

## SYNTHESE D'ESTERS ODORANTS

Les esters sont responsables du goût et de l'odeur agréable de nombreux fruits et fleurs. On peut les extraire des produits naturels ou bien les synthétiser à partir de produits chimiques. Les parfums naturels et les senteurs, doivent leur délicatesse à des mélanges complexes, souvent plus de cent substances. Les parfums artificiels peu coûteux sont souvent constitués d'un seul composé ou d'un mélange très simple.

### Objectifs :

- Réaliser une expérience en respectant les consignes de sécurité et de protection de l'environnement.
- Faire la synthèse d'esters odorants :
  - **l'acétate d'isoamyle** utilisé comme arôme alimentaire à odeur et saveur de banane
  - **l'acétate de linalyle** présent naturellement dans la lavande et qui lui donne son parfum, utilisé en pharmacie, cosmétique, parfumerie.....

### Données :

#### • Equation des réactions de synthèse à réaliser :

**synthèse de l'acétate d'isoamyle** : acide acétique + alcool isoamylique  $\rightleftharpoons$  acétate d'isoamyle + eau

**synthèse de l'acétate de linalyle** : acide acétique + alcool de linalyle  $\rightleftharpoons$  acétate de linalyle + eau

#### • Quelques caractéristiques des réactifs et des produits de réaction :

	Acide acétique	Alcool isoamylique	Acétate d'isoamyle	linalol	Acétate de linalyle
Densité	1,18	0,81	0,87	0,87	0,89
Température d'ébullition (°C)	85	130	142	199	220
Solubilité dans l'eau	Soluble en toutes proportions	Peu soluble	Très peu soluble	Peu soluble	Très peu soluble

### I – Protocole expérimental :

#### Les réactifs utilisés sont dangereux :

- le port de la blouse, des lunettes et des gants est obligatoire
- la préparation des solutions doit se faire sous la hotte.

#### 1) Synthèse de l'acétate d'isoamyle :

##### ® Chauffage à reflux :

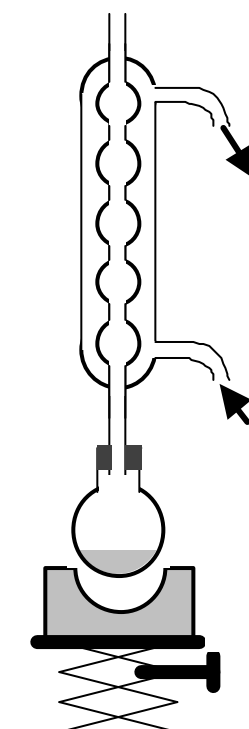
- **Sous la hotte**, dans un ballon de 100 mL, posé sur un valet en liège, introduire :  
10 mL d'alcool isoamylique + 20 mL d'acide acétique + 1g d'acide paratoluène sulfonique.

Bien mélanger et ajouter quelques billes de verre pour réguler l'ébullition.

- Réaliser le montage.
- Mettre en route le réfrigérant à eau et porter le mélange à douce ébullition pendant une trentaine de minutes.

**En cas de surchauffe, descendre le ballon à l'aide du support-boy.**

- Au bout d'une trentaine de minutes, retirer le ballon et le refroidir sous un courant d'eau froide.



### ® **Lavage et décantation :**

- Préparer 50 mL d'eau distillée froide dans un bécher de 100 mL.
- Verser doucement, en agitant, le contenu du ballon dans le bécher.  
Rincer le ballon à l'eau distillée et récupérer l'eau de rinçage dans le bécher.
- Transvaser le tout dans une ampoule à décanter **tout en retenant les billes de verre.**
- **Agiter et dégazer avec précaution en maintenant bien le bouchon.** Laisser décanter.
- Repérer puis évacuer la phase aqueuse en la recueillant dans un bécher ( voir tableau de données )
- Dans la phase organique, restée dans l'ampoule à décanter, ajouter **avec précaution et en plusieurs fois**, environ 30 mL d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium.  
L'ajout de cette solution permet de neutraliser le mélange c'est à dire de transformer l'acide acétique n'ayant pas réagi en acétate de sodium. Il se dégage du dioxyde de carbone.  
Laisser la réaction se produire dans l'ampoule à décanter débouchée sur le support.
- Après l'arrêt de l'effervescence, boucher, **agiter et dégazer avec précaution en maintenant bien le bouchon.** Laisser décanter.
- Repérer et évacuer la phase aqueuse.
- Récupérer la phase organique dans une éprouvette, mesurer son volume et noter son odeur.

### 2) Synthèse de l'acétate de linalyle :

Même protocole expérimental que pour l'acétate d'isoamyle pour le mélange réactionnel initial suivant :  
5 mL de linalol + 30 mL d'acide acétique + 1 g d'acide paratoluène sulfonique.

## II – Exploitation :

A l'aide de vos connaissances et des informations fournies dans les données et dans le protocole expérimental, répondre aux questions suivantes :

- 1 – Quel est le rôle
  - du chauffage ?
  - de l'acide paratoluène sulfonique ? Comment appelle-t-on ce type de corps ?
  - des billes de verre ?
  - du réfrigérant à eau ?
  - du support-boy ?
- 2 – Comment appelle-t-on ce type de montage ? Quel est son intérêt ?
- 3 – Pourquoi le réfrigérant doit-il rester ouvert à son extrémité supérieure ?
- 4 – Quel est le rôle de la solution d'hydrogénocarbonate de sodium ?  
Quel est le gaz qui se forme au cours de cette réaction ?  
Comment pourrait-on le mettre en évidence ?
- 5 – Compléter la légende du schéma du montage.
- 6 – Pour chacune des décantations, dessiner l'ampoule à décanter en précisant où se trouve chacune des phases aqueuse et organique et les produits ou réactifs qu'elles contiennent.  
Justifier à l'aide des caractéristiques des réactifs et des produits fournies dans le tableau.  
Comment pourrait-on déterminer la position de la phase aqueuse si on n'avait pas le tableau des caractéristiques ?
- 7 – Si on réalise une chromatographie sur couche mince en plaçant :
  - en A, un dépôt d'huile essentielle de lavande diluée obtenue par extraction à partir des fleurs de lavande
  - en B, un dépôt dilué de la phase contenant l'ester synthétisé au cours du T.P.
  - en C, un dépôt d'acétate de linalyle dilué
  - en D, un dépôt de linalol dilué.
 on obtient le chromatogramme ci-contre après révélation au diiode.  
Quelles espèces chimiques, contenues dans l'huile essentielle de lavande, peuvent-être identifiées ?  
L'ester synthétisé est-il obtenu pur ? Est-il identique à celui contenu dans le parfum des fleurs de lavande ? Justifier les réponses.
- 8 – Calculer la masse des réactifs utilisés et celle de l'ester formé.

