

## TP N°12 : SYNTHÈSE DE L'ACÉTATE D'ISOAMYLE, ESTER UTILISÉ EN PARFUMERIE

### Objectif :

- Calculer le rendement d'une transformation <sup>chap13γ-(1)</sup>.
- Mettre en oeuvre au laboratoire, en justifiant le choix du matériel à utiliser : chauffage à reflux, distillation fractionnée, cristallisation, filtration sous vide, chromatographie sur couche mince. <sup>chap13γ-(2)</sup>
- Respecter les consignes de sécurité <sup>chap13γ-(3)</sup>.
- Justifier les étapes d'un protocole <sup>chap13γ-(4)</sup>.

### Matériel :

- Epruvettes graduées de 25 et 50 mL
- Valet en liège
- Ballon
- Support élévateur
- Réfrigérant pour chauffage à reflux
- Chauffe-ballon + régulateur
- Cristalliseur (pour glace)
- Ampoule à décanter
- Verre à pied
- 2 béciers (pots de bébé avec bouchon)
- Dispositif de filtration (entonnoir et papier filtre)
- Spatule
- Balance électronique
- Erlenmeyer + bouchon
- Pierre ponce
- Lunette

### Produits :

- Acide éthanoïque pur
- Alcool isoamylique ou 3-méthylbutan-1-ol
- Acide sulfurique concentré
- Solution saturée et froide de chlorure de sodium
- Solution à 5% d'hydrogénocarbonate de sodium
- Sulfate de magnésium anhydre

### Introduction :

L'acétate d'isoamyle ou éthanoate de 3-méthylbutyle est présent dans les huiles essentielles d'eucalyptus, de jasmin et de bergamote. Il possède une odeur caractéristique de banane. Il est utilisé principalement comme arôme alimentaire, et à faibles doses en parfumerie.

Cet ester est synthétisé à partir d'acide éthanoïque glacial (pur) et du 3-méthylbutan-1-ol (ou alcool isoamylique).

### I Manipulations :

#### 1) Chauffage à reflux :

- Introduire dans un ballon** disposé sur un valet en liège :
  - ✓ 20 mL d'alcool isoamylique
  - ✓ puis **avec précaution (!!! danger !!!)** :  
30 mL d'acide éthanoïque pur et  
1 mL d'acide sulfurique concentré.
- Agiter** pour bien mélanger et **ajouter trois grains** de pierre ponce.
- Adapter le réfrigérant à boules** pour effectuer le reflux et, **après avoir mis en route la circulation d'eau**, porter le mélange à ébullition douce à l'aide du chauffe-ballon.  
Chauffer à reflux pendant 35 minutes.
- Ensuite, **couper le chauffage**, descendre le support du chauffe-ballon et **refroidir extérieurement le ballon** avec un bain d'eau froide jusqu'à température ambiante.



2) Lavages successifs et décantation :

- a. **Verser, dans le ballon, 50 mL d'une solution froide et saturée de chlorure de sodium. Agiter doucement, puis transvaser le mélange dans une ampoule à décanter (!!! retenir la pierre ponce et vérifier que le robinet est fermé !!!). Rincer le ballon à l'eau distillée et ajouter l'eau de rinçage dans l'ampoule à décanter.**
- b. Agiter, décanter, **éliminer la phase aqueuse.**
- c. **Ajouter encore à la phase organique 30 mL de la solution froide de chlorure de sodium.** Agiter, décanter, **éliminer la phase aqueuse.**
- d. Laver maintenant l'ester en **ajoutant lentement** dans l'ampoule à décanter, tout en **agitant, 50 mL d'une solution à 5% d'hydrogencarbonate de sodium.** Une **!!! forte effervescence !!!** se produit. Attendre la fin du dégazage pour boucher l'ampoule. **Maintenir** le bouchon, **agiter légèrement**, ouvrir le robinet en **le tenant vers le haut, laisser s'échapper le gaz**, fermer et recommencer l'opération **jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de gaz.**
- e. Décanter, **éliminer la phase aqueuse.**

3) Séchage de la phase organique

- a. **Recueillir la phase organique** qui contient l'ester dans un erlenmeyer. Y ajouter une spatule de **sulfate de magnésium anhydre.** Boucher l'erlenmeyer et l'agiter quelques instants pour **sécher la phase organique.**
- b. **Filtrer sur éprouvette graduée.** **Mesurer le volume** d'ester obtenu.
- c. Noter son odeur.

II Questions :

Données :	M (g.mol <sup>-1</sup> )	température d'ébullition	densité / à l'eau	solubilité dans l'eau
<b>Acide acétique</b>	60	118	1,05	∞
<b>alcool isoamylique</b>	88	138	0,81	faible
<b>acétate d'isoamyle</b>	130	142	0,87	faible
<b>eau</b>	10	100	1,00	—

- 1) Faire le **schéma** du montage du chauffage à reflux. **Pourquoi chauffe-t-on ? Pourquoi à reflux ?**
- 2) Écrire **l'équation de la réaction.**
- 3) A-t-on fait réagir l'acide et l'alcool dans les **proportions stœchiométriques** ? Pourquoi ?
- 4) Quel **réactif** a-t-on choisi de prendre **en excès** ? Pour **quelle raison** ?
- 5) Quel est le **rôle de l'acide sulfurique** ?
- 6) Quel est le **rôle de pierre ponce** ?
- 7) Pourquoi **ajoute-t-on de l'eau salée** ?
- 8) Lors des différentes décantations, **où se situe la phase organique** ? Justifier.
- 9) Quel est le **rôle de l'hydrogencarbonate de sodium** ? Quel est le **gaz qui se dégage** ?  
Écrire **l'équation de la réaction** concernée.
- 10) **Calculer le rendement** de la synthèse.
- 11) **Comment pourrait-on purifier l'ester** obtenu (voir les données) ? Faire le **schéma du dispositif.**