



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique



Université Echahid Hamma Lakhdar. El Oued
Faculté de la Technologie

Mémoire de Fin d'Etude
En vue de l'obtention du diplôme de
MASTER ACADEMIQUE

Domaine: Sciences et Technique
Filière: Génie des Procédés
Spécialité: Génie Chimique

Présenté par:
SABRINA Herkous
SAHRA Soufi

Thème

**Synthèse et Identification d'un Arôme Artificiel (Acétate
d'Isoamyle) et Son Conservateur (Acide Benzoïque)**

Soutenu le 27/05/2017

Devant le Jury:

Dr. CHERIFA Boubekri

Président

Université d'El Oued.

Dr. OMAR Ben mya

Examineur

Université d'El Oued.

Mr. HADDAD Larbi

Rapporteur

Université d'El Oued.

2016/2017



Remerciements

Tout d'abord, Nous tenons à remercier "ALLAH"

*le miséricordieux de nos avoir donné la possibilité de réaliser
notre projet, d'arriver à notre souhaits et d'atteindre notre objectifs.*

*Nous aimerons dans ces quelques lignes remercier toutes les personnes qui d'une
manière ou d'une autre, ont contribué au bon déroulement de notre travail.*

*Nous tenons tout d'abord à remercier notre encadreur **HADDAD LARBI**.*

*Nos remerciements s'adressent également à tous membres de Jury,
qui ont accepté de nous honorer de leur présence et de juger notre
travail Merci.*

*Nous exprimons notre gratitude à l'ensemble des professeurs du
département de Génie des ftrocédés et ftétochimie qui ont contribué à
notre formation, on les prie de bien*

*vouloir croire à notre gratitude en espérant que cet humble travail
fera crédibilité de leurs efforts.*

*Et à toute personne ayant contribué de près ou de loin à notre soutien
moral ... Merci*

SAHRA & SABRINA

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
Chapitre I		
<i>Tableau I.1.</i>	Exemples des domaines d'utilisation des arômes	10
Chapitre III		
<i>Tableau III.1.</i>	Liste des réactifs utilisés	22
Chapitre IV		
<i>Tableau IV.1.</i>	Rendement de l'ester synthétisé	33
<i>Tableau IV.2.</i>	Densité de l'ester synthétisé	33
<i>Tableau IV.3.</i>	L'indice d'acide de l'ester synthétisé	34
<i>Tableau IV.4.</i>	Longueurs d'onde IR d'acétate d'isoamyle	36
<i>Tableau IV.5.</i>	Rendement de conservateur	37
<i>Tableau IV.6.</i>	Longueurs d'onde IR de l'acide benzoïque	38

Liste des figures

Figure	Titre	Page
Chapitre I		
Figure I.1.	Organigramme de différentes catégories des arômes	05
Figure I.2.	Arôme naturel de la banane	06
Figure I.3.	Arôme artificiel de la banane	07
Figure I.4.	Arôme identique à la nature	08
Figure I.5.	Arôme de transformation	09
Figure I.6.	Montage de distillation	11
Figure I.7.	Montage à reflux	12
Chapitre II		
Figure II.1.	Palette des arômes	15
Figure II.2.	Structure 3D et formule semi-développée de l'acétate d'isoamyle	17
Figure II.3.	Produits commerciaux utilisant l'arôme de banane comme odeur ou goût	18
Figure II.4.	Structure 3D et formule semi-développée de l'acide benzoïque	19
Figure II.5.	Exemple d'utilisation l'acide benzoïque	21
Chapitre III		
Figure III.1.	Montage à reflux de l'estérification	24
Figure III.2.	Etape de décantation et de séparation	24
Figure III.3.	Etape de filtration et obtention du produit final	25
Figure III.4.	Montage à reflux pour la synthèse de l'acide benzoïque	26
Figure III.5.	Etape de filtration ambiante	26
Figure III.6.	Apparence de cristaux blancs et filtration sous vide	27
Figure III.7.	Produite final (Acide benzoïque)	27
Figure III.8.	Changement de couleur lors du filtrage	29
Figure III.9.	pH –mètre utilisé type Consort multi-parameter analyser C3020	29

<i>Figure III.10.</i>	Appareil de spectre infrarouge utilisé	30
<i>Figure III.11.</i>	Système de préparation des pastilles	31
<i>Figure III.12.</i>	Dépôt de l'ester sur une pastille de KBr sec	31

Chapitre IV

<i>Figure IV.1.</i>	pH-mètre indiquant la valeur mesuré du pH	34
<i>Figure IV.2.</i>	Spectre infrarouge de l'acétate isoamyle	35
<i>Figure IV.3.</i>	Spectre infrarouge de l'acide benzoïque	37

Liste d'abréviations

ALPHABET

CE	Communauté européenne
D	La densité
HCl	Acide chlorhydrique
I _A	Indice d'acide
IR	Infrarouge
KOH	Potassium hydroxyde
KBr	bromide potassium
L	Litre
M	Masse molaire
M	La masse
ml	Millilitre
G	Gramme
R	Rendement
P	La masse volumique

UNITI

V	Volume
cm ⁻¹	Centimètre mois un
Kg	Kilogramme
KN	kilo Newton
°C	Degré Celsius
%	Pourcentage

Remerciements

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste d'abréviations

Sommaire

Introduction générale	01
------------------------------	----

PARTIE THEORIQUE

Chapitre I : Industrie des arômes

I.1. Introduction	03
I.2. Historique	03
I.3. Définition de l'arôme	04
I.4. Composition chimique des arômes	04
I.5. Les différents types des arômes	04
I.5.1. Arômes naturels	05
I.5.2. Arômes de synthèse	06
I.5.2.1. Les arômes artificiels	06
I.5.2.2. Les arômes « identiques au nature »	07
I.5.2.3. Arômes de transformation	08
I.6. Domaines d'application des arômes	09
I.6.1. Industrie alimentaire	09
I.6.2. Industrie cosmétique	10
I.6.3. Industrie pharmaceutique	10
I.7. Procèdes de l'industrie	11
I.7.1. Procèdes de l'extraction	11
I.7.1.1. La distillation	11
I.7.1.2. Extraction à froid	12
I.7.1.3. L'enfleurage	12
I.7.2. Les procédés de synthèse : montage à reflux	12
a-Réfrigérant droit dit "de Liebig"	13
b-Réfrigérant à boules dit "d'Allihn"	13
c-Réfrigérant à serpentins dit "de Graham"	13

Chapitre II : Synthèse des produits en question

II.1. Introduction	14
II.2. Synthèse de l'arôme artificiel	14
II.2.1. Définition d'estérification	14
II.2.1.1. L'équation de la réaction d'estérification effectuée	15
II.2.1.2. Le choix de catalyseur H_2SO_4	16
II.2.1.3. L'alcool et l'estérification	16
II.2.2. Synthèse d'acétate d'isoamyle	16
II.2.2.1. Description de la molécule	16
II.2.2.2. Mécanisme réactionnel effectuée	17
II.2.2.3. Application	18
II.3. Synthés de conservateur (Acide benzoïque)	19
II.3.1. Définition d'acide benzoïque	19
II.3.2. Mécanisme réactionnel effectuée	20
II.3.3. Application	20

PARTIE PRATIQUE

Chapitre III : Matériel et protocoles

III.1. Introduction	22
III.2. Produits utilisé	22
III.3. matériels utilisé	22
III.4. Rôle de quelques verreries de laboratoire	23
III.5. Protocole de synthèse	23
III.5.1. Synthèse de l'arôme	23
III.5.2. Synthèse de conservateur (Acide benzoïque)	25
III.6. Les caractérisations des produits synthétisés	27
III.6.1. Le rendement	27
III.6.2. La densité	28
III.6.3. L'indice d'acide	28
III.6.4. pH- mètre	39
III.6.5. Spectromètre infrarouge (IR)	30

Chapitre IV: Résultats et discussions

IV.1. Introduction	32
IV.2. Identification physicochimique de l'ester	32
IV.2.1 Caractéristique organoleptique	32
IV.2.2. Calcul du rendement	32
IV.2.3. Calcul la densité	33
IV.2.4. Mesure de l'indice d'acide	33
IV.2.5. p H	34
IV.2.6. Spectre infrarouge d'acétate isoamyle	35
IV.3. Identification du conservateur	36
IV.3.1. Apparence	36
IV.3.2. Rendement de conservateur	36
IV.3.3. Spectre infrarouge d'acide benzoïque	37
Conclusion générale	39

Références

Annexe

L'examen d'un composé organique quelconque révèle, en général, deux traits caractéristiques : d'abord, la présence d'hétéroatomes liés aux carbones. Ceux-ci déterminent ce qu'on appelle une fonction chimique. D'autre part, on peut remarquer le reste de la chaîne, souvent constitué par des liaisons carbone – hydrogène. Ces fonctions sont multiples et c'est grâce à eux qu'on a aujourd'hui une variété de familles chimiques, à titre d'exemple les acides et les esters .

