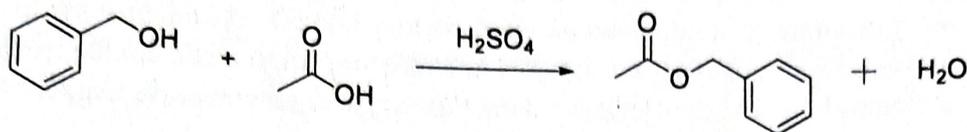


MANIPULATION 2 (1h30)

Estérification : synthèse de l'arôme de jasmin

Cette manipulation permet de synthétiser et caractériser l'acétate de benzyle qui constitue la note de tête de nombreux parfums pour son odeur de jasmin. Cette synthèse sera réalisée à l'aide d'un micro-onde.



Techniques à maîtriser à la fin du TP :

Réalisation d'une CCM (Fiche 16)
Extraction (Fiche 11)
Séchage de la phase organique et filtration (Fiche 12)

Evaporateur rotatif (Fiche 13)
Réaliser un spectre IR (Fiche 21)

Produits	Pictogramme	Phrases de sécurité
Acide éthanoïque		H226 + H314 + P280 + P305 + P310 + P338 + P351
Alcool benzylique		H302 + H332
Acétate de benzyle		
Acide sulfurique concentré		H290 H314 P260 - P280 - P301 + P330 + P331 - P305 + P351 + P338 - P234 - P303 + P361 + P353

Mode opératoire

- Dans un erlenmeyer de 25 mL, placer 3,0 mL d'acide acétique glacial et 5,0 mL d'alcool benzylique. Ajouter
- A l'aide d'une pipette Pasteur en verre, ajouter 4 à 5 gouttes d'acide sulfurique concentré. **Attention il ne sert à rien d'en mettre plus que cela.**
- Placer le tout dans le four à micro-ondes sous la hotte.
- Mettre à chauffer pendant 1 à 2 minutes à puissance 500 W.
- Laisser refroidir. Sortir l'erlenmeyer du four. **Attention ne pas sentir directement le mélange, il contient encore de l'acide sulfurique.**
- Ajouter 15 mL d'eau distillée puis transvaser le milieu réactionnel dans une ampoule à décanter.

- Séparer les phases aqueuses et organiques puis extraire la phase aqueuse avec 3 fois 20 mL d'éther diéthylique.
- Rassembler les phases organiques dans un même erlenmeyer. Ajouter 20 mL d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium. **Attention, il y a un dégagement de $\text{CO}_2(\text{g})$. Attendre la fin du dégagement gazeux pour transférer le tout dans l'ampoule à décanter** et séparer les phases.
- Laver une dernière fois la phase organique par 20 mL d'une solution saturée de chlorure de sodium.
- Sécher la phase organique obtenue sur sulfate de magnésium anhydre, filtrer sur coton et transvaser dans un ballon pour évaporation de 100 mL **préalablement taré**.
- Réaliser une CCM avec un éluant Acétate d'éthyle/pentane (3/7) en déposant le produit obtenu et les deux réactifs. Commenter les rapports frontaux observés lors d'une révélation aux UV.
- Mesurer l'indice de réfraction du produit obtenu et le comparer aux valeurs tabulées en faisant, s'il le faut, une correction en température.
- Réaliser les spectres infra rouges des réactifs et du produit de réaction.
- Prélever à l'aide d'une pipette Pasteur une goutte du produit. Les mettre dans un pilulier contenant dans 2 mL d'éthanol. Tremper une bandelette de papier filtre, laisser évaporer. Sentir l'odeur du parfum synthétisé.