

# TP n°14 : Étude de la synthèse de l'ester à odeur de Jasmin

## I. Contexte du sujet

Les esters sont des composés organiques de formule  $\text{RCOOR}'$ . Les esters se trouvent à l'état naturel sous formes d'essences d'origine végétales (dans les fleurs ou les écorces principalement). Certains esters ont une odeur agréable et sont responsables du parfum des fleurs, d'autres participent à l'arôme des fruits. Au cours de son histoire, l'homme a cherché à extraire ces essences des produits naturels pour les utiliser notamment en parfumerie. Toutefois, les besoins et les impératifs économiques ont amené l'homme à ne pas se limiter aux ressources naturelles et à élaborer une chimie de synthèse. Les premiers travaux sur la synthèse des esters sont dus à Marcelin Berthelot en 1862.

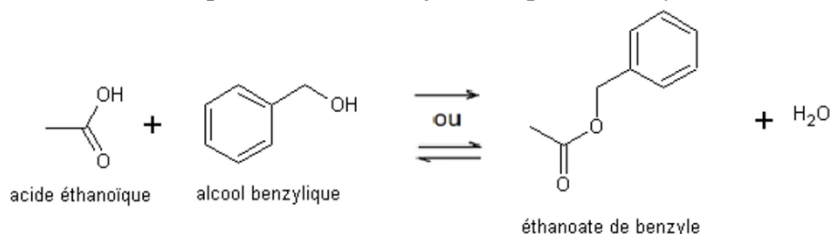
Certaines synthèses ont cependant un rendement limité et pour des raisons économiques et écologiques, le chimiste cherche en permanence le moyen d'améliorer ce rendement.

*« Comment améliorer le rendement d'une synthèse quand la transformation est limitée ? »*

## II. Documents à disposition.

### Doc n°1 : La réaction de synthèse

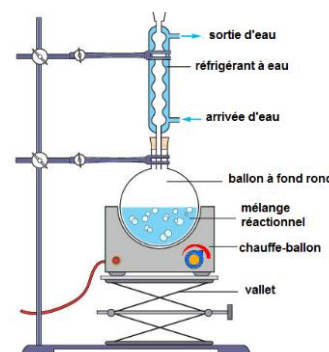
L'éthanoate de benzyle, ester odorant utilisé pour l'arôme de jasmin, peut être synthétisé selon la réaction d'estérification suivante :



### Doc n°2 : Protocoles transformation chimique

Protocole	Acide éthanóïque	Alcool benzylique
1	$V_1 = 6 \text{ mL}$	$V_{\text{alcool}} = 11 \text{ mL}$
2	$V_2 = 20 \text{ mL}$	$V_{\text{alcool}} = 11 \text{ mL}$

- Dans un ballon, introduire le plus précisément possible :
  - Quelques grains de pierre-ponce (déjà fait)
  - Les 2 réactifs
  - 5 gouttes d'acide sulfurique concentré
- Faire chauffer à reflux avec une **ébullition douce** pendant 35 min à partir de l'ébullition. (adapter le chauffage et éventuellement baisser un peu le chauffe-ballon si trop fort)
- Arrêter le chauffe-ballon et l'enlever du support mais laisser la circulation d'eau et laisser refroidir à l'air le temps de lire la suite du protocole.







### Doc n°3 : Protocole d'isolement et lavage de la phase organique

- Verser **doucement** par le haut du réfrigérant 30 mL de solution de chlorure de sodium saturée (= **Relargage**)
- Récupérer le ballon, **le boucher** et le passer quelques minutes sous l'eau en remuant manuellement pour refroidir le milieu réactionnel.
- Verser doucement le contenu du ballon dans l'ampoule à décanter pour ne pas y verser la pierre ponde et laisser décanter (**sans bouchon**).
- Après avoir correctement identifié la phase aqueuse, l'éliminer dans le pot de yaourt.
- Récupérer la phase organique dans l'erlenmeyer de 150 mL.
- Ajouter dans l'erlenmeyer 30 mL de solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium ( $\text{Na}^+ + \text{HCO}_3^-$ ) (= **Lavage**)
- Agiter un peu à la main et **laisser l'effervescence se calmer**.
- Verser le contenu de l'erlenmeyer dans l'ampoule à décanter puis boucher, retourner et **dégazer immédiatement**. Agiter doucement l'ampoule **en dégazant régulièrement vers le haut**. Continuer jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de « pchitt » lors du dégazage.
- Laisser décanter (cela peut être long)
- Récupérer, après l'avoir clairement identifiée, la phase organique dans un bécher propre et sec de 25 mL.