Ces deux dernières familles, mais aussi les colorants font partie intégrante de notre quotidien, et il est primordial de savoir comment ils sont synthétisés pour connaître leur impact sur notre organisme. Dans ce projet, nous avons voulu vous montrer quelles étaient les différentes approches que pouvaient avoir les acteurs de cette filière. La transversalité de ce sujet nous a permis d'investiguer autour des principales étapes de la « vie » d'un arôme et d'un conservateur [1].

La synthèse d'arômes est inévitable. En effet, l'extraction de produits naturels ne serait pas suffisante pour satisfaire les besoins d'un marché très important. De plus, la synthèse chimique des arômes est souvent moins coûteuse que l'extraction des substances naturelles. Il faut souligner que, même si l'appellation « arôme de synthèse » fait peur au consommateur, un arôme naturel n'est pas forcément meilleur pour la santé qu'un arôme synthétique [2].

Les esters ont des arômes souvent agréables et fruités. Ils sont présents dans les fruits et entrent dans la composition d'huiles essentielles. Leur synthèse est plus économique que leur extraction. De ce fait, ils sont fréquemment employés pour reproduire les arômes de fruits dans l'industrie alimentaire et donc dans de nombreuses boissons "fruitées".

L'ester dont on réalise la synthèse est l'acétate d'iso amyle ($C_7H_{14}O_2$). Cet ester est présent dans les huiles essentielles d'eucalyptus, de bergamote et de jasmin, ainsi que dans la banane. L'acétate d'iso amyle a une odeur de banane lorsqu'il est pur et une odeur de poire en solution diluée. Il est utilisé en solution alcoolique comme arôme de banane dans eaux minérales et sirops [3].

En 1830, Wöhler rencontre Justus Von Liebig, qui poursuit des recherches similaires sur les cyanates. Ils extraient, en 1837, l'amygdaline à partir des amandes amères, et découvrent l'acide benzoïque, utilisé aujourd'hui comme conservateur alimentaire, en oxydant l'amygdaline par l'acide nitrique. En 1832, ils publient les résultats de travaux et montrent que les radicaux organiques

peuvent se combiner à l'hydrogène électropositif aussi bien qu'à l'oxygène électronégatif. On appelle un conservateur toute substance capable de s'opposer aux altérations d'origines chimiques ou microbiologiques [4].

Le présent manuscrit est subdivisé classiquement en deux parties, chacune contenant deux chapitres comme suit :

Partie théorique :

Chapitre I : Industrie des arômes

Dans ce chapitre nous présentons quelques définitions et concepts indispensables, ainsi des généralités et classifications relatives aux arômes.

Chapitre II : Synthèse des produits en question

Ce chapitre est consacré à tout ce qui est relatif aux mécanismes réactionnels des produits en question ainsi que les applications des arômes dans les produits commerciaux.

Partie expérimentale :

Chapitre III : Matériels et protocoles

Les produits et les matériels nécessaires pour la synthèse de nos produits, ainsi que les protocoles expérimentaux seront représentés dans le troisième chapitre.

Chapitre IV : Résultats et discussion

Les résultats et leur discussion seront représentés dans le dernier chapitre.

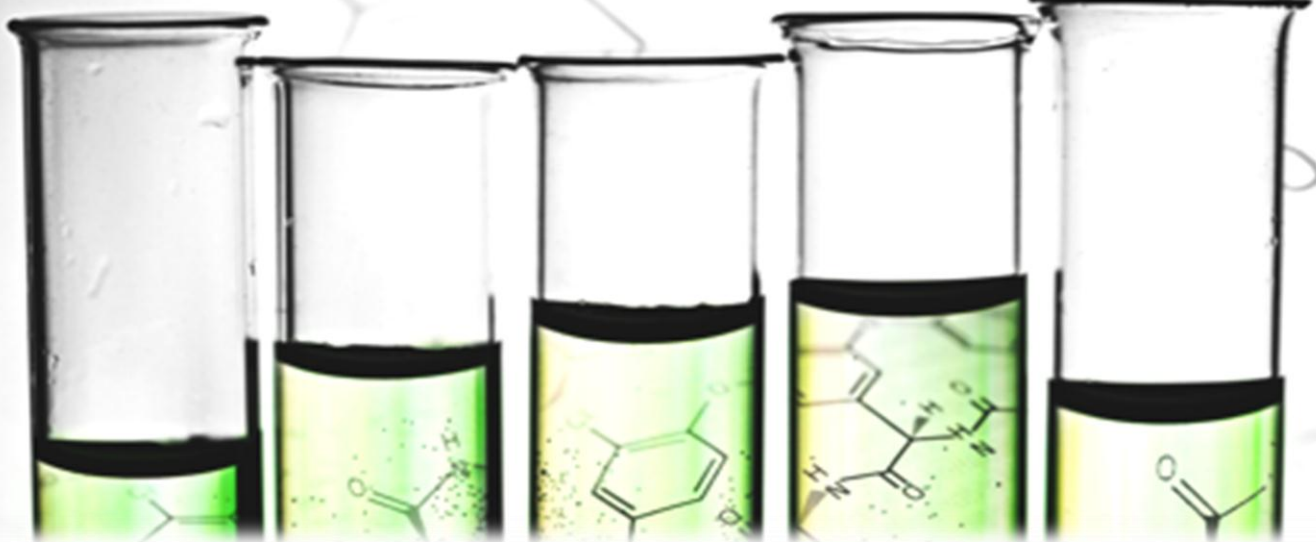
Le manuscrit sera clôturé par une conclusion et quelques éventuelles recommandations.

PARTIE

THEORIQUE

Chapitre I : Chapitre I :

Industrie des arômes



I.1. Introduction

C'est vers la fin des années 50, quand l'industrie est véritablement devenue fabrication et que la production d'arômes a connu son essor. Auparavant, n'existaient sur le marché qu'une poignée d'arômes solubles, Ces arômes que l'on ajoute aux aliments peuvent être de composition entièrement artificielle, ou au contraire d'origine naturelle. Tout dépend des matières premières utilisées. Les arômes sont ensuite combinés entre eux, de façon à imiter ou renforcer les arômes naturels.

I.2. Historique

L'histoire des arômes débute 4000 ans avant notre ère en Asie, en effet un homme voulait rendre son riz plus savoureux, il alla donc cueillir du poivre dans la forêt. Ce fut le début d'une course à l'arôme, pour découvrir de nouvelles saveurs les hommes ont cherché dans la nature avant de s'apercevoir qu'ils étaient capables à l'aide de la chimie de synthétiser ces arômes.

Les molécules aromatiques ont été découvertes par Kekulé à la fin du XIX^{ème} siècle. Au cours de l'histoire, l'utilisation de produits modifiant le goût d'un aliment devint de plus en plus fréquente. Ainsi, à la fin du Moyen Age, un tiers des recettes comportait du safran. Cette quête de nouvelles saveurs a entraîné les hommes à aller découvrir de nouvelles routes vers l'Asie et l'Amérique et a donné lieu à un commerce florissant. Les épices, et le poivre en particulier, ont même été utilisés comme monnaie à part entière. Les égyptiens assaisonnaient et aromatisaient leurs aliments avec des herbes. Les romains, eux, utilisaient de la cannelle et du gingembre. Ils ont d'ailleurs créé certains arômes comme le garum, grâce à une technique encore utilisée de nos jours et qui est la fermentation. La distillation au Moyen-âge va permettre le développement des arômes que l'on ajoute aux aliments comme l'alcoolat de menthe. Il faut noter que, les découvertes chimiques du XIX^{ème} siècle permettent, dès 1845, de créer des molécules aromatiques de synthèse, comme la vanilline que l'on utilise toujours de nos jours [5].

I.3. Définition de l'arôme

Le mot arôme vient du grec « arôme » qui signifie épice, dont dérive le latin *aromate* et *parfum*. Selon le dictionnaire Larousse l'arôme est tout principe odorant [6].

