

1 INTRODUCTION





- ♣ L'acétate d'isoamyle (ou **éthanoate de 3-méthylbutyle**) est présent dans les huiles essentielles d'eucalyptus, de jasmin et de bergamote. Il possède une odeur caractéristique. Il est utilisé principalement comme arôme alimentaire, et à faibles doses en parfumerie.
- ♣ Nous allons synthétiser cet ester à partir d'**acide éthanoïque glacial** (pur) et du **3-méthylbutan-1-ol** (ou **alcool isoamylique**). Puis nous étudierons le rendement de cette synthèse.



2 MODE OPERATOIRE

1.1) Montage à reflux

- ❖ Mettre des gants et des lunettes de protection.  
- ❖ Introduire dans un ballon à l'aide d'une éprouvette graduée : 38 mL d'alcool isoamylique + 20 mL d'acide éthanoïque pur et 0,5 mL d'acide sulfurique concentré. **Travailler sous la hotte !!**
- ❖ Agiter légèrement pour homogénéiser et ajouter trois grains de pierre ponce(ou billes de verre).
- ❖ Adapter le réfrigérant à boules pour effectuer le reflux (n'oubliez pas d'ouvrir le robinet d'eau)
- ❖ Chauffer à reflux pendant 35 minutes.
- ❖ Couper le chauffage, descendre le support du chauffe-ballon
- ❖ Laisser refroidir 2 mins à l'air libre puis sous un courant d'eau froide l'extérieur du ballon.

1.2) Relargage, Décantation, Lavage.

- ❖ Ajouter dans le ballon environ 100 mL d'eau salée (opération de **relargage**)
- ❖ Agiter doucement. Verser le tout (**sans les billes de verre**) dans une ampoule à décanter.
- ❖ Rincer le ballon avec un peu d'eau salée et verser les eaux de rinçage dans l'ampoule à décanter.
- ❖ Remuer l'ampoule plusieurs fois. Laisser **reposer**. (opération de **décantation**)
- ❖ Lorsque les 2 phases sont séparées, évacuer **toute** la phase aqueuse.
- ❖ Verser alors dans l'ampoule, environ 50 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium. (opération de **lavage**).
- ❖ Agiter le mélange : une forte effervescence se produit. **Attendre la fin du dégazage pour boucher l'ampoule.**
- ❖ Maintenir le bouchon, agiter **légèrement**, ouvrir le robinet en le tenant vers le haut, laisser s'échapper le gaz, fermer et recommencer l'opération jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de gaz.
- ❖ Décanter, puis éliminer la phase aqueuse.
- ❖ Peser un petit erlenmeyer vide. $m_1 = \dots\dots\dots$
- ❖ Récupérer la phase organique dedans et peser à nouveau $m_2 = \dots\dots\dots$
- ❖ En déduire la masse de la phase organique : $m_{\text{ester formé}} = \Delta m = \dots\dots\dots$

3 EXPLOITATION

1. Identifier l'odeur de l'éthanoate de 3-méthylbutyle :
2. Ecrire l'équation de la synthèse avec les formules topologiques

3. Préciser la classe de l'alcool isoamylique :
4. Montrer que l'alcool iso-amylique et l'acide éthanoïque ont été introduits en proportions stœchiométriques.

5. Expliquer ce qui se passerait si on n'utilisait pas un réfrigérant lors du chauffage.
6. Légender le schéma du montage à reflux en Annexe.
7. Expliquer la phase de **relargage** et la phase de **lavage** à l'hydrogencarbonate de sodium (NaHCO_3).



8. Déterminer la masse d'ester formé expérimentalement : $m_{\text{ester formé}} = \dots\dots\dots$
9. Calculer la masse maximale d'ester qu'il est théoriquement possible de former si la réaction était totale.

