|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **NOM** : ................................................ | Prénom : ................................................ | **Classe** : **…….** |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1ère Spé | Thème : Constitution et transformation de la matière | TP 25 |
| Chimie | Synthèse de l’arôme de banane | 🕮 Chap.8 |

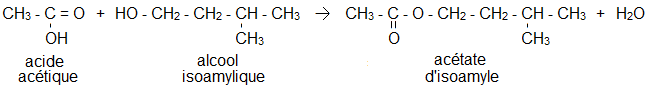


**Buts du TP** : Mettre en œuvre un montage à reflux pour synthétiser une espèce chimique organique. Isoler, purifier et analyser le produit formé. Déterminer le rendement d’une synthèse.

# Synthèse organique

1. Les esters sont une famille organique utilisés pour produire des arômes et des fragrances synthétiques.
2. On désire préparer un ester dont la saveur et l’odeur sont ceux de la banane. Cet ester, l’***acétate d’isoamyle*** se présente sous la forme d’un liquide transparent incolore. On le retrouve dans les pommes mûres, dans les peintures ou comme agent de saveur (les fameux bonbons « *arlequin* »). C’est aussi la phéromone d’alarme de l’abeille.

## Document 1 : Réaction de synthèse.

1. La réaction étudiée est lente. On l’accélère en ajoutant un catalyseur (APTS) et en chauffant. L’équation de la réaction est :

## Document 2 : Données physico-chimiques

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Espèces  chimiques** | **Propriétés physiques** | | | | **Pictogrammes** |
| **Masse molaire M (g.mol-1)** | **Température d’ébullition θéb** (°C) | **Densité d** | **Solubilité dans l’eau** |
| **Alcool  isoamylique** | 88,1 | 128 | 0,81 | Peu soluble dans l’eau et encore moins soluble dans l’eau froide et salée. |  |
| **Acide  acétique** | 60,1 | 118 | 1,05 | Très soluble dans l’eau. |  |
| **Acétate  d’isoamyle** | 130,2 | 142 | 0,87 | Très peu soluble dans l’eau et encore moins soluble dans l’eau froide et salée. |  |
| **Eau salée** | >18,0 | >100 | 1,3 | Très soluble |  |

## Document 3 : Chromatographie CCM

1. La chromatographie sur couche mince CCM est une méthode physico-chimique qui permet de séparer les différentes espèces présentes dans un mélange à analyser.
2. Les espèces sont déposées sur la ligne de dépôt, puis un éluant spécifique (la phase mobile) les entraine vers le haut de la plaque (la phase fixe) : les espèces migrent à des vitesses différentes.
3. Ici, l’éluant utilisé est un mélange de cyclohexane (70%) et d’acétate d’éthyle (30%).
4. Après élution, on révèle aux UV. Réaliser la chromatographie : on fera trois dépôts (alcool utilisé, espèce synthétisée et arôme du commerce). Faire un schéma du chromatogramme obtenu.

## Protocole expérimental (S’approprier-Réaliser)

1. Avant toute manipulation, quelles sont les précautions à prendre concernant cette synthèse ?

## Synthèse

1. Dans un ballon, introduire un volume V1 = 10 mL d’alcool isoamylique, puis un volume V2 = 20 mL d’acide acétique.
2. Ajouter une petite spatule d’acide paratoluènesulfonique (APTS) et une dizaine de grains de pierre ponce.
3. Préparer le montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 15 min.
4. Arrêter le chauffage et laisser refroidir le ballon (tout en maintenant la circulation d’eau dans le réfrigérant).
5. Refroidir le ballon dans un cristallisoir contenant de l’eau glacée.

## Isolement

1. Verser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter (sans la pierre ponce).
2. Y ajouter environ 50 mL d’eau salée (solution aqueuse saturée en chlorure de sodium) : 2 phases apparaissent.
3. Agiter, dégazer plusieurs fois puis laisser décanter. Eliminer la phase aqueuse à l’évier.
4. Laver la phase organique en versant 20 mL d’une solution saturée d’hydrogénocarbonate de sodium. Attention, la solution mousse et le bouchon peut sauter !
5. Agiter tout en dégazant régulièrement, puis laisser décanter. Eliminer la phase aqueuse à l’évier.
6. Récupérer la phase organique supérieure dans une éprouvette graduée de 25 mL préalablement pesée.
7. Mesurer et noter la masse *m*exp de la phase organique et son volume Vexp.

## Purification

1. Proposer un protocole permettant de purifier le produit obtenu.

## Analyse

1. Déterminer la densité du produit formé.
2. Réaliser la chromatographie afin de caractériser l’espèce synthétisée. Schématiser le chromatogramme obtenu.

# Exploitation

## La synthèse (Analyser)

1. Sur les formules du document 1, entourer le groupe caractéristique de chaque réactif.
2. Nommer l’acide et l’alcool selon la nomenclature officielle IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry).
3. Quel est le rôle de l’APTS ? de la pierre ponce ? du chauffage ?
4. Pourquoi refroidit-on le milieu réactionnel ?

## L’isolement (Analyser)

1. Quel est le rôle de l’ampoule à décanter ?
2. Schématiser l’ampoule à décanter lors de l’ajout de l’eau salée en justifiant la position des deux phases.
3. Pourquoi ne garde-t-on que la phase supérieure ?

## La purification (Raisonner)

1. Utiliser le document 2 pour proposer un protocole permettant de purifier le produit obtenu.

## L’identification (Analyser)

1. La valeur de la densité est-elle en accord avec
2. Exploiter le chromatogramme obtenu.
3. Le document 4 suivant représente le spectre IR du produit synthétisé. Conclure.

## Le rendement (Raisonner)

1. Calculer le rendement η (en %) de la synthèse. Conclure.

## Document 4 : Spectre IR du produit synthétisé

## Document 5 : Table des données spectroscopiques IR

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **Liaison** | **Nombre d’onde σ (cm-1)** |  | **Liaison** | **Nombre d’onde σ (cm-1)** |
| O-H (alcool) | 3200-3400  (Bande forte et large) |  | O-H (acide) | 2500-3200  (Bande forte et très large) |
| N-H | 3100-3500 |  | C=O (ester) | 1700-1740  (Bande forte et fine) |
| C-H | 2800-3100 |  | C=O (aldéhyde, cétone) | 1650-1730  (Bande forte et fine) |
| C-H (aldéhyde) | 2750-2900 |  | C=O (acide) | 1680-1710  (Bande forte et fine) |

## Matériel

|  |  |
| --- | --- |
| Élèves | Bureau |
| Montage à reflux  Support liège  Ampoule à décanter  1 éprouvette 25 mL  1 bécher 100 mL  1 erlenmeyer 250 mL  Cristallisoir  Pissette eau distillée | 1L alcool isoamylique + éprouvette 10 mL  1L acide acétique pur + éprouvette 20 mL  1L solution chlorure de sodium à 10%  1L solution bicarbonate de sodium à 10%  Eluant : Cyclohexane 70% / Acétate d’éthyle 30%  APTS  Pierre ponce  Glaçons  Balance de précision au cg  Réserve eau distillée |