

Chapitre 5

Aspects macroscopiques – Activité 2

Fiche liée à cette séquence :

► Fiche de synthèse Chapitre 5

Activité 2 : Différentes voies de synthèse d'un ester

L'éthanoate de 3-méthylbutyle ou acétate d'isoamyle, molécule naturelle, est le constituant principal de « l'arôme de banane ». Cette espèce chimique est contenue dans la banane mais qui peut également être synthétisée au laboratoire.

Un arôme de synthèse est souvent constitué d'une seule espèce chimique : il est moins riche en odeur et en saveur que l'arôme naturel.

Bilan :



La réaction d'estérification est une réaction lente, renversable et athermique. Nous allons étudier différentes voies de synthèse pour l'obtention de ce composé et les comparer sur le point de vue du rendement, des conditions opératoires et de l'impact sur l'environnement.

Réaliser une des voies de synthèses suivantes et comparer vos résultats aux autres.

I. Protocoles

DOCUMENT 1 : Synthèse à reflux sans catalyseur

- Dans un ballon tricol équipé, d'un thermomètre d'une ampoule de coulée et d'un réfrigérant à boule, introduire :
 - 22 mL de 3-méthylbutan-1-ol,
 - 15 mL d'acide éthanoïque pur,
 - Ajouter quelques grains de pierre ponce.
- Chauffer le mélange à reflux pendant 30 minutes puis refroidir à température ambiante.
- Ajouter 40 mL de cyclohexane et procédez aux étapes suivantes pour l'extraction liquide-liquide :
 - Laver la phase organique avec 20 mL d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium
 - Laver la phase organique recueillie après le premier lavage avec 20 mL d'une solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium à 10 % ;
 - Sécher la phase organique recueillie sur sulfate de magnésium anhydre;
 - Concentrer.
- Mesurer le volume d'ester obtenue et caractériser le produit obtenu.

DOCUMENT 2 : Synthèse à reflux avec catalyseur

- Dans un ballon tricol équipé, d'un thermomètre d'une ampoule de coulée et d'un réfrigérant à boule, introduire :
 - 22 mL de 3-méthylbutan-1-ol,
 - 15 mL d'acide éthanoïque pur,
 - 0,2 g d'acide para-toluène-sulfonique (APTS)
 - Ajouter quelques grains de pierre ponce.
- Chauffer le mélange à reflux pendant 30 minutes puis refroidir à température ambiante.
- Ajouter 40 mL de cyclohexane et procédez aux étapes suivantes pour l'extraction liquide-liquide :
 - Laver la phase organique avec 20 mL d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium
 - Laver la phase organique recueillie après le premier lavage avec 20 mL d'une solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium à 10 % ;
 - Sécher la phase organique recueillie au sulfate de magnésium anhydre ;
 - Concentrer.
- Mesurer le volume d'ester obtenu et caractériser le produit obtenu.

DOCUMENT 3 : Synthèse avec catalyseur et Dean Stark

Réaliser le montage de Dean-Stark en ajoutant du cyclohexane dans le Dean-Stark de telle sorte que le niveau affleure le tube coudé descendant.

- Introduire dans le ballon :
 - 22 mL de 3-méthylbutan-1-ol,
 - 15 mL d'acide éthanoïque pur,
 - 20 mL de cyclohexane,
 - 0,2 g d'acide paratoluènesulfonique.
 - Ajouter quelques grains de pierre ponce.
- Chauffer le mélange à reflux. Lorsque la distillation azéotropique semble terminée (environ 30 minutes), poursuivre le reflux pendant 5 minutes puis refroidir à température ambiante.
- Procéder à une extraction liquide-liquide du mélange réactionnel, y compris du décanteur. Vous procéderez aux étapes suivantes :
 - Laver la phase organique avec 30 mL d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium
 - Laver la phase organique recueillie après le premier lavage avec 30 mL d'une solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium à 10 % ;
 - Sécher la phase organique recueillie ;
 - Concentrer.
- Mesurer le volume d'ester obtenu et caractériser le produit obtenu.

DOCUMENT 4 : Synthèse au micro-onde

- Introduire, dans un erlenmeyer sec de 100 mL :
 - 11 mL de 3-méthylbutan-1-ol
 - 6 mL d'acide acétique.
 - 1 mL d'acide sulfurique concentré.
- Recouvrir l'erlenmeyer d'un entonnoir en verre. Positionner l'erlenmeyer sur le bord du plateau tournant du four à micro-ondes et l'irradier à une puissance de 800 W pour une durée totale d'irradiation de 30 s.
- Laisser refroidir le mélange, puis ajouter 10 mL de cyclohexane et procéder à l'extraction liquide-liquide :
 - Laver la phase organique avec 10 mL d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium
 - Laver la phase organique recueillie après le premier lavage avec 10 mL d'une solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium à 10 % ;
 - Sécher la phase organique recueillie sur sulfate de magnésium anhydre ;
 - Concentrer.
- Mesurer le volume d'ester obtenu et caractériser le produit obtenu.