On entend par « arômes », des produits non destinés à être consommés en l'état, qui sont ajoutés aux denrées alimentaires pour leur conférer une odeur et/ou un goût ou modifier ceux-ci. Il n'y a donc pas « un arôme » mais « des arômes », ils sont tous aussi différents les uns par rapport les autres, que ce soit dans la fabrication soit dans l'utilisation.

Les arômes se présentent sous forme liquide ou de poudre. Ils ont une fonction organoleptique, ce sont « des substances d'addition volontaire des aliments ». Ils sont un véritable « cocktail » de saveurs, un mélange de molécules, destiné à donner du goût et de la saveur à un produit [7].

I.4. Composition chimique des arômes

Ces substances ne peuvent être utilisées que si elles figurent sur la liste des substances aromatiques autorisées, les hydrocarbures, les éthers, les aldéhydes, les cétones, les alcools, les acides, les amines, les sulfures, les thiols, les triesters et les esters sont les principaux constituants de ces arômes.

Presque toutes les catégories de composés chimiques, dont le poids moléculaire est inférieur à 400, sont présentes dans les arômes (excepté les dérivés nitrés et halogénés). De nombreux dérivés cycliques (cycloènes) et aromatiques (phénols) y sont présents. Mais la catégorie la plus importante (environ deux mille produits) est constituée par des hétérocycles (pyrazines, furannes, lactones, oxazoles, thiazoles, pyrroles, pyridines, pyranes, pyrimidines et leurs dérivés condensés). Une dernière catégorie est constituée par des mono- et sesquiterpènes, principaux constituants des épices et des extraits végétaux aromatiques [5].

I.5. Les différents types des arômes

On compte à ce jour plus de 15000 arômes différents, classés en 5 catégories différentes.

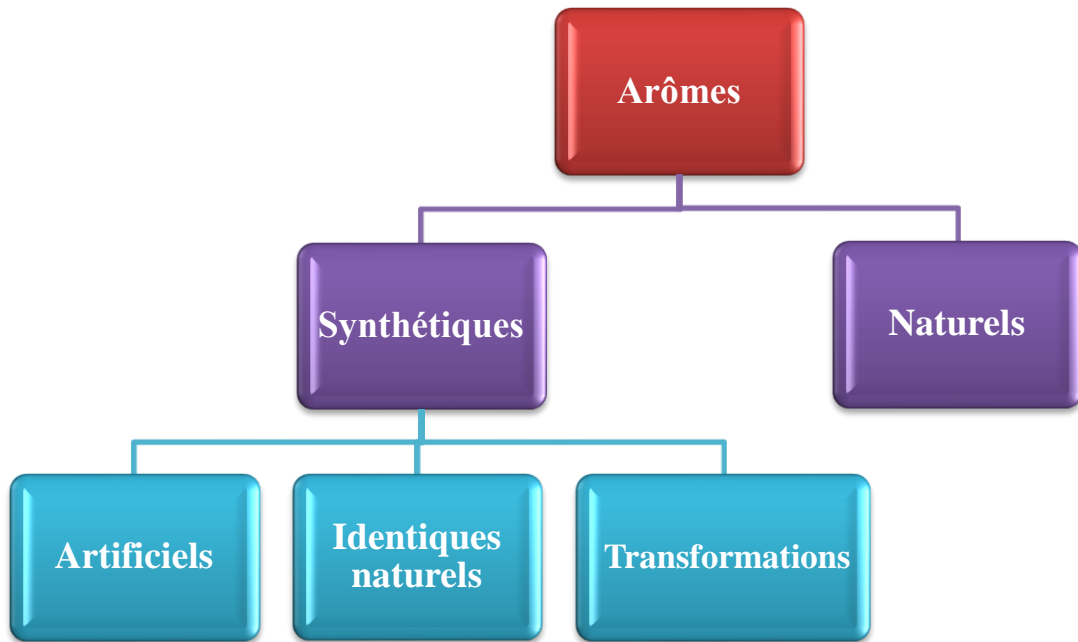


Figure I.1. Organigramme de différentes catégories des arômes

I.5.1. Arômes naturels

Les naturels sont des mélanges de matières premières aromatiques. Elles sont toutes des substances naturelles extraites par des procédés physiques et sont très concentrées, c'est pourquoi elles sont diluées afin d'obtenir des arômes.

Dans le règne végétal, des arômes sont extraits de l'anis, la cannelle, le girofle, la vanille, par exemple. Les légumes, les fruits, les céréales, le pain, le café, le cacao, le tabac et le vin renferment aussi des arômes.

Les huiles essentielles (ou essences naturelles), dont les principales sont les essences de bergamote, de citronnelle, de lavande, de lemon-grass (source du citral), de roses, forment un groupe important d'arômes, elles sont moins concentrées que les aromates.

Dans le règne animal, de nombreux arômes se rencontrent dans les viandes, le lait, les produits laitiers, les poissons... [8].



Figures I.2. Arôme naturel de la banane

I.5.2. Arômes de synthèse

Il est largement fait appel aux arômes de synthèse dans la préparation des compositions aromatisants ; ces arômes sont de trois sortes : les arômes artificiels, les arômes identiques et les arômes de transformation aux arômes naturels [9].

I.5.2.1. Les arômes artificiels

Les arômes artificiels sont peu nombreux et possèdent des propriétés olfactives plus intenses que les molécules naturelles qu'elles remplacent. Leurs structures sont d'ailleurs très proches des molécules naturelles qui ont servi de point de départ pour leur élaboration. C'est le cas de l'éthyle vanilline et du méthyle eugénol qui dérivent du produit naturel par une simple alkylation et qui possèdent des seuils de perception améliorés. Face à cette situation relativement claire, une véritable révolution technologique est venue bouleverser le monde de l'aromatisation.

Cette révolution, née de la demande sans cesse croissante d'arômes naturels par le consommateur, consiste à faire produire des substances aromatiques par des systèmes enzymatiques proches ou identiques à ceux normalement mis en jeu dans la matière première végétale, mais dans des conditions optimisées. Cette production par la biotechnologie est maintenant du domaine de la réalité et suscite une activité scientifique importante [10].



Figures I.3. Arôme artificiel de la banane

I.5.2.2. Les arômes « identiques au nature »

Les arômes « identiques au naturel » sont, contrairement aux arômes naturels, des substances pures. Celles-ci sont généralement obtenues par synthèse chimique à partir de matières fossiles, mais quelquefois par héli synthèse à partir de produits naturels. Comme la plupart des arômes naturels, ces substances sont obtenues dans un solvant organique qui a cette fois-ci servi de solvant pour la synthèse, et qui devra être éliminé avant la commercialisation. Pour avoir le label « identique au naturel », ces substances doivent simplement posséder une structure identique à celle de substances ayant été identifiées comme naturelles.

Les avantages de l'utilisation de telles substances sont d'abord liés à leur grande pureté qui leur permet de présenter des caractéristiques organoleptiques en général bien définies et uniques. Ensuite, comme ces substances sont obtenues à l'état pur, elles possèdent un pouvoir aromatisant remarquable et ne sont donc utilisées qu'en très faibles quantités. Il est d'ailleurs rare que ces substances de synthèse soient utilisées seules. Elles sont plutôt utilisées pour améliorer certaines caractéristiques olfactives d'un extrait naturel, qui seraient par exemple altérées par l'extraction.

L'arôme ainsi obtenu est désigné par les professionnels de « renforcé » et contient majoritairement des substances naturelles (96 à 98 %), compte tenu du fort pouvoir aromatisant des substances ajoutées [10].



Figures I.4. Arôme identique à la nature

I.5.2.3. Arômes de transformation

Ces produits sont obtenus, dans le respect des bonnes pratiques de fabrication, par chauffage à une température inférieure à 180°C, pendant un temps inférieur à 15 minutes d'un mélange d'ingrédients n'ayant pas obligatoirement des propriétés aromatisants et dont au moins un contient de l'azote et un autre un sucre réducteur.

Il s'agit donc d'une réaction de Maillard :

Glucides réducteurs + azote [amino] → ensemble complexe de molécules insaturées

Parmi le grand nombre de composés produits beaucoup sont volatils et dotés de notes rappelant les produits alimentaires chauffés ou grillés : viande grillée, poulet rôti, caramel, fudge ,... [11].

