

1^{ère} SpéChimie

Thème : Constitution et transformation de la matière

Synthèse de l'arôme de banane

TP 25

📖 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.

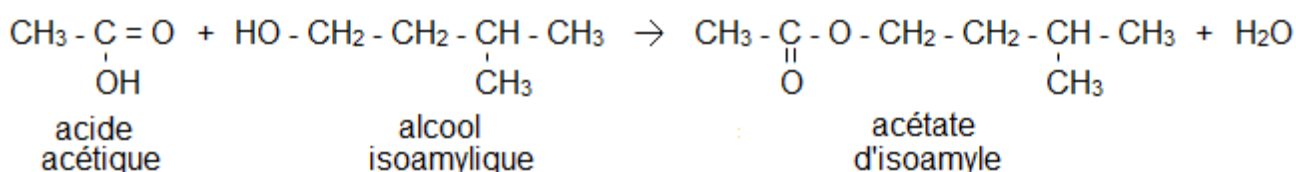


I. Synthèse organique

- Les esters sont une famille organique 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, 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.

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

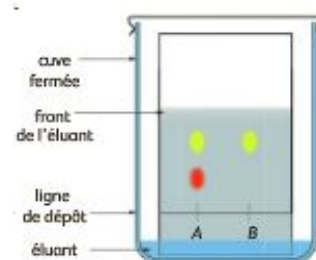


Document 2 : Données physico-chimiques

Espèces chimiques	Propriétés physiques				Pictogrammes
	Masse molaire M (g.mol ⁻¹)	Température d'ébullition $\theta_{\text{éb}}$ (°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

- La chromatographie sur couche mince CCM est une méthode physico-chimique qui permet de séparer les différentes espèces présentes dans un mélange à analyser.
- Les espèces sont déposées sur la ligne de dépôt, puis un éluant spécifique (la phase mobile) les entraîne vers le haut de la plaque (la phase fixe) : les espèces migrent à des vitesses différentes.
- Ici, l'éluant utilisé est un mélange de cyclohexane (70%) et d'acétate d'éthyle (30%).
- 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

- Dans un ballon, introduire un volume $V_1 = 10$ mL d'alcool isoamylique, puis un volume $V_2 = 20$ mL d'acide acétique.
- Ajouter une petite spatule d'acide paratoluènesulfonique (APTS) et une dizaine de grains de pierre ponce.
- Préparer le montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 15 min.
- Arrêter le chauffage et laisser refroidir le ballon (tout en maintenant la circulation d'eau dans le réfrigérant).
- Refroidir le ballon dans un cristalliseur contenant de l'eau glacée.

Isolement

- Verser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter (sans la pierre ponce).
 - Y ajouter environ 50 mL d'eau salée (solution aqueuse saturée en chlorure de sodium) : 2 phases apparaissent.
 - Agiter, dégazer plusieurs fois puis laisser décanter. Eliminer la phase aqueuse à l'évier.
 - 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 !
 - Agiter tout en dégazant régulièrement, puis laisser décanter. Eliminer la phase aqueuse à l'évier.
 - Récupérer la phase organique supérieure dans une éprouvette graduée de 25 mL préalablement pesée.
- 2) Mesurer et noter la masse m_{exp} de la phase organique et son volume V_{exp} .

Purification

3) Proposer un protocole permettant de purifier le produit obtenu.

Analyse

- 4) Déterminer la densité du produit formé.
- 5) Réaliser la chromatographie afin de caractériser l'espèce synthétisée. Schématiser le chromatogramme obtenu.

II. 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)

- 5) Quel est le rôle de l'ampoule à décanter ?
- 6) Schématiser l'ampoule à décanter lors de l'ajout de l'eau salée en justifiant la position des deux phases.
- 7) Pourquoi ne garde-t-on que la phase supérieure ?

La purification (Raisonner)

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

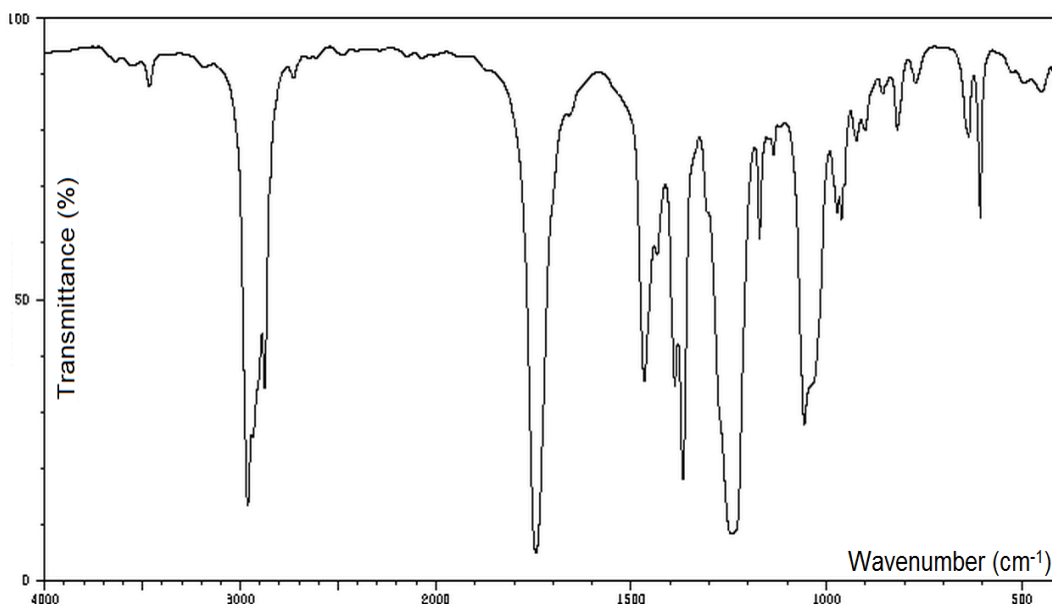
L'identification (Analyser)

- 9) La valeur de la densité est-elle en accord avec
- 10) Exploiter le chromatogramme obtenu.
- 11) Le document 4 suivant représente le spectre IR du produit synthétisé. Conclure.

Le rendement (Raisonner)

12) 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)
O-H (alcool)	3200-3400 (Bande forte et large)
N-H	3100-3500
C-H	2800-3100
C-H (aldéhyde)	2750-2900

Liaison	Nombre d'onde σ (cm ⁻¹)
O-H (acide)	2500-3200 (Bande forte et très large)
C=O (ester)	1700-1740 (Bande forte et fine)
C=O (aldéhyde, cétone)	1650-1730 (Bande forte et fine)
C=O (acide)	1680-1710 (Bande forte et fine)

Matériel

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