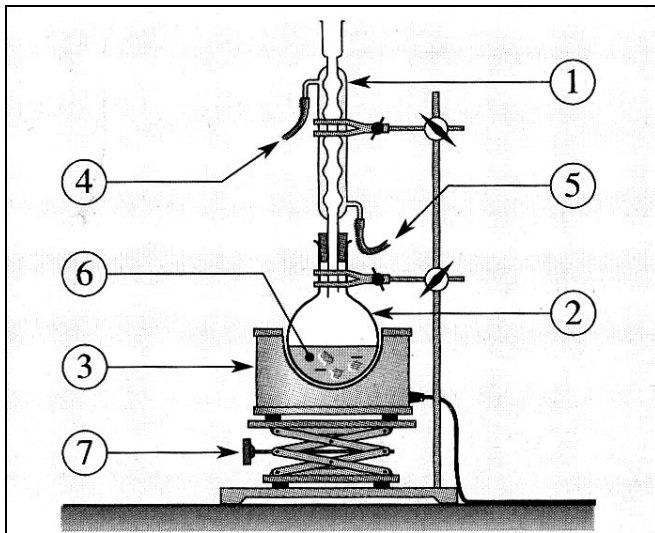
On désire réaliser la synthèse de l'**acétate d'isoamyle**, un ester odorant à odeur et saveur de banane, utilisé comme arôme dans l'industrie agro-alimentaire.

Le bilan de cette réaction de synthèse est :



### I. Synthèse :

#### 1. Montage :



- ① .....
- ② .....
- ③ .....
- ④ .....
- ⑤ .....
- ⑥ .....
- ⑦ .....

#### 2. Protocole expérimental :

- dans un ballon de 250 mL bien sec, introduire :
  - 10 mL d'alcool isoamylique
  - 30 mL d'anhydride acétique
  - 2 à 3 grains de pierre – ponce pour régulariser l'ébullition.
 les volumes de liquide seront mesurés à l'aide d'une éprouvette graduée.

- réaliser le montage en adaptant un réfrigérant à eau vertical sur le ballon.
- mettre en route la circulation de l'eau dans le réfrigérant : l'eau froide doit rentrer par l'extrémité inférieure.
- **chauffer à reflux** le mélange réactionnel à l'aide du chauffe – ballon pendant 30 min environ : il faut entretenir l'ébullition sans bouillonnement excessif.
- à l'issue de la période de chauffage, retirer le ballon et le refroidir sous un courant d'eau froide.

#### 3. Exploitation :

- légènder le schéma du montage.
- pourquoi doit – on utiliser une verrerie propre et sèche ?
- pourquoi est – il nécessaire de chauffer le mélange réactionnel ?
- en quoi consiste le **chauffage à reflux** ? quelle est son utilité ?
- pourquoi le réfrigérant doit – il rester ouvert à son extrémité supérieure ?
- quel est le rôle des grains de pierre ponce ?

## II. Extraction de l'espèce chimique synthétisée :

### 1. Hydrolyse de l'excès d'anhydride acétique :

Verser doucement 25 mL d'eau froide par le sommet du réfrigérant ;

=> **quel est le but de cette opération ?**

### 2. Lavage et décantation :

- transvaser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter tout en retenant les grains de pierre – ponce.
  - agiter et dégazer avec précaution en maintenant bien le bouchon. Laisser décanter.
  - identifier la nature des deux phases obtenues et évacuer la phase aqueuse dans un bécher.
  - dans la phase organique restée dans l'ampoule à décanter, ajouter avec précaution et en plusieurs fois, environ 30 mL d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium.
- => **quel est le but de cette opération ?**

- laisser la réaction se poursuivre jusqu'à ce que le dégagement gazeux se raréfie.
- après l'arrêt du dégagement gazeux, boucher, agiter et dégazer avec précaution en maintenant bien le bouchon.
- laisser décanter.
- repérer et évacuer la phase aqueuse.

### 3. Séchage :

- récupérer la phase organique dans un erlenmeyer. Ajouter une spatule de sulfate de magnésium  $MgSO_4$  anhydre :  
=> **quel est le but de cette opération ?**
- filtrer pour retenir le solide ionique hydraté.
- conserver la phase organique traitée dans un flacon bouché pour une analyse ultérieure.

### 4. Exploitation :

- en quoi consiste l'hydrolyse d'une espèce chimique ?
- à l'aide du tableau de données, déterminer la composition puis la position relative des deux phases qui se forment dans l'ampoule à décanter à l'issue de l'hydrolyse.
- comment pourrait – on déterminer expérimentalement la position de la phase aqueuse si on ne disposait pas du tableau de caractéristiques physiques des espèces ?
- quel est l'aspect du produit de synthèse obtenu ?

	alcool isoamylique	anhydride acétique	acétate d'isoamyle	acide acétique
densité	0,81	1,08	0,87	1,18
solubilité dans l'eau	faible	très grande	très faible	très grande
température d'ébullition (°C)	130		142	85

## III. Identification par chromatographie comparative :

On réalise une chromatographie sur couche mince (C.C.M.) en plaçant :

→ en A : un dépôt de la phase contenant l'ester synthétisé au cours du TP.

→ en B : un dépôt d'acétate d'isoamyle pur.

→ en C : un dépôt d'arôme alimentaire de banane.

On obtient le chromatogramme ci – contre après révélation au diiode.

- l'ester formé est-il pur ? s'agit-il d'acétate d'isoamyle ?
- quelle(s) espèce(s) chimique(s) peut-on identifier dans l'arôme alimentaire ?
- l'espèce chimique synthétisée est – elle identique à l'espèce chimique naturelle copiée ?