Cela permet de copier les réactions qui se produisent naturellement lors de la cuisson des aliments. Dans les arômes de transformation, on trouve les arômes de fumée qui sont obtenus par combustion de bois odorants (hêtre, bouleau...) et par la récupération puis la condensation de ceux-ci [12].



Figures I.5. Arôme de transformation

I.6. Domaines d'application des arômes

Tout procédé de transformation, aussi maîtrisé soit-il, entraîne des pertes aromatiques importantes. De ce fait, les producteurs d'arômes possèdent une palette de clients extrêmement variée, recoupant pratiquement tous les domaines.

Les industries utilisent les arômes dans leurs produits afin de mieux répondre aux attentes du consommateur. Cela fonctionne dans l'alimentaire, l'agroalimentaire, les cosmétiques ou l'industrie pharmaceutique [13].

I.6.1. Industrie alimentaire

Les arômes sont très utilisés dans le secteur alimentaire, ils permettent d'améliorer le goût de certains aliments et aussi de reproduire un goût spécifique dont le prix à l'état naturel est assez cher, où dont les ressources sont faibles. Les fabricants d'arômes possèdent une grande palette de saveurs, des plus courantes au plus farfelues et inconnues, l'arôme s'est adapté à toutes les situations. Ainsi nous pouvons trouver aisément l'arôme de citron, fraise, banane ou de café mais également l'arôme de moule, de morille de crevette ou de bœuf.

Ces arômes sont utilisés dans des produits vendus déjà prêt, où l'arôme peut être vendu sous forme de petite bouteille identique. Le consommateur pourra lui-même se servir de ces arômes à petite dose dans ces préparations. Il suffit de quelques gouttes car l'arôme est très concentré. Il pourra être utilisé selon son type (salé, sucré, agrume, alcool, champignon), pour améliorer des préparations culinaires comme les pâtisseries (crèmes dessert, glaces, mousses...) ou la cuisine

(sauces, crèmes, potages...). Cependant ces arômes ne remplaceront pas à eux seuls la saveur principale de l'aliment, il est destiné à rehausser le goût [14].

I.6.2. Industrie cosmétique

Dans les produits cosmétiques, le but est le même ; améliorer la perception du produit par le consommateur. Le produit doit être agréable à sentir, c'est un avantage de vente qui plait aux personnes. Les arômes de fruits vont parfumer les produits et avoir un impact sur la personne qui s'en servira. Les arômes joueront un rôle sur le mental, et la satisfaction. Un produit aromatisé plaira d'avantage qu'un produit « sans odeur », il est plus attractif [14].

I.6.3. Industrie pharmaceutique

Pour l'industrie pharmaceutique le but reste le même, les arômes viendront améliorer le goût de certain médicament dans le but de le faire apprécier aux patients [14].

Le tableau suivant donne quelques exemples illustrant cette omniprésence des arômes dans notre alimentation.

Tableau I.1. Exemples des domaines d'utilisation des arômes

Domaine	Exemple
Biscuiterie	biscuits sucrés, biscuits salés, snacks, nappages, fourrages.
Boissons	sodas, boissons aux jus, nectars, limonades, eaux aromatisées, liqueurs, crèmes, alcools, vermouths, cocktails, thés et tisanes.
Confiseries	bonbons, chewing-gums, sucres cuits, pâtes à mâcher, fondants, chocolats, gélifiés, confitures.
Produits Laitiers	yogourts, laits aromatisés, préparations de fruits sur sucre, des sert lactés, crèmes glacées & sorbets, crèmes dessert, fromages, margarines.
Pet-Food	volailles, viandes, poissons .
Produits Salés	sauces, plats cuisinés, plats surgelés, potages déshydratés, compositions aromatiques (liquides ou poudres).
Laboratoires Pharmaceutiques	spécialités pour sirops, ampoules buvables, comprimés effervescents

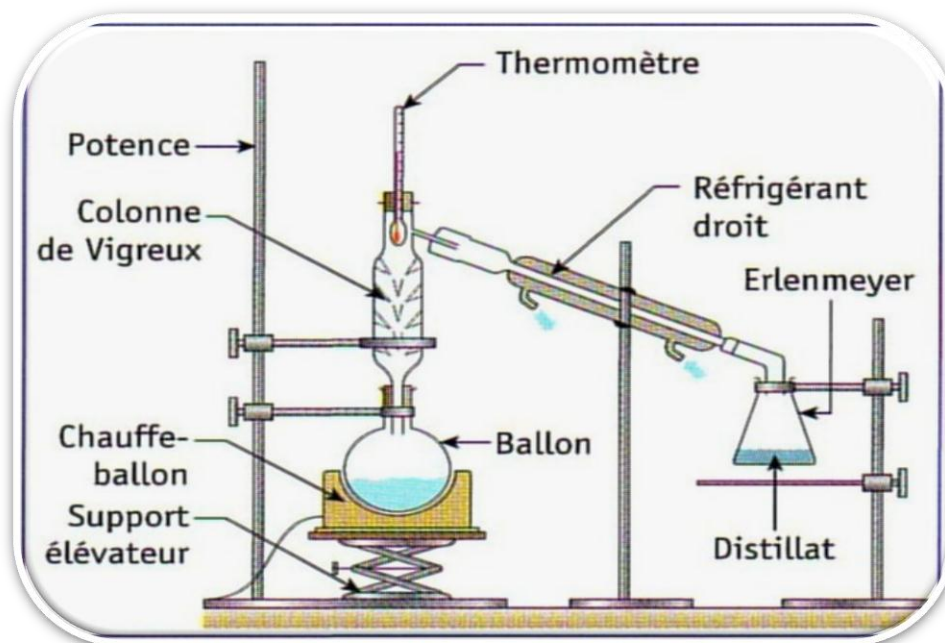
I.7. Procédés de l'industrie

I.7.1. Procèdes de l'extraction

I.7.1.1. La distillation

Cette méthode d'extraction est la plus utilisée. Elle consiste à séparer plusieurs corps dont les températures d'ébullition sont différentes. On chauffe un mélange de substances végétales et d'eau ce qui provoque l'éclatement des cellules végétales. La vapeur d'eau se charge des molécules huileuses et odorantes et passe à travers un récipient réfrigérant pour provoquer la séparation des molécules odorantes et des particules d'eau. Si les températures d'ébullition des espèces sont très diverses, on utilisera alors un montage de distillation simple.

Si ces températures sont proches, on utilisera un montage de distillation fractionnée avec la colonne de Vigreux qui permet par condensations successives une séparation plus précise des corps présents. En effet, la température diminuant le long de la colonne, les différents composants se condensent à des hauteurs différentes. L'espèce chimique extraite en premier est la plus volatile, celle dont la température d'ébullition est la plus faible [15].



Figures I.6. Montage de distillation

I.7.1.2. Extraction à froid

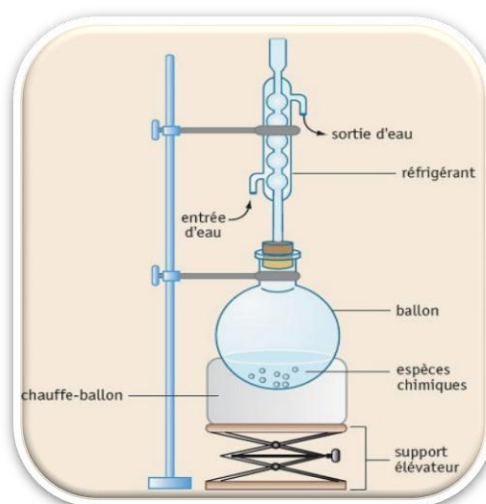
Ce procédé consiste à extraire les molécules aromatiques à l'aide de solvants. Les végétaux sont placés dans un solvant organique (exemple : hexane choisi en raison de son grand pouvoir de solubilisation et de sa volatilité) qui se chargent des principes odorants lors des lavages successifs du végétal. Décantée puis distillée l'essence est séparée du solvant. Evaporé, récupéré puis recyclé le solvant laisse un extrait pâteux coloré et parfumé : la concrète [15].

I.7.1.3. L'enfleurage

L'enfleurage à froid, le plus ancien des procédés, est aujourd'hui presque totalement abandonné. Il était principalement utilisé pour les fleurs fragiles (exemple : violette) qui ne supportent pas la chaleur. On dépose les fleurs sur des châssis de verre enduits de graisse. On laisse reposer : la graisse absorbe les molécules odorantes. On renouvelle les fleurs souvent jusqu'à saturation de la graisse. La graisse parfumée était introduite dans une batteuse avec de l'alcool. Le parfum ainsi agité quittait la graisse et allait dans l'alcool. On filtrait, et on obtenait de " l'absolu" [16].