#### Doc n°4 : Protocole séchage et récupération de la phase organique

- Ajouter une bonne spatule de sulfate de magnésium anhydre (desséchant) dans le bécher contenant l'ester. (= **Séchage**)
- Agiter et observer si le solide s'agglomère et reste figé en faisant tourner manuellement le liquide dans le bécher. Si tout le solide reste figé, en rajouter un peu, et ce jusqu'à observer que du solide reste en suspension ou bouge lorsque vous faites bouger le bécher (les traces d'eau sont alors totalement absorbées)
- Peser l'erlenmeyer de 25 mL et noter sa masse  $m_1$ .
- Placer un **petit** morceau de coton **non tassé** dans l'entonnoir pour bloquer le solide et le placer sur l'erlenmeyer.
- Filtrer le contenu du bécher dans l'erlenmeyer.
- Une fois que la filtration est terminée, essorer le coton contre l'entonnoir en appuyant avec l'agitateur en verre (sans le faire tomber dans le bécher) pour récupérer ce qu'il a absorbé, peser l'erlenmeyer et le filtrat et noter la masse  $m_2$  obtenue.

#### Doc n°5 : Données

Espèce chimique	Acide éthanoïque	Alcool benzylique	Éthanoate de benzyle	Acide sulfurique	Eau	Eau salée saturée
Sécurité	 	 Nocif par inhalation	Irritant pour les voies respiratoires			
Densité	1,05	1,04	1,06		1,00	1,25
Masse molaire ( $\text{g.mol}^{-1}$ )	60	108	150		18	
Solubilité dans l'eau	Grande	Moyenne	Faible	Grande		
Solubilité dans l'eau salée	Grande	Très faible	Très faible	Grande		

## II. Matériel à disposition

- 1 montage à reflux
- 1 ampoule à décanter
- Des béchers
- 1 éprouvette graduée de 50 mL
- 2 erlenmeyers
- 1 entonnoir
- 1 spatule
- 1 agitateur en verre
- du coton
- une solution d'eau salée saturée
- Une solution d'hydrogénocarbonate de sodium à 5 %
- 1 pot de sulfate de magnésium anhydre
- Sous la hotte :
  - Alcool benzylique
  - Acide éthanoïque
  - des béchers
  - des éprouvettes graduées
  - 1 ballon bouché avec pierre ponce
  - acide sulfurique concentré

## III. Travail à effectuer.

### S'APPROPRIER

- 1°- Quelle(s) précautions faut-il prendre pour manipuler les espèces chimiques mises en jeu ? Justifier.
- 2°- Quel est l'intérêt d'utiliser un montage à reflux ?
- 3°- Quel est le rôle de la pierre-ponce ?
- 4°- Quel est le rôle de l'acide sulfurique ? Justifier.
- 5°- Calculer les quantités de matières initiales de réactifs pour chaque protocole.
- 6°- En déduire la masse d'ester formée si la réaction était totale.

### RÉALISER

- Mettre en œuvre l'un des 2 protocoles de synthèse du doc n°2 (en fonction de celui qui vous a été attribué)

Répondre aux questions qui suivent pendant la durée du chauffage.

- Mettre en œuvre les protocoles des docs 3 et 4

### ANALYSER

- 7°- A l'aide du doc n°5, expliquer le rôle du relargage.
- 8°- Représenter l'ampoule à décanter et préciser le contenu de chaque phase après ajout d'eau salée. Justifier.
- 9°- Où se trouve la phase organique après ajout de la solution d'hydrogénocarbonate de sodium ? Justifier.
- 10°- Sachant que l'ion hydrogénocarbonate est une base, quel est son rôle dans le lavage ?

### VALIDER

- 11°- Définir puis calculer le rendement de la synthèse.
- 12°- Comparer les rendements obtenus pour les 2 protocoles. Conclure.