

TP 10 : Synthèse de l'acétate de benzyle

Découvert en 1853 , l'acétate de benzyle (ou éthanoate de benzyle) a été isolé pour la première fois en 1910 de l'absolue de jasmin qui en contient de 20 à 30 % . Aujourd'hui encore, il est extrait de l'absolue du jasmin d' Egypte ou de la narcisse absolue .

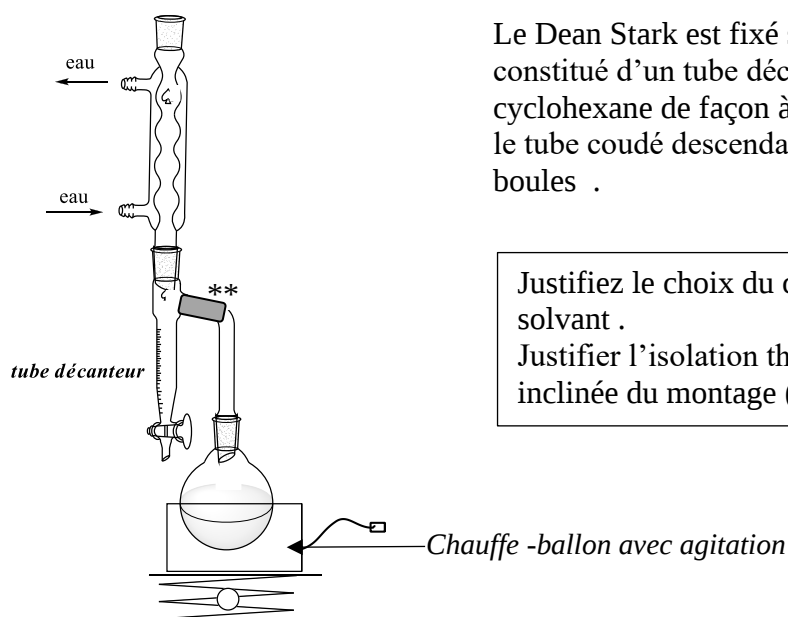
Il est aussi synthétisé pour répondre aux besoins des parfumeurs ; il est utilisé dans les reconstitutions de floraux , et particulièrement dans les notes jasnées , ylang, monoï .



Ce TP a pour objectif de mettre en œuvre une méthode de synthèse de l'acétate de benzyle

Q1. La synthèse de l'acétate de benzyle est réalisée ici à partir d'acide acétique et d'alcool benzylique . Donner l'équation -bilan de la réaction envisagée ici , elle sera écrite en utilisant la représentation topologique pour les différentes espèces .

Q2. Le montage expérimental retenu comporte un appareil de Dean-Stark dont le schéma est représenté ci-dessous.



Le Dean Stark est fixé sur le ballon , il est constitué d'un tube décanteur gradué (rempli de cyclohexane de façon à ce que le niveau affleure le tube coudé descendant) et d'un réfrigérant à boules .

Justifiez le choix du cyclohexane comme solvant .

Justifier l'isolation thermique de la partie inclinée du montage (** sur le schéma)

Q3. Mettre en œuvre le protocole suivant

Dans le ballon monocol (100 mL) , introduire avec précaution 6,0 mL d'acide éthanoïque glacial , 10,0 mL d'acide éthanoïque et 10 mL de cyclohexane. Ajouter 200 mg d'APTS .

Vérifier que le tube décantateur est rempli avec le cyclohexane .

Mettre en route la circulation d'eau .

Porter le mélange à reflux .

Stopper la réaction lorsqu'il n'y a plus d'eau qui s'accumule dans le tube gradué de Dean-Stark. Noter le volume d'eau recueilli. Cette étape devrait prendre de 40 à 50 minutes (pendant ce temps réfléchir à la suite)

Laisser refroidir

Q4. Commenter les quantités de matière introduites et déterminer la quantité d'eau maximale que l'on peut recueillir .