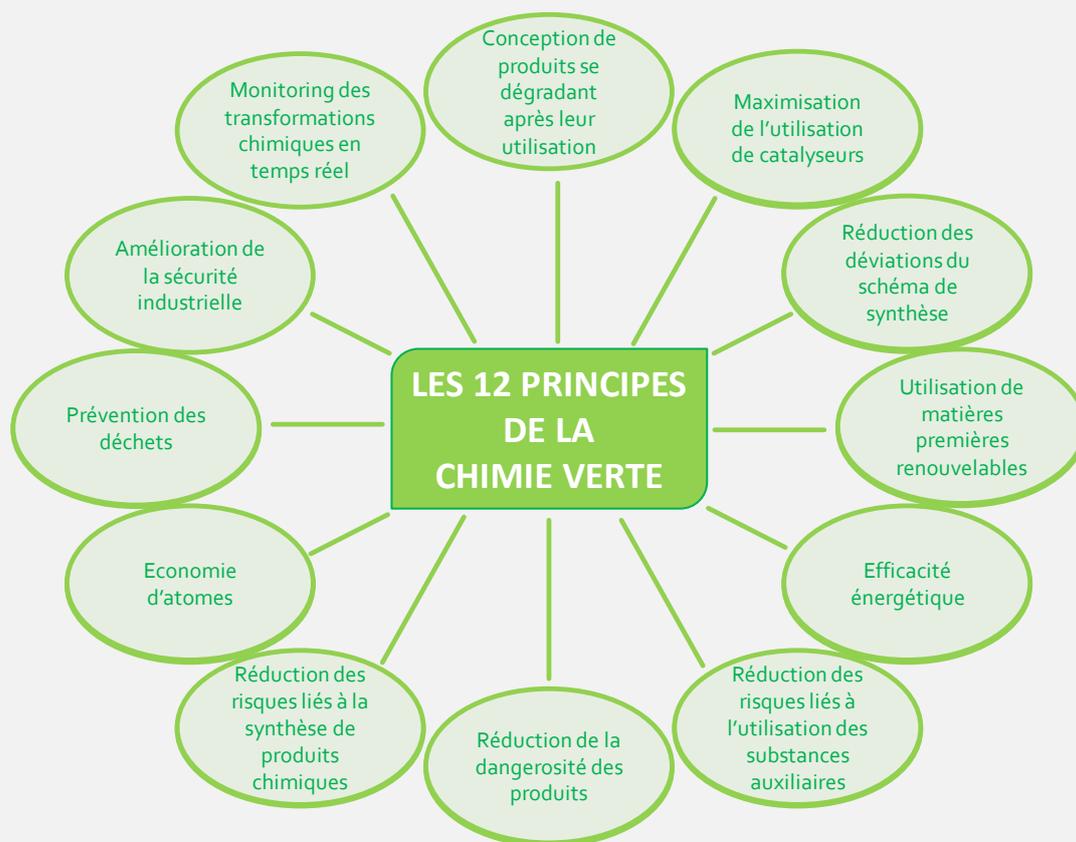
DOCUMENT 5 : Fiche données de sécurité (FDS) du 3-méthylbutan-1-ol (à consulter)

<http://acver.fr/fdsalcool3>

**DOCUMENT 6 : Données de sécurité**

Espèces	Pictogrammes	H	Significations
3-méthylbutan-1-ol	Voir FDS		
Acide éthanoïque		H226 H314	Liquide et vapeurs inflammables Provoque des brûlures de la peau
Acétate d'isoamyle		H226	Liquide et vapeurs inflammables
Acide para-toluène sulfonique		H315 H319 H335	Provoque des brûlures de la peau Provoque une sévère irritation des yeux Provoque une irritation des voies respiratoires
NaHCO ₃			
Cyclohexane		H225- H304 H336- H410	Liquide et vapeurs très inflammables Peut être mortel en cas d'ingestion et de pénétration dans les voies respiratoires Provoque une irritation cutanée Très toxique pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme

DOCUMENT 7 : Les 12 principes de la chimie verte



II. Questions et interprétation

- 1) On donne la fiche donnée de sécurité (FDS) du 3-méthylbutan-1-ol. Identifier les pictogrammes, les dangers et les équipements de protection individuels à utiliser lors de sa manipulation.
- 2) Déterminer la masse théorique m_{theo} d'acétate d'isoamyle formé pour chacune des voies de synthèse.
- 3) Comparer les rendements des 4 voies de synthèse. Laquelle offre le meilleur rendement ? Pourquoi ?
- 4) Comparer les 4 voies de synthèse du point de vu des 12 principes de la chimie verte. Comment pourraient-elle être améliorées ?