I.7.2. Les procédés de synthèse : montage à reflux

Tout d'abord, nous utilisons le montage à reflux pour effectuer une hydrolyse ou pour une estérification (ce qui est le cas pour notre expérience). Son principe est de porter à ébullition le mélange réactionnel, situé dans le ballon, sans perdre de matière. En effet, grâce à son réfrigérant qui permet une condensation de la vapeur, peu de substance volatile s'échappe.



Figures I.7. Montage à reflux

Il existe trois types de réfrigérant :

a. Réfrigérant droit dit "de Liebig"

Il est utilisé lors d'une distillation et est positionné quasiment à l'horizontal. Une allonge coudée peut être alors ajoutée pour une meilleure récupération du distillat dans un erlenmeyer.

b. Réfrigérant à boules dit "d'Allihn"

Nous avons utilisé celui-ci pour notre expérience car il permet une condensation des gaz. En effet, les parois sont refroidies par l'eau qui circule autour des boules. De ce fait, les vapeurs se condensent et se transforment en gouttelettes qui vont devenir de plus en plus grosses pour retomber dans le milieu réactionnel.

c. Réfrigérant à serpentins dit "de Graham"

Il est généralement utilisé avec un évaporateur rotatif qui permet de distiller rapidement des solvants. L'intérêt d'employer un montage à reflux est que la température reste constante et est contrôlée. Si celle-ci monte trop haut, elle peut endommager l'espèce chimique ou provoquer une réaction qui n'est pas voulue. De plus, l'ajout de la pierre ponce, dans le ballon avec les solutions, permet d'homogénéiser la température du milieu réactionnel elle régule l'ébullition [17].

Chapitre II : Synthèse
Chapitre II : Synthèse
des produits en question



II.1. Introduction

Les arômes artificiels, enfin, sont des substances obtenues par synthèse qui n'ont jamais été trouvées dans la nature. Ces substances ne peuvent être utilisées que si elles figurent sur la liste des substances aromatiques autorisées, les hydrocarbures, les éthers, les aldéhydes, les cétones, les alcools, les acides, les amines, les sulfures, les thiols, les triesters et les esters sont les principaux constituants de ces arômes. La synthèse de ces derniers fait le sujet du présent chapitre. Ce chapitre concerne aussi la synthèse d'une molécule organique utilisée comme conservateur de produits commerciaux, c'est l'acide benzoïque. Au grosso modo, ce chapitre prend en considération la synthèse organique des substances organiques en expliquant les mécanismes nécessaires correspondants.

II.2. Synthèse de l'arôme artificiel

II.2.1. Définition d'estérification

L'estérification est une réaction de chimie organique au cours de laquelle un groupe fonctionnel ester (-COOR) est obtenu par condensation d'un groupe acide carboxylique (-COOH) et d'un groupe alcool (-OH), conformément à la réaction suivante [18] :



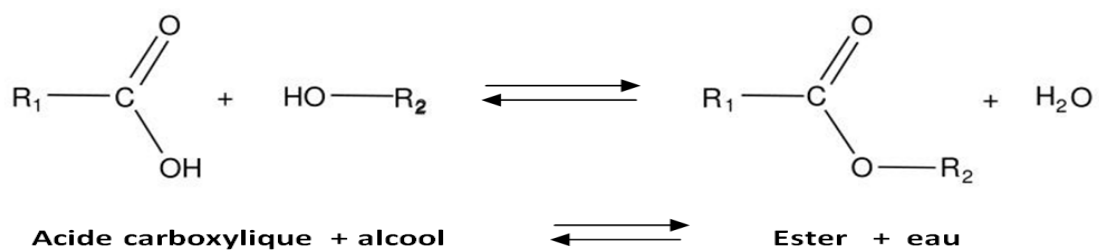
La réaction de base est la condensation d'un alcool sur un acide carboxylique avec élimination d'une molécule d'eau, auquel cas la réaction est réversible (rétro-estérification) et renversable (saponification, quand l'hydrolyse de l'ester se réalise dans des conditions basiques, l'H₂O est remplacée par l'ion hydroxyde (OH), mais elle peut s'effectuer à partir d'autres réactifs, en particulier à la place de l'acide carboxylique un de ses dérivés, chlorure d'acyle ou anhydride d'acide, changeant le type de réaction et son rendement. Il existe un certain nombre d'autres voies de synthèses impliquant des amides, des nitriles ou des éthers. La présence de groupes encombrants au niveau des sites réactionnels de l'acide ou de l'alcool ralentit la réaction d'estérification [19].



Figure II.1. Palette des arômes

II.2.1.1. L'équation de la réaction d'estérification effectuée

La réaction d'estérification est une réaction entre un alcool et un acide carboxylique donnant un ester et de l'eau. Les esters représentent une grande part des molécules odorantes [18].



II.2.1.2. Le choix de catalyseur H_2SO_4

Acide sulfurique (H_2SO_4) un catalyseur est une espèce chimique qui a pour effet d'augmenter la vitesse de réaction (l'équilibre est atteint plus rapidement) sans pour autant figurer dans l'équation de la réaction, ni modifier la composition du milieu réactionnel à l'équilibre. Dans notre cas, les ions H_3O^+ (ou H^+) de l'acide sulfurique (H_2SO_4).

Et dans l'estérification il permet d'apporter à la solution les ions H^+ au les protons d'accélérer la réaction chimique mais comment d'un point de vue "microscopique", pour augmenter le rendement de l'estérification du fait qu'on déplace l'équilibre le système [19].

II.2.1.3. L'alcool et l'estérification

La quantité de l'ester formée à l'équilibre dépend principalement de la classe de l'alcool. A partir de 1 mol d'acide et 1 mol d'alcool, on obtient environ :

Dans le cas d'un

- Alcool primaire 0.67 mol d'ester
- Alcool secondaire 0.60 mol d'ester
- Alcool tertiaire 0.05 mol d'ester

La quantité d'ester diminue lorsque l'acide est ramifié. Par contre pour la vitesse d'estérification on trouve que les alcools tertiaires s'estérifient plus rapidement que les alcools secondaires et quelques fois même plus rapidement que les alcools primaires [20].

II.2.2. Synthèse d'acétate d'isoamyle

II.2.2.1. Description de la molécule

L'acétate d'isoamyle, molécule naturelle, est la principale molécule odorante de la banane. L'acétate d'isoamyle est un ester se présentant sous la forme d'un liquide transparent incolore, soluble dans les solvants organiques mais peu dans l'eau. Sa formule chimique brute est $C_7H_{14}O_2$.

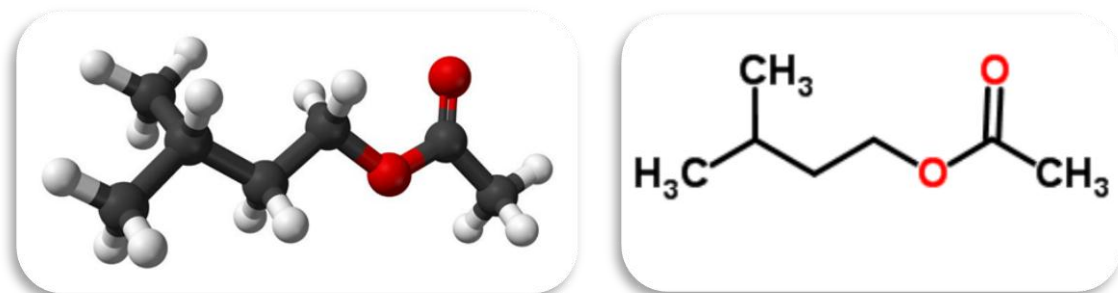


Figure II.2. Structure 3D et formule semi-développée de l'acétate d'isoamyle

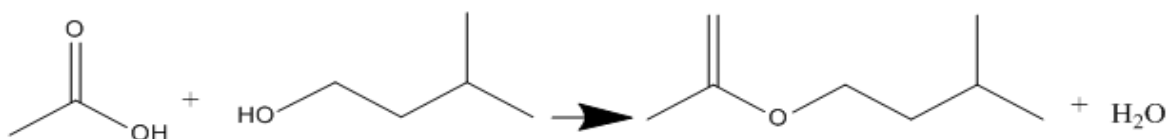
L'acétate d'isoamyle est également issu de l'estérification de Fischer, c'est-à-dire la réaction catalysée d'un acide (généralement l'acide sulfurique) entre l'alcool isoamylique et l'acide acétique, de plus il fait aussi partie des phéromones d'alarme de l'abeille du fait de son odeur agréable.

