

Sujet : Synthèse de l'arôme de banane**1^{ère} partie****Fiche n° 3 : ÉNONCÉ DESTINÉ À L'ÉLÈVE**

Ce sujet est accompagné d'une feuille individuelle de réponses sur laquelle les résultats doivent être consignés.

Le port d'une blouse correctement fermée est **OBLIGATOIRE** au laboratoire de chimie.
Le port des lunettes est **OBLIGATOIRE** pendant toute la durée du T.P. de chimie.

But de la manipulation :

Réaliser la synthèse de l'éthanoate de 3-méthylbutyle (acétate d'isoamyle) qui constitue l'arôme de banane, espèce chimique présente dans la nature.

Travail à effectuer :**1. Préparation des réactifs**

Choisir la verrerie nécessaire pour préparer les réactifs avant de se déplacer jusqu'à la hotte ;

Sous la hotte :

- mesurer 10 mL d'alcool isoamylique avec le matériel le plus approprié verre à pied, bécher, éprouvette graduée ou pipette jaugée disposés sur la paillasse ;
- introduire les 10 mL d'alcool dans un ballon à fond rond de 250 mL contenant déjà 15 mL d'acide acétique (préalablement introduit avant l'arrivée des élèves) ;
- mettre des gants puis ajouter 1 mL d'acide sulfurique concentré grâce au distributeur automatique (dispensette) ou ampoule de coulée ;
- ajouter quelques grains de pierre ponce ou billes de verre ou carborundum ;
- boucher le ballon et se déplacer avec précaution pour retourner à la paillasse.

Manipuler sous la hotte en présence du professeur (appel 1).**2. Synthèse de l'ester**

2.1 À la paillasse, ôter le bouchon et adapter le réfrigérant sur le ballon.

2.2 Faire circuler l'eau froide dans le réfrigérant.

Appeler le professeur pour la vérification du montage avant de chauffer (appel 2).

2.3 Chauffer à reflux pendant environ 15 min : observer et contrôler le reflux car les vapeurs ne doivent pas dépasser le tiers de la colonne.

Pendant ce temps, compléter la feuille réponse.

2.4 Arrêter le chauffage et retirer le dispositif chauffant, le remplacer par un cristalliseur d'eau froide pour revenir à température ambiante. Laisser toujours sous reflux.

Garder le dispositif en l'état sur son support pour le second groupe

Laisser le montage, fermer l'arrivée d'eau du réfrigérant, nettoyer l'éprouvette utilisée et ranger la paillasse.

Ce document doit rester sur la paillasse.

CORRIGÉ

1. Préparation des réactifs

Lors d'une mesure avec un instrument gradué, on estime généralement l'incertitude absolue égale à la moitié de la plus petite graduation.

- a) Quelle est l'incertitude absolue lors de la lecture de l'éprouvette ?

$$\Delta V_{\text{lecture}} = 0,5 \text{ mL}$$

- b) Quelle est alors l'incertitude relative estimée sur le volume ?

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{0,5}{10} = 0,05 \text{ soit } 5\%$$

2. Synthèse de l'ester

- a) Légèrer le schéma du montage :
(préciser ce que signifie chacune des 2 flèches non numérotées)

- 1 : support élévateur
- 2 : chauffe ballon
- 3 : ballon à fond plat
- 4 : colonne réfrigérante

Contenu du ballon :

En cours de réaction :

- alcool isoamyle ;
- acide acétique ;
- acide sulfurique ;
- eau ;
- acétate d'isoamyle.

- b) Que signifie l'expression : « chauffage à reflux » ?

Les vapeurs produites lors du chauffage et de la réaction sont condensées et refluent dans le ballon : aucune substance chimique n'est perdue.

Préciser le rôle du réfrigérant.

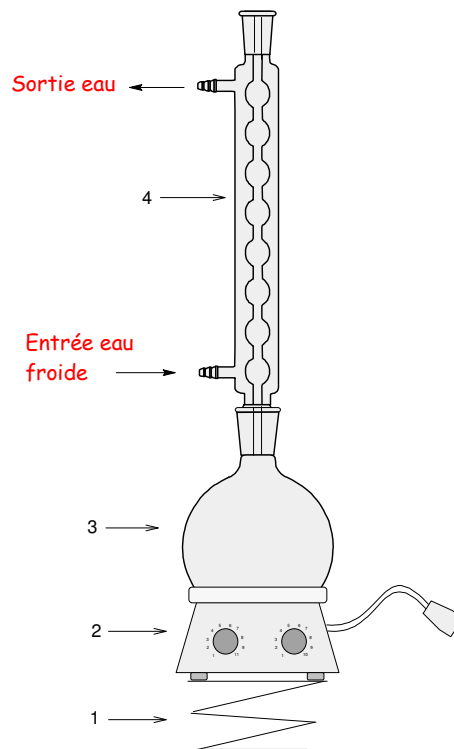
Il permet la condensation des vapeurs qui retournent dans le ballon sous forme liquide.

