



Activité expérimentale

« Molécules organique – synthèse organique »

Objectif : Mettre en œuvre un protocole de synthèse pour étudier l'influence de la modification des conditions expérimentales sur le rendement ou la vitesse. Mettre en œuvre un protocole de synthèse conduisant à la modification d'un groupe caractéristique ou d'une chaîne carbonée.

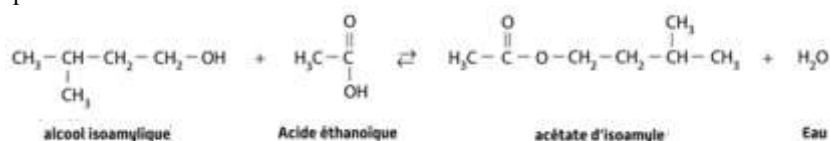
Introduction :

L'acétate d'isoamyle est un ester utilisé comme agent de saveur dans notre alimentation. Cette substance est naturellement présente dans la banane mais elle peut être synthétisée au laboratoire. Au niveau industriel, cette synthèse doit avoir le meilleur rendement possible pour économiser les ressources.

Comment peut-on optimiser à la fois la vitesse de formation de cette espèce et le rendement de sa synthèse ?

**Document 1 : Données sur la synthèse**

- La synthèse est modélisée par la réaction chimique d'estérification 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 et vaut environ 4.

Document 2 : Liste du matériel et des produits utiles**Liste des produits**

3-méthylbutan-1-ol ou alcool isoamylique • Acide acétique • Acide sulfurique concentré • Eau froide • Solution saturée de chlorure de sodium • Solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium.

Matériel pour l'expérience 4

Ampoule à décanter 200 ou 250 mL • Bouchon • Anneau • Erlenmeyer de 150 mL pour la récupération de la phase organique • Bêcher de 400 mL pour la récupération des phases aqueuses • Éprouvette graduée 100 mL • Entonnoir à solide • Support • coton pour filtration.

Matériel pour les expériences 1 à 3

Ballon bicol ou monocol de 250 mL • 1 ou 2 bouchons • Chauffe-ballon • Support élévateur • Réfrigérant à boules • Pinces • Noix • Potence • Valet • Éprouvette graduée de 100 mL • Éprouvette graduée de 50 mL • 2 bêchers de 100 mL (pour verser les réactifs du flacon dans le bêcher et du bêcher dans le ballon avant transformation) • Cristalliseur pour bain d'eau froide • Pierre ponce • Flacon compte-goutte contenant la solution d'acide sulfurique concentrée.

Document 3 :

Données	Acide éthanóique	3-méthylbutan-1-ol	Éthanoate de 3-méthylbutyle	Eau salée
Masse volumique (g · cm ⁻³)	1,05	0,81	0,87	1,2
Masse molaire (g · mol ⁻¹)	60	88	130	
Température d'ébullition (°C)	118	128,5	142	
Solubilité dans l'eau	Très grande	Faible	Très faible	
Solubilité dans l'eau salée	Grande	Très très faible	Très faible	
Pictogramme				

<p>Protocole ① :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Dans un ballon de 250 mL, introduire $V_1 = 20,0$ mL d'alcool isoamylique et un volume $V_2 = 10,0$ mL d'acide éthanoïque. - Ajouter, avec précaution (gants-lunette), 0,6 g d'acide para-toluènesulfonique et quelques grains de pierre ponce. - Réaliser le montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 minutes (chrono). - 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 (protocole④) 	<p>Protocole ② :</p> <ul style="list-style-type: none"> - 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 éthanoïque. - Ajouter, avec précaution (gants-lunette), 0,6 g d'acide para-toluènesulfonique et quelques grains de pierre ponce. - Réaliser le montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 minutes (chrono). - 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 (protocole④) 	<p>Protocole ③ :</p> <ul style="list-style-type: none"> - 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 éthanoïque. - Ajouter quelques grains de pierre ponce. - Réaliser le montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 minutes (chrono). - 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 (protocole④)
---	---	--

Protocole ④ : Séparation

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

Questionnement :

1. Ecrire les noms selon la nomenclature officielle des 2 molécules : l'alcool isoamylique et l'acétate d'isoamyle
2. Pour chacun des protocoles réalisés, identifier les facteurs cinétiques qui favorisent la formation de l'acétate d'isoamyle.
3. Pour chacun des protocoles réalisés, établir le tableau d'avancement en écrivant comme équation de la réaction $\text{alcool} + \text{acide} \rightleftharpoons \text{ester} + \text{eau}$, déterminer les quantités initiales introduites, le réactif limitant et la masse maximale d'ester que l'on peut théoriquement synthétiser.

----- Réaliser le protocole

4. Quel est l'intérêt du chauffage à reflux ?
5. En comparant les protocoles, identifier les points communs et différences qui apparaissent entre ceux-ci.
6. Exprimer le rendement de la synthèse en explicitant les termes et le calculer pour chacun des protocoles mis en œuvre.
7. Conclure en dégagant les paramètres qui augmentent d'une part le rendement et d'autre part la vitesse d'une synthèse.

Rendement de la synthèse

$$r = \frac{m_{\text{expérimentale}}}{m_{\text{théorique}}}$$