Q5. Proposer un protocole expérimental permettant d'isoler l'ester après avoir introduit 20 mL d'eau distillée dans le brut réactionnel .

Solutions et produits chimiques mis a votre disposition :

- éther diéthylique
- eau distillée
- solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium à 10%
- solution saturée de chlorure de sodium
- sulfate de magnésium anhydre

Justifier les différentes étapes proposées en présentant sous forme de schéma la composition des différentes phases en présence .

Q6. Déterminer le rendement en ester .

Q7. Proposer une méthode permettant de contrôler la pureté de l'ester et la mettre en œuvre . Analyser le spectre IR que l'on fera réaliser .

Q8 . On donne en annexe 3 spectres (1,2 , 3) RMN¹H : les associer aux réactifs et à l'ester . Les spectres a et b sont associés à deux isomères de l'éthanoate de benzyle :proposer une formule pour ces deux isomères .

Annexe 1 : Données sécurité :

	Densité	T _{eb} (°C)	M (gmol ⁻¹)	Solubilité Dans l'eau	Solubilité dans le cyclohexane	sécurité
CH ₃ COOH	1,05	118	60,0	Tres grande	bonne	 
Alcool benzylique C ₆ H ₅ CH ₂ OH	1,04	205	108,14	faible	forte	
ester	1,05	213	150,0	moyenne	Tres forte	
APTS	1,24	186	190,2	Tres grande	nulle	
cyclohexane	0,78	81	84,2	nulle		   

Handbook :

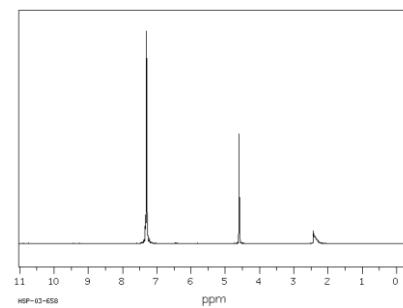
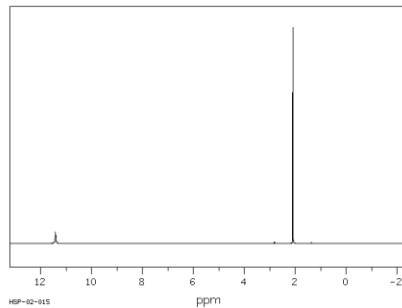
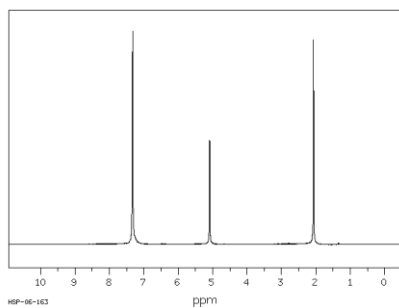
No.	Name	Synonym	Mol. Form.	CAS RN	Mol. Wt.	Physical Form	mp/°C	bp/°C	den/ g cm ⁻³	n _D	Solubility
21	Acetic acid	Ethanoic acid	C ₂ H ₄ O ₂	64-19-7	60.052		16.64	117.9	1.0446 ²⁵	1.3720 ²⁰	msc H ₂ O, EtOH, eth, ace, bz; s chl, CS ₂
778	Benzyl acetate		C ₉ H ₁₀ O ₂	140-11-4	150.174	liq	-51.3	213	1.0550 ²⁰	1.5232 ²⁰	sl H ₂ O; msc EtOH; s eth, ace, chl
780	Benzyl alcohol	Benzenemethanol	C ₇ H ₈ O	100-51-6	108.138	liq	-15.4	205.31	1.0419 ²⁴	1.5396 ²⁰	s H ₂ O, EtOH, eth, ace, bz, MeOH, chl

Annexe 2 : Spectres RMN¹H (CDCl₃ , 90 MHz)

Spectre 1

Spectre 2 :

Spectre 3



Spectre de deux isomères de l'éthanoate de benzyle

Spectre a

Spectre b