	1 acide + 1 alcool → 1 ester + 1 eau			
en théorie	1 mol	1 mol	1 mol	1 mol
initial				
Final				

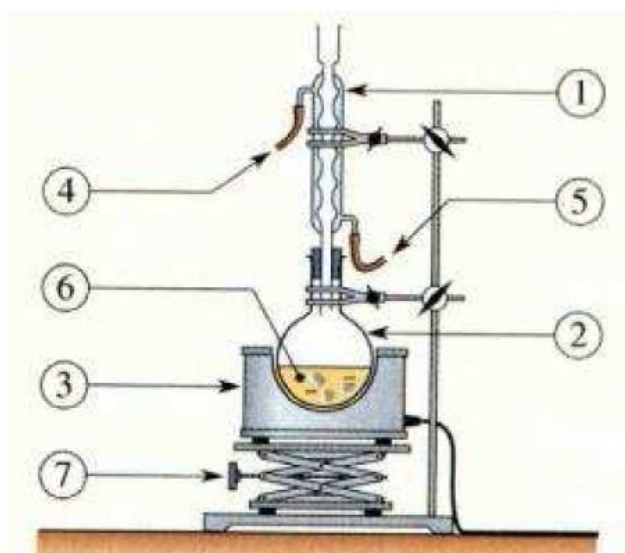
10. En déduire le rendement de la réaction. Conclure.
11. Donner 2 méthodes qui permettent d'améliorer le rendement.

ANNEXE

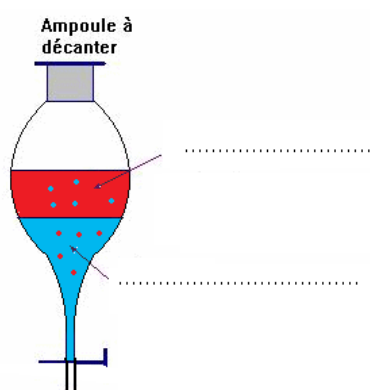
Composé	Formule topologique et brute	masse molaire (g/mol)	masse volumique (g/mL)	Température d'ébullition (°C)
Acide éthanoïque			1,05	118
3-méthyl butan-1-ol			0,81	129
Ethanoate de 3-méthylbutyl			0,87	142

Données : $M(C) = 12,0 \text{ g.mol}^{-1}$; $M(H) = 1,0 \text{ g.mol}^{-1}$; $M(O) = 16,0 \text{ g.mol}^{-1}$

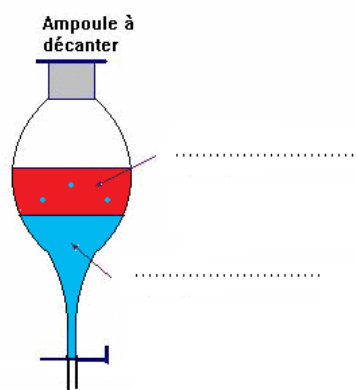
Chauffage à Reflux



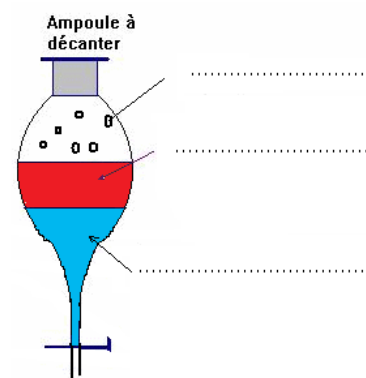
- ①
- ②
- ③
- ④
- ⑤
- ⑥
- ⑦



avant relargage



après relargage



après lavage au bicarbonate

FICHE MATERIEL : TP SYNTHÈSE AROME DE BANANE

Enseignant : Joël Garcia

Date :

Nombre poste : 10

Matériel :

Gants, lunettes de protection

Pierre ponce ou billes de verre

Ballon

Ampoule à décanter

Petit erlenmeyer ou bécher 50 mL

Chauffe Ballon

Réfrigérant

Statif , pince , noix

Support élévateur

Balance

1 micropipette plastique

1 poubelle

1 éprouvette graduée

Papier parafilm

Produits :

Acide éthanoïque (acétique) glacial (pur)

Alcool iso- amylique (ou 3-méthylbutan-1-ol)

Acide sulfurique concentré

1 pissette d'eau

Solution eau salée saturée

Solution de bicarbonate de soude (hydrogénocarbonate de sodium) à 5%