

**CONTEXTE DU SUJET**

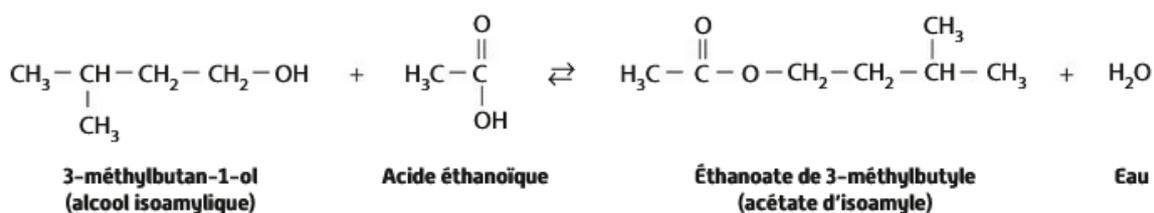
L'éthanoate de 3-méthylbutyle ou acétate d'isoamyle est utilisé comme agent de saveur. Il appartient à une catégorie d'espèces chimiques appelées les esters. Son odeur est agréable et il est utilisé en parfumerie et dans l'alimentation mais cette substance est aussi naturellement présente dans la banane. Au laboratoire, on peut le synthétiser en réalisant une transformation limitée entre l'acide éthanoïque et la 3-méthylbutan-1-ol (alcool isoamylique). Or une synthèse doit avoir le meilleur rendement possible pour économiser les ressources.



**Vous travaillez dans un laboratoire de chimie rattaché à une usine de fabrication de Yaourt bien connu. Vous devez synthétiser cet arôme de banane et vous devez trouver le moyen d'optimiser à la fois la vitesse de formation d'un produit et le rendement de cette synthèse ?**

**QUELQUES DOCUMENTS****Document 1 : Données sur la synthèse**

- La synthèse est modélisée par la réaction chimique d'équation :

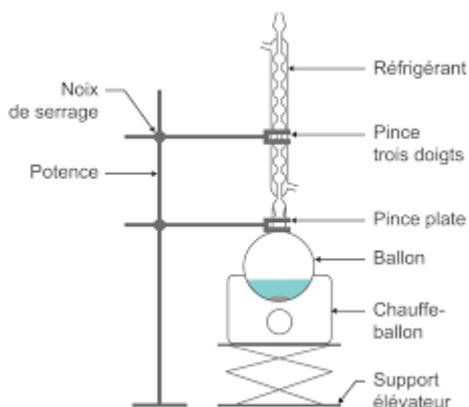


- L'estérification est une transformation chimique limitée qui est modélisée par un équilibre chimique dont la constante d'équilibre  $K(T)$  varie peu avec la température (298 K) et vaut environ 4.

**Document 2 : Propriétés physico-chimiques**

Espèce chimique	Acide acétique ou éthanoïque	3-méthylbutan-1-ol ou alcool isoamylique	Acétate d'isoamyle	Acide sulfurique concentré
Température d'ébullition (°C)	118	132	142	337
Densité	1,05	0,81	0,87	1,84
Masse molaire(g/mol)	60,05	88,15	130,19	98,08
Pictogramme de sécurité	  GHS02 GHS05	 	 vapeur irritante	
Solubilité dans l'eau	Très grande	Faible	Faible	Très grande
Solubilité dans l'eau salée	Très grande	Quasi-nulle	Quasi-nulle	Très grande

### Document 3 : Montage à reflux



### Document 4 : Rendement d'une synthèse

A l'issue de la synthèse, une fois que le produit a été identifié, on calcule le rendement de la synthèse.

$$r = \frac{m_{exp}(\text{produit})}{m_{max}(\text{produit})} = \frac{n_{exp}(\text{produit})}{n_{max}(\text{produit})}$$

On l'exprime souvent en pourcentage. Un rendement de 100% signifie qu'il n'y a eu aucune perte au cours la manipulation.

$n_{max}$  et  $m_{max}$  sont déterminés à l'aide d'un tableau d'avancement en utilisant les quantités de matières initiales de réactifs.

### REALISER

Trois protocoles sont proposés. A vous de mettre en œuvre celui qui vous sera attribué.

La phase de traitement (phase 4) de la phase réactionnelle et de récupération de l'ester est la même pour chaque protocole.

#### Protocole 1

- 1 Dans un ballon de 250 mL, introduire  $V_1 = 20,0$  mL d'alcool isoamylique (3-méthylbutan-1-ol) et un volume  $V_2 = 10,0$  mL d'acide éthanoïque (acétique).
- 2 Ajouter, avec précaution, 1 mL d'une solution d'acide sulfurique concentré et quelques grains de pierre ponce.
- 3 Réaliser un montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 min.
- 4 Au bout de 30 min, arrêter le chauffage et laisser refroidir le ballon à l'air quelques minutes puis dans un bain d'eau froide tout en laissant la circulation d'eau dans le réfrigérant. Passer à la partie séparation.

#### Protocole 2

- 1 Dans un ballon de 250 mL, introduire  $V_1 = 20,0$  mL d'alcool isoamylique et un volume  $V_2 = 25,0$  mL d'acide acétique.
- 2 Ajouter, avec précaution, 1 mL d'une solution d'acide sulfurique concentré et quelques grains de pierre ponce.
- 3 Réaliser un montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 min.
- 4 Au bout de 30 min arrêter le chauffage et laisser refroidir le ballon à l'air quelques minutes, puis dans un bain d'eau froide tout en laissant la circulation d'eau dans le réfrigérant. Passer à la partie séparation.