L'arôme de banane est connu sous plusieurs noms :

- Le 3-méthyle-1-butyl acétate.
- Le 3-méthylbutyl acétate.
- Le 3-méthylbutyl éthanoate.³
- L'acétate d'isopentyle.
- L'acétate de methy-1,3-butyle.
- L'acide acétique 3-méthylbutyl ester [5].

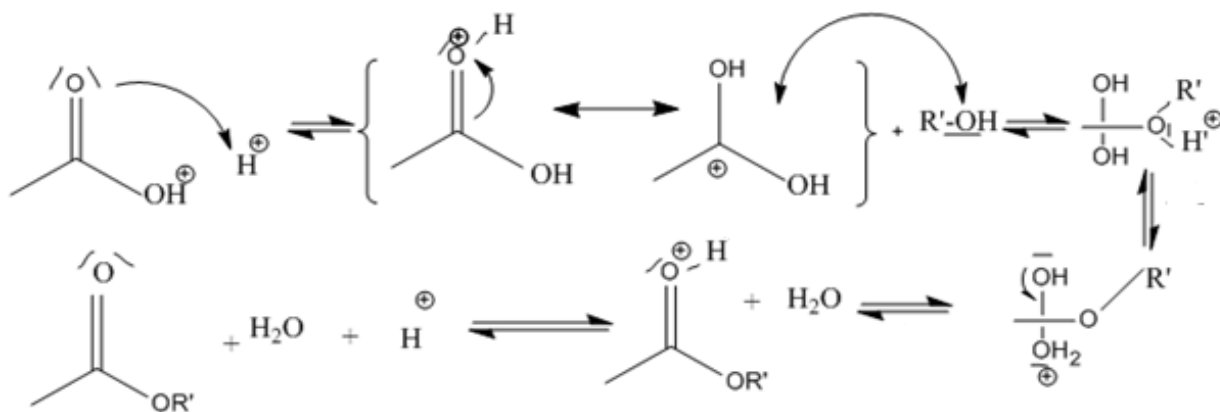
II.2.2.2. Mécanisme réactionnel effectuée

Bilan l'équation de la réaction d'estérification entre l'acide acétique et l'alcool isoamylique :



Le mécanisme est représenté où l'alcool isoamylique est noté R-OH.

L'acide paratoluènesulfonique sert de catalyseur, c'est un acide soluble en milieu organique [17]:



II.2.2.3. Application

L'acétate d'isoamyle est utilisé comme arômes alimentaire pour son odeur et sa saveur de banane il est utilisé pour aromatiser certains médicaments, en parfumerie mais surtout des denrées alimentaires comme les bonbons, les yaourts, les boissons... [19].



Figure II.3. Produits commerciaux utilisant l'arôme de banane comme odeur ou goût

II.3. Synthèse de conservateur (Acide benzoïque)

II.3.1. Définition d'acide benzoïque

L'acide benzoïque est une espèce chimique communément utilisée comme conservateur et présente dans quelques plantes à l'état naturel (comme dans la gomme de benjoin par exemple).

L'acide benzoïque est donc très employé dans l'agroalimentaire et est référencé (selon la législation disponible Aux Etats-Unis il est autorisé dans l'alimentation transformée jusque 0,1%) sous le code E210. Il est fabriqué par traitement d'anhydride phtalique fondu à la vapeur en présence d'un catalyseur d'oxyde de zinc, par hydrolyse de chlorure de benzyle, ou par oxydation de toluène avec de l'acide nitrique ou du bichromate de sodium, et son synonymes :

- Benzène carboxylique acide
- Benzène formique acide
- Benzène méthanoïque acide
- Carboxybenzène
- Phénylcarboxylique acide
- Phényleformique acide [21].

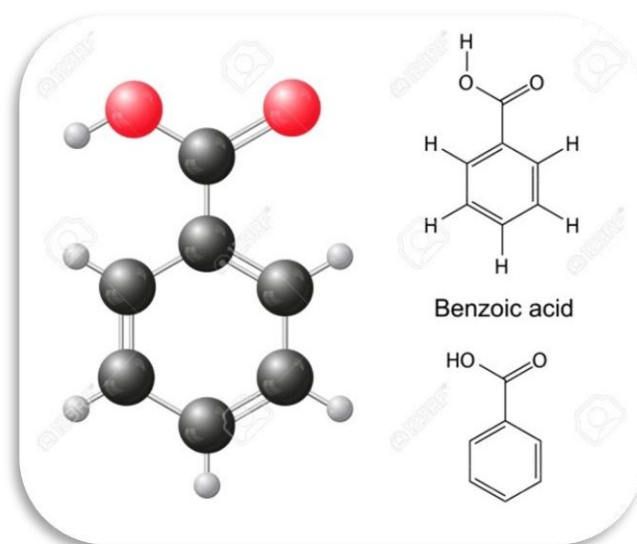
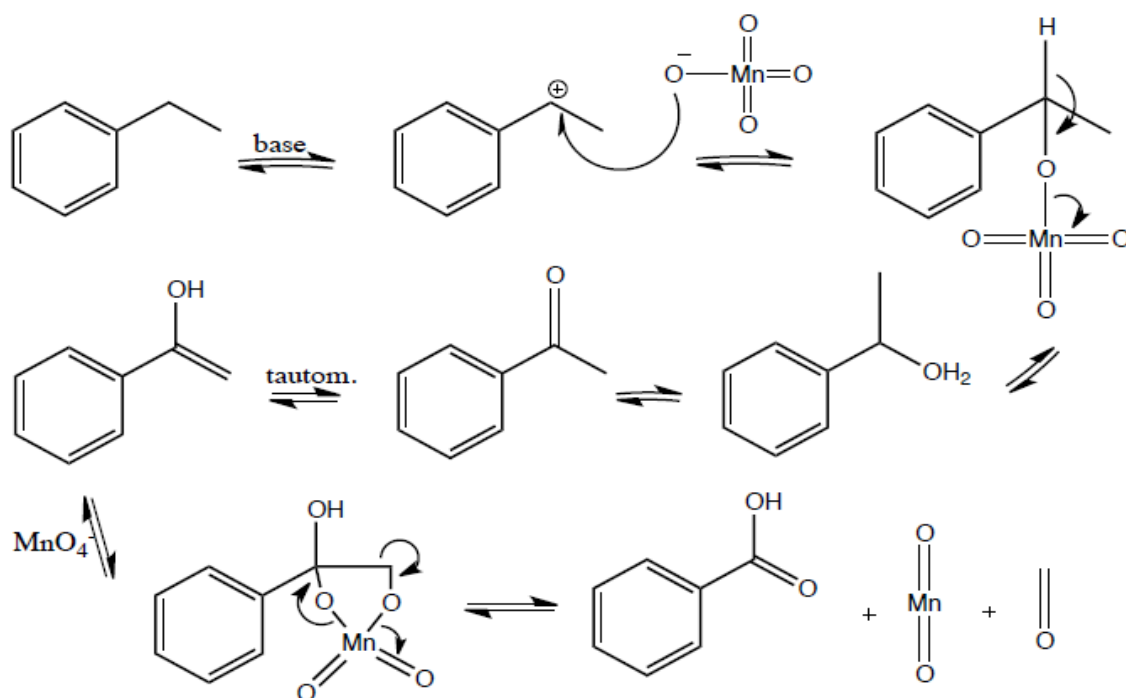


Figure II.4. Structure 3D et formule semi-développée de l'acide benzoïque

II.3.2. Mécanisme réactionnel effectuée

L'acide benzoïque peut être obtenu par transformation chimique de nombreuses molécules organiques. Le mécanisme détaillé de la réaction serait le suivant, même si le processus d'oxydation par KMnO_4 :



Dans un premier temps, le milieu basique va déprotoner l'éthylbenzène, ce qui provoque la formation d'une carbocation. Puis, la charge positive présente va être attaquée par le permanganate en solution, ce qui engendre la formation d'une fonction alcool puis d'une cétone par oxydation. Une tautomérisation céto-énolique s'effectue alors et la double liaison qui en résulte est oxydée. Ainsi, il y a production d'acide benzoïque, de MnO_2 et de méthanal [22].