- c) Quel est le rôle de la pierre ponce ou des billes de verre ou carborundum ?

Régulation de l'ébullition.

- d) Le contenu du ballon est à la fin de la réaction :
(cocher la ou les bonnes réponses)

- hétérogène, - homogène,
- avec deux phases,



Sujet : Extraction de l'arôme de banane**2^{ème} partie****Fiche n° 3 : ÉNONCÉ DESTINÉ À L'ÉLÈVE**

Ce sujet est accompagné d'une feuille individuelle de réponses sur laquelle les résultats doivent être consignés.

Le port d'une blouse correctement fermée est OBLIGATOIRE au laboratoire de chimie.

Le port des lunettes est OBLIGATOIRE pendant toute la durée du T.P. de chimie.

But de la manipulation :

Réaliser l'extraction de l'éthanoate de 3-méthylbutyle (acétate d'isoamyle) qui constitue l'arôme de banane.

Travail à effectuer :**1. Décantation**

Le port de gants est NÉCESSAIRE pendant toute la durée de la décantation.

- 1.1 Prélever 100 mL d'eau salée saturée (chlorure de sodium) avec le matériel approprié.
- 1.2 Vérifier que le réfrigérant est bien fixé. Désolidariser le ballon du réfrigérant et récupérer le contenu du ballon placé dans le cristalliseur.
- 1.3 Dans le ballon refroidi posé sur le valet, ajouter l'eau salée saturée, agiter lentement.
- 1.4 Transvaser le tout dans l'ampoule à décanter tout en retenant les grains de pierre ponce (ou autre).
- 1.5 Agiter, dégazer.
- 1.6 Laisser décanter.
- 1.7 Répondre aux questions 1.d. ; 1.e.

Appeler le professeur pour faire vérifier l'ampoule à décanter (appel 1).

2. Purification de la phase organique

- 2.1 Éliminer la phase aqueuse en l'évacuant dans un verre à pied.
- 2.2 Conserver la phase organique dans un bécher de 250 mL.
- 2.3 Dans le bécher contenant la phase organique, ajouter environ 50 mL d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium (afin d'éliminer les acides restants).
- 2.4 Prendre un barreau aimanté et utiliser l'agitateur magnétique pour éliminer les gaz qui se forment : effervescence due à la formation de dioxyde de carbone.
- 2.5 Verser ce nouveau mélange dans l'ampoule à décanter puis laisser les phases se séparer. Récupérer la phase aqueuse.
- 2.6 Recueillir la phase organique dans un petit erlenmeyer et ajouter quatre spatules de sulfate de magnésium anhydre en granulés. Boucher l'erlenmeyer et agiter doucement le mélange. En s'hydratant, le sulfate de magnésium capte l'eau restant dans la phase organique qui est ainsi « séchée ».
- 2.7 Filtrer.

Appeler le professeur pour vérifier (appel 2).

- 2.8 Transvaser le filtrat dans le flacon de récupération du professeur.
- 2.9 Garder cette solution pour une utilisation ultérieure.

Préciser l'aspect du contenu sur la feuille de réponses.

Terminer de remplir la feuille de réponses.

Nettoyer le matériel utilisé et ranger la paillasse avant de quitter la salle.

Ce document doit rester sur la paillasse.

CORRIGÉ

1. Décantation

Lors d'une mesure avec un instrument gradué, on estime généralement l'incertitude absolue comme étant égale à la moitié de la plus petite graduation.

a) Quelle est l'incertitude absolue lors d'une lecture sur l'éprouvette?

$$\Delta V_{\text{lecture}} = 0,5 \text{ mL}$$

b) Quelle est alors l'incertitude relative estimée sur le volume?

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{0,5}{100} = 0,005 \text{ soit } 0,5\%$$

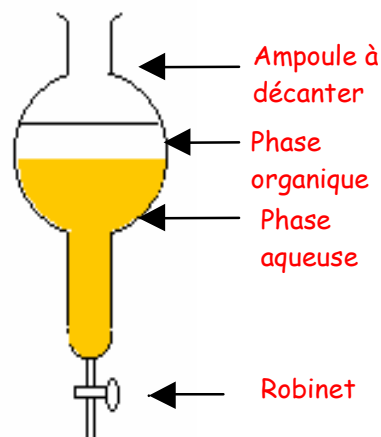
c) Légender le schéma du montage. (5 noms)

d) Justifier la position des deux phases sur le schéma.

La densité de l'eau est supérieure à la densité de l'acétate d'isoamyle.

La phase aqueuse est la phase inférieure.

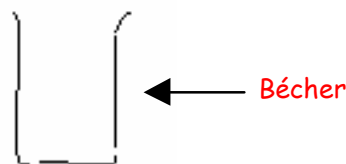
La phase organique est la phase supérieure.



e) Indiquer dans quelle phase se trouve l'acétate d'isoamyle.

Justifier.

L'acétate étant très peu soluble dans l'eau reste donc dans la phase organique.



2. Purification de la phase organique

g) Que signifie anhydre ?

Anhydre veut dire sans eau.

h) Quel est le but de la dernière opération ? (utilisation du sulfate de magnésium)

Permet de supprimer les traces d'eau résiduelle.

Données :	masse volumique (en g.cm ⁻³)	température d'ébullition (en °C)	solubilité dans l'eau
acide acétique ou éthanoïque	1,05	118	très grande
3-méthylbutan-1-ol	0,81	128	faible
éthanoate de 3-méthylbutyle (acétate d'isoamyle)	0,87	142	très faible
acide sulfurique	1,84	330	très très grande

Lire la totalité du texte puis répondre aux questions sur la feuille réponses.

Données :	Masse volumique (g.cm ⁻³)	Température d'ébullition (° C)	Solubilité dans l'eau	Solubilité dans l'eau salée
Acide acétique	1,05	118	Très grande	grande
3-méthylbutan-1-ol	0,81	128	faible	Très très faible
Acétate de 3-méthylbutyle	0,87	142	Très faible	Très faible
Acide sulfurique	1,84	330	Très très grande	Très grande

L'acétate de 3-méthylbutyle est une espèce chimique qui possède une odeur caractéristique de banane.

On le prépare en deux étapes puis on le caractérise par chromatographie.

1. Synthèse de l'espèce chimique

Dans un ballon, on introduit du 3-méthylbutan-1-ol, de l'acide acétique, quelques gouttes d'acide sulfurique (catalyseur) et quelques grains de pierre ponce (ou carborundum).

On chauffe le contenu du ballon à reflux pendant une demi-heure.

2. Extraction de l'espèce chimique

On refroidit le ballon et on verse son contenu dans un bécher contenant de l'eau froide.

On introduit ensuite le mélange dans une ampoule à décanter et on écarte la phase aqueuse.

3. Purification de la phase organique

La phase organique est recueillie dans un bécher puis lavée avec une solution saturée de chlorure de sodium. De nouveau, la phase aqueuse est écartée par décantation.

Le liquide surnageant recueilli a une odeur caractéristique de banane.

Dans cette phase organique, on introduit environ une spatule de sulfate de magnésium anhydre (solide blanc).

4. Chromatographie sur couche mince

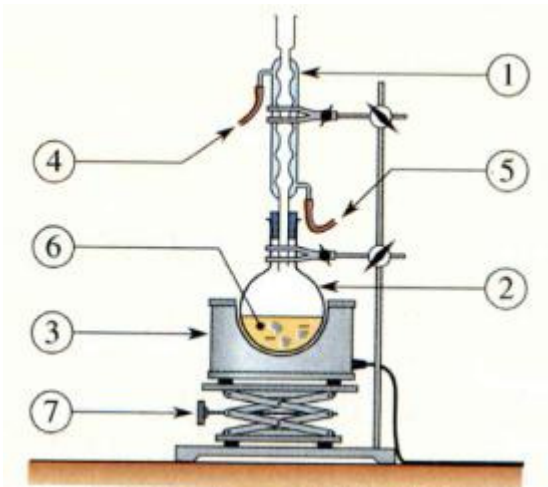
On analyse par chromatographie ce liquide.

Pour cela on effectue trois dépôts :

- dépôt A : solution de 3-méthylbutan-1-ol
- dépôt B : le liquide obtenu après purification (3)
- dépôt C : solution d'acétate de 3-méthylbutyle (espèce chimique pure du commerce).

1. Synthèse de l'espèce chimique

a) Faire le schéma annoté d'un montage à reflux avec réfrigérant à eau



- 1- Colonne réfrigérante.
- 2- Ballon.
- 3- Chauffe-ballon.
- 4- Sortie de l'eau.
- 5- Arrivée de l'eau froide.
- 6- Mélange réactionnel.
- 7- Support élévateur.

b) Que se produirait-il si on ne chauffait pas à reflux ?

Si on ne chauffe pas à reflux, les réactifs et produits peuvent s'échapper.

c) Quel est le rôle de la pierre ponce ou carborundum ?

La pierre ponce ou carborundum permet de réguler l'ébullition

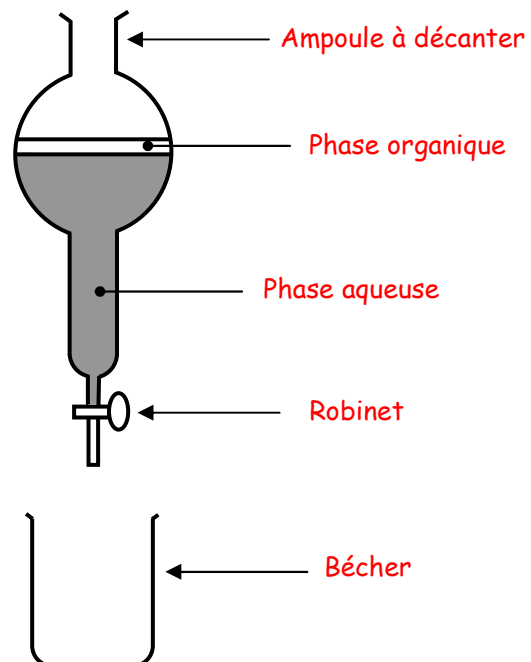
2. Extraction de l'espèce chimique

Faire le schéma de l'ampoule à décantier en précisant sur le schéma la phase dans laquelle se trouve l'acétate. Justifier la réponse en utilisant pour cela le tableau des données.

La densité de l'eau est supérieure à la densité de l'acétate d'isoamyle.

La phase aqueuse est la phase inférieure.

La phase organique est la phase supérieure.



3. Purification de la phase organique

a) Comment se nomme l'opération consistant à laver avec une solution de chlorure de sodium ?

Le relargage.

Pourquoi la réalise-t-on ?

Pour mieux séparer le produit formé qui est encore moins soluble dans l'eau salée (voir tableau).

b) Dans cette phase organique on introduit du sulfate de magnésium anhydre (solide blanc). Que signifie le terme « anhydre » ?

Anhydre signifie sans eau ou privé d'eau.

Quel est le but de cette opération ?

Le sulfate de magnésium permet de sécher la phase organique : élimination des traces d'eau.

4. Chromatographie sur couche mince

a) Décrire rapidement les opérations permettant de réaliser la chromatographie.

Préparation de l'éluant ; préparation du support ou phase fixe sur laquelle seront déposés les produits à analyser et les différents constituants supposés contenus dans ce produit ; migration des différents constituants grâce à l'éluant ; révélation des tâches après séchage ; analyse du chromatogramme.

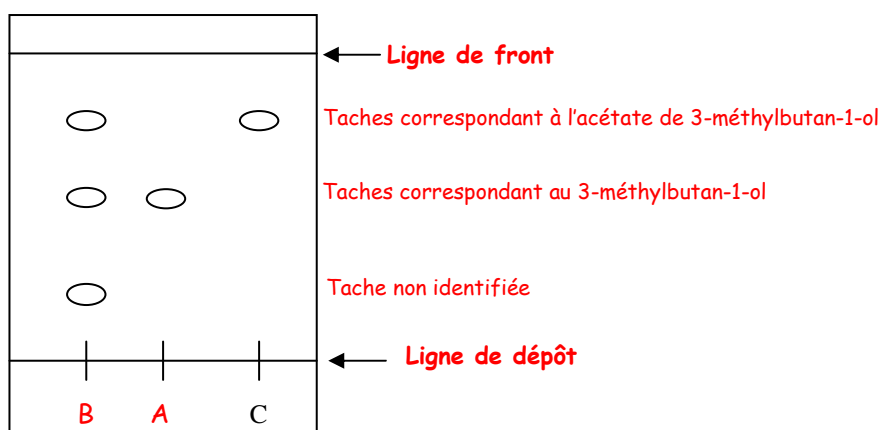
b) Quel est le rôle joué par l'éluant dans une chromatographie ?

L'éluant dans une chromatographie entraîne avec lui les différents constituants et les dépose sur la plaque à différents niveaux.

On suppose que l'acide acétique restant s'est éliminé lors de l'ajout de carbonate de sodium.

Voici le résultat de la chromatographie.

c) Compléter le schéma. Identifier A et B et conclure en ce qui concerne l'espèce chimique obtenue après synthèse et extraction



Le liquide obtenu contient de l'acétate de 3-méthylbutan-1-ol, du 3-méthylbutan-1-ol et une autre espèce chimique non identifiée.