#### Protocole 3

- 1 Dans un ballon de 250 mL, introduire  $V_1 = 20,0$  mL d'alcool isoamylique et un volume  $V_2 = 25,0$  mL d'acide acétique.
- 2 Ajouter quelques grains de pierre ponce.
- 3 Réaliser un montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 min.
- 4 Au bout de 30 min, arrêter le chauffage et laisser refroidir le ballon à l'air quelques minutes, puis dans un bain d'eau froide tout en laissant la circulation d'eau dans le réfrigérant. Passer à la partie séparation.

#### Protocole de séparation 4

- 1 Verser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter. Deux phases non miscibles apparaissent : la phase aqueuse et la phase organique. Les identifier.
- 2 Ajouter 100 mL d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium glacée. Agiter, puis laisser décanter. Récupérer la phase aqueuse dans un bécher.
- 3 Laver la phase organique avec une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium. Agiter tout en dégazant régulièrement jusqu'à ce que l'effervescence cesse.
- 4 Laver deux fois la phase organique avec 50 mL d'eau glacée.
- 5 Récupérer la phase organique dans un erlenmeyer.
- 6 Sécher la phase organique avec du sulfate de magnésium anhydre. Filtrer et peser la masse d'ester obtenue.

Remarque : On dépose souvent quelques grains de **pierre ponce** (ou des billes de verre) pour réguler l'ébullition, ce qui permet d'éviter d'avoir de grosses bulles qui se forment et projettent le milieu réactionnel sur les parois du ballon et du réfrigérant.

### ANALYSER

1. Que signifie  $\rightleftharpoons$  dans l'équation bilan de la synthèse ?

La réaction n'est pas totale

2. Quel est le rôle du réfrigérant ? Pourquoi parle-t-on de chauffage à reflux et quel est son intérêt ?  
 Il refroidit les vapeurs formées. Ainsi ces vapeurs redeviennent liquides (liquéfaction) et retombent dans le ballon. Dans le montage on observe deux « flux » d'où le terme de reflux. L'intérêt de ce montage est qu'il n'y a aucune perte matière.

3. Représenter l'ampoule à décanter et détailler son contenu. Justifier à l'aide des données du tableau.  
 Phase organique en haut car moins dense que la phase aqueuse

4. A quoi sert l'ajout progressif d'une solution saturée d'hydrogencarbonate de sodium dans la phase organique ? et du sulfate de magnésium anhydre ?

La solution  $\text{NaHCO}_3$  est une solution basique qui vient neutraliser les traces d'acides qui peuvent rester dans la phase organique.

Le sulfate de magnésium anhydre est un desséchant, il permet d'éliminer les traces d'eau résiduelles dans la phase organique

5. Pour chacun des protocoles réalisés, identifier les facteurs cinétiques qui favorisent la formation de l'acétate d'isoamyle.

1, 2 et 3 -> température

1 et 2 -> quantité de réactif initiale

2 et 3 -> catalyseur ( $\text{H}^+$ )

6. Etablir le tableau d'avancement puis déterminer le réactif limitant et la masse maximale d'ester que l'on peut théoriquement synthétiser pour chacun des protocoles.

Equation de la réaction	Alcool	+	Acide	=	Ester	+	Eau
Etat initial	$n_1$		$n_2$		0		0
Etat en cours de transformation	$n_1 - x$		$n_2 - x$		x		x
Etat final	$n_1 - x_{\max}$		$n_2 - x_{\max}$		$x_{\max}$		$x_{\max}$

Protocole 1 :

$$n_1 = \frac{\rho \times V}{M} = \frac{0,81 \times 20}{88,15} = 0,18 \text{ mol}$$

$$n_2 = \frac{\rho \times V}{M} = \frac{1,05 \times 10}{60,05} = 0,17 \text{ mol}$$

Le réactif limitant est l'acide et  $x_{\max} = 0,17 \text{ mol}$  donc  $n_{\max, \text{ester}} = 0,17 \text{ mol}$  et  $m_{\max, \text{ester}} = n \times M = 0,17 \times 130,19 = 22,1 \text{ g}$

Protocole 2 et 3:

$$n_1 = \frac{\rho \times V}{M} = \frac{0,81 \times 20}{88,15} = 0,18 \text{ mol}$$

$$n_2 = \frac{\rho \times V}{M} = \frac{1,05 \times 25}{60,05} = 0,44 \text{ mol}$$

Le réactif limitant est l'alcool et  $x_{\max} = 0,18 \text{ mol}$  donc  $n_{\max, \text{ester}} = 0,18 \text{ mol}$  et  $m_{\max, \text{ester}} = n \times M = 0,18 \times 130,19 = 23,4 \text{ g}$

7. Expliciter le rendement de la synthèse et le calculer pour chacun des protocoles mis en œuvre.

$$r = \frac{m_{exp}}{m_{max}}$$

Protocole 1	Protocole 2	Protocole 3

8. Comparer les protocoles et identifier les différences qui apparaissent.

### VALIDER

→ Dégager les paramètres qui augmentent le rendement et la vitesse d'une synthèse.

### PROLOGEMENT

Proposer une méthode qui permettrait de contrôler la pureté du produit formé.

CCM ou masse volumique (densité)

Objectifs de l'activité	 Trop facile	 Avec une petite aide	 SOS ...
Identifier, dans un protocole, les opérations réalisées pour optimiser la vitesse de formation d'un produit.			
Justifier l'augmentation du rendement d'une synthèse par introduction d'un excès d'un réactif ou par élimination d'un produit du milieu réactionnel.			
<i>Mettre en œuvre un protocole de synthèse pour étudier l'influence de la modification des conditions expérimentales sur le rendement ou la vitesse.</i>			