II.3.3. Application

L'acide benzoïque est classé dans la catégorie des conservateurs (additifs alimentaires destinés à contrôler ou à empêcher le développement de certains micro-organismes) et figure dans agent de préservation alimentaire, de nombreuses boissons sans alcool, les agrochimiques, et dans fabrication de produits aromatique et médicaments [21].



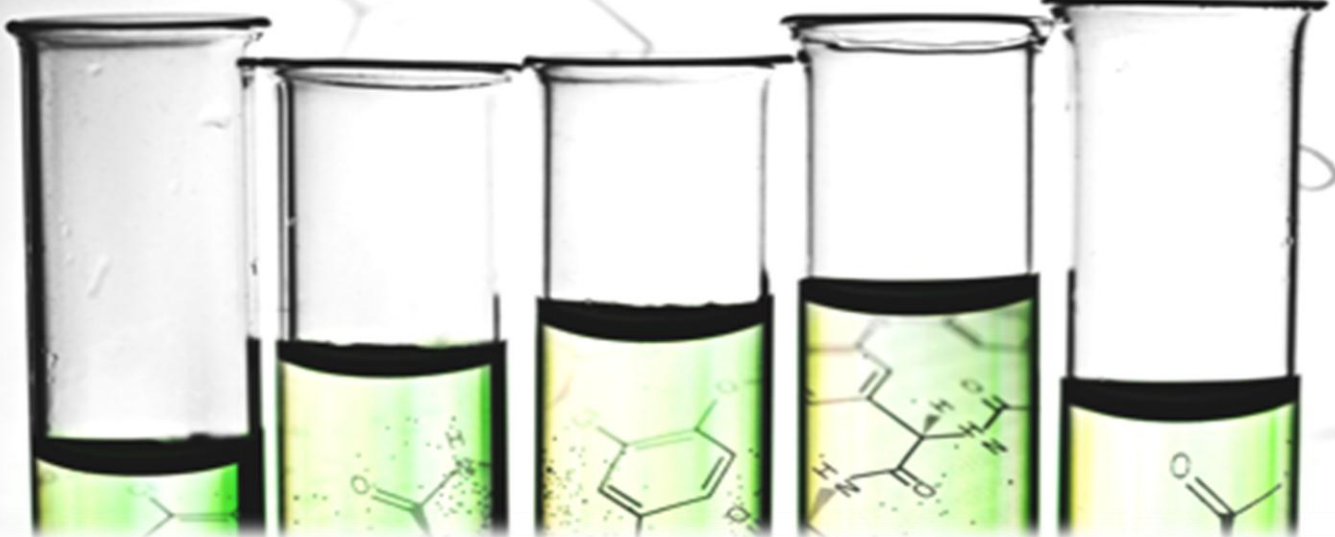
Figure II.5. Exemple d'utilisation l'acide benzoïque

PARTIE

PRATIQUE

Chapitre III : Chapitre III :

Matériel et protocoles



III.1. Introduction

Les procédés de récupération des arômes sont fondamentalement les mêmes que ceux utilisés à l'échelle du laboratoire. Nous verrons dans ce chapitre comment se déroulent la synthèse d'arôme artificiel et le conservateur. Leurs caractérisations physicochimiques seront aussi développées.

III.2. Produits utilisé

Le tableau regroupe tous les produits qu'on a utilisé dans notre expérimentation.

Tableau III.1. Liste des réactifs utilisés

N°	Réactif	Formule chimique brute	N°CAS
01	Alcool iso amylique	C ₅ H ₁₂ O	123-51-3
02	Acide acétique	CH ₃ COOH	64-19-7
03	Acide sulfurique	H ₂ SO ₄	7664-93-9
04	Chlorure de sodium	Na Cl	7647-14-5
05	Hydrogénocarbonate de sodium	NaHCO ₃	144-55-8
06	Chlorure de calcium anhydre	CaCl ₂	10043-52-4
07	Toluène	C ₇ H ₈	108-88-3
08	Méthanol	CH ₃ OH	67-56-1
09	Acide chlorhydrique	HCl	7647-01-0
10	Permanganate de potassium	KMNO ₄	7722-64-7
11	Eau distillée	H ₂ O	7732-18-5
12	Hydroxyde de potassium	KOH	1310-58-3
13	Phénol phtaléine	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	77-09-8

III.3. matériels utilisé

Chauffe-ballon	Réfrigérant ascendant	Ampoule à décanter
Ballon à fond rond 250ml	Pipette graduée 10ml	Eprouvette graduée 50ml
Burette graduée 25 ml	Bécher de 100ml	Erlenmeyer
Agitateur magnétique	Potence	Pierres ponce

III.4. Rôle de quelques verreries de laboratoire

Rôle du réfrigérant : le réfrigérant à boules est de décondenser les vapeurs qui se forment grâce à une circulation d'eau froide constante. Ainsi les réactifs qui s'évaporent sous l'action de la chaleur retournent dans le ballon.

Rôle de l'ampoule à décanter : l'ampoule à décanter permet de séparer facilement deux phases immiscibles lors d'une extraction ou d'un lavage, se trouvent la phase aqueuse et la phase organique. La phase organique est moins dense que l'eau, elle se trouve au-dessus de la phase aqueuse. L'ester est principalement présent dans la phase organique car il est peu soluble dans l'eau.

Rôle d'une pipette graduée : les pipettes servent à prélever avec précision des volumes solution.

Rôle de pierre ponce : la pierre ponce permet d'homogénéiser le mélange au cours de l'ébullition et donc de réguler l'ébullition.

Rôle de ballon bi-Cole : le ballon bi-Cole employés très généralement en chimie organique, et pour de multiples opérations. Ce sont les récipients dans lesquels on conduit les réactions de synthèse, ou de purification de composés organiques [23].

III.5. Protocole de synthèse

III.5.1. Synthèse de l'arôme

La synthèse a été réalisée au laboratoire en suivant le protocole en suivant le protocole qui suit et en utilisant un montage à reflux.

Etape 1 : L'estérification

- Dans un ballon de 250 ml, nous avons introduit un mélange équimolaire de 20 ml d'alcool iso amylique (densité 0,80) et 10,51 ml d'acide acétique concentré (densité 1,05) et quelques gouttes d'acide sulfurique concentré sans oublier d'ajouter quelques grains de pierre ponce.
- Porter le mélange à l'ébullition (ébullition douce) dans un dispositif de chauffage à reflux pendant 30 minutes.

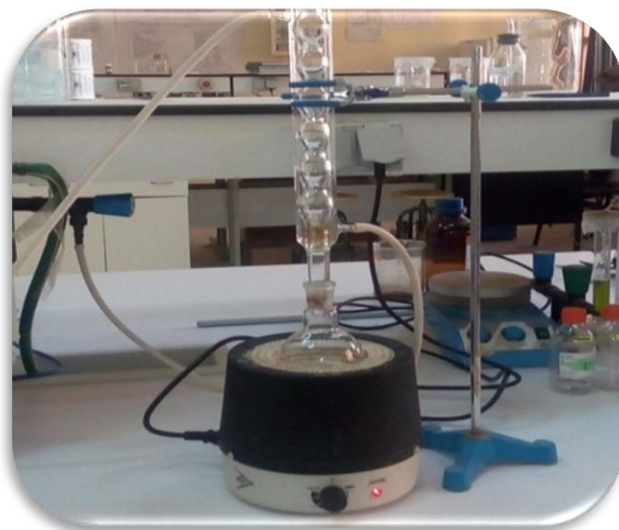


Figure III.1. Montage à reflux de l'estérification

Etape 2 : Extraction de l'ester (Extraction liquide - liquide)

- Tout d'abord, nous avons laissé refroidir le mélange réactionnel à température ambiante, puis avec un récipient contenant de l'eau glacée.
- Par la suite, nous avons versé le contenu du ballon dans une ampoule à décanter contenant environ 50 ml d'eau salée. Enfin, nous avons fermé l'ampoule à décanter à l'aide d'un bouchon et nous avons agité vigoureusement environ 3 minutes, en dégazant de temps à autre jusqu'à le dégagement total de gaz. Le mélange est prêt à être séparé.

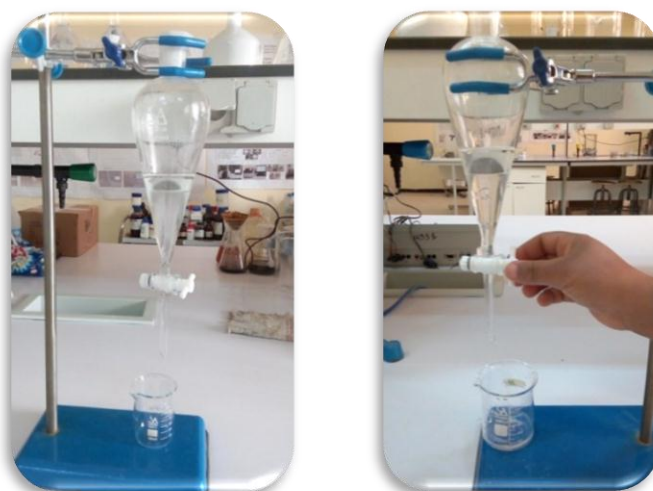


Figure III.2. Etape de décantation et de séparation

Etape 3 : Purification de l'ester

- Ajouter alors à la phase organique 25 ml d'une solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium de concentration (1 molaire).
- Agiter et éliminer le gaz et attendre que l'effervescence cesse pour décanter. Recommencer plusieurs fois si nécessaire, ensuite séparer les deux phases.
- Verser la phase organique dans un Erlenmeyer sec et cette phase sécher avec environ 3g de Chlorure de calcium anhydre, fermer l'Erlenmeyer et agitation pendant 5 à 10 minutes pour sécher.
- Finalement, filtrer et Recueillir le filtrat pur.

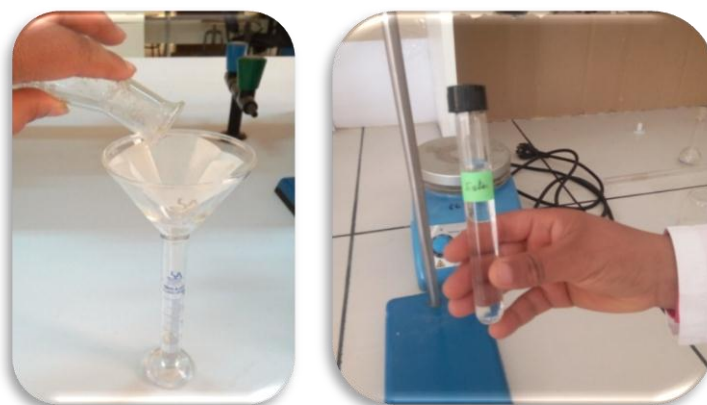


Figure III.3. Etape de filtration et obtention du produit final

III.5.2. Synthèse de conservateur (Acide benzoïque)**Mode de travail**

Afin de synthétiser l'acide benzoïque, nous avons suivi le protocole suivant:

- Dans un ballon bi-col capacité 250 ml équipé d'un condenseur régressive (Colonne réfrigérante) et l'ampoule à décanter capacité 250 ml.



Figure III.4. Montage à reflux pour la synthèse de l'acide benzoïque

- Introduire 10 grammes de poudre de permanganate de potassium et 50 ml d'eau distillée et les grains de pierre ponce puis Préchauffer la solution à ébullition.
- Verser dans le ballon lentement à l'aide de l'ampoule de coulée 8 ml de toluène, on laisse le chauffage pendant 2 heures.
- Ajouter 5 ml de méthanol et on a continué le chauffage pendant 5 minutes.
- Laisser la solution refroidir et ensuite filtrée.



Figure III.5. Etape de filtration ambiante

- Ajouter au filtrat 7 ml de solution HCl concentré, l'acide benzoïque se précipite sous forme de cristaux blancs.



Figure III.6. Apparence de cristaux blancs et filtration sous vide

- Filtrer sous vide la solution et Laver à l'eau froide, récupérer les cristaux blancs obtenus.



Figure III.7. Produit final (Acide benzoïque)

III.6. Caractérisation des produits synthésés

III.6.1. Le rendement

Le rendement noté r est le rapport entre la quantité de matière d'ester effectivement obtenue m_{exp} et la quantité de matière d'ester que l'on obtiendrait si la réaction était totale m_{the} . On part ici avec des mélanges équimolaires de réactifs [24].

$$r = \frac{\text{masse expérimentale}}{\text{masse théorique}} \times 100$$

III.6.2. La densité

La densité est une quantité adimensionnelle définie comme étant le rapport de la masse d'un volume du produit synthétisé à celle du même volume d'eau [5].

Nous avons pesé la masse de 5 ml de notre arôme et nous avons calculé la masse volumique :

$$\rho = \frac{m}{V}, \text{ avec } m : \text{ la masse de l'arôme et } V = 5 \text{ ml.}$$

Ensuite pour calculer la densité, on a donc : $d = \frac{\rho(\text{arôme})}{\rho(\text{eau})}$ avec $\rho_{\text{eau}} = 1 \text{ g/ml}$.

III.6.3. L'indice d'acide

- **Définition**

C'est le nombre qui exprime en milligrammes la quantité d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres présents dans 1g de substance. Il mesure l'état d'altération d'un arôme ou, le cas échéant, de la qualité dur [5].

- **Méthode de calcul : $I_A = V \times N \times 56.1 / m$**

V : Volume d'hydroxyde de potassium alcoolique trouvé.

N : Normalité d'hydroxyde de potassium (0.05 mol/l).

m : Masse de l'huile. 56,1 : Masse molaire de KOH.

- **Protocole**

- Remplir la burette graduée avec la solution d'hydroxyde de potassium (KOH) de concentration 0,05 mol/l.

- Ajouter quelques gouttes de phénolphaléine, boucher et agiter.

- Mettre bécher sur l'agitateur magnétique (avec le barreau aimanté), et lancer l'agitation.

- Verser progressivement l'hydroxyde de potassium. Attention ! Quand la solution devient rose, arrêter l'agitateur magnétique et attendre 10 secondes.

- Si la solution reste rose et ne change pas de couleur, noter le volume d'hydroxyde de potassium ajouté (V).

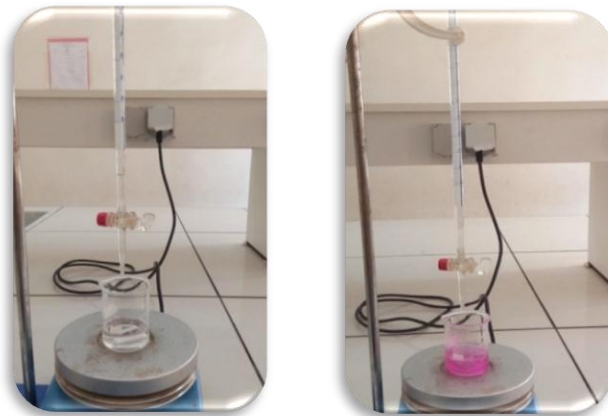


Figure III.8. Changement de couleur lors du titrage

III.6.4. pH mètre

L'appareil : un pH-mètre est un instrument scientifique qui mesure la concentration d'hydrogène-ion (ou pH) dans une solution, indiquant son acidité ou l'alcalinité. Le pH-mètre mesure la différence de potentiel électrique entre une électrode de pH et une électrode de référence. Il a généralement une électrode de verre plus une électrode de référence de calomel, ou une électrode de combinaison. En plus de mesurer le pH des liquides, une sonde spéciale est parfois utilisée pour mesurer le pH des substances semi-solides [25].



Figure III.9. pH-mètre utilisé type Consort multi-parameter analyser C3020

III.6.5. Spectromètre infrarouge (IR)

La spectroscopie infrarouge est un moyen de diagnostic permettant de déterminer la nature des liaisons chimiques présentes dans une molécule. En fait, c'est un très puissant moyen de caractérisation pour identifier des groupements moléculaires et obtenir de nombreuses informations microscopiques sur leur conformation et leurs éventuelles interactions.

- **Principe de fonctionnement**

L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'onde auxquelles l'échantillon absorbe et les intensités de l'absorption.

- **L'appareillage**

L'appareil utilisé est un spectromètre à transformée de Fourier FTIR-8400S de type SGIMADZU dans le domaine de longueurs d'ondes compris entre $4000-400\text{cm}^{-1}$ [26].



Figure III.10. Appareil de spectre infrarouge utilisé

- **Préparation de l'échantillon**

Echantillon solide

Une masse de 0.198 mg de notre échantillon a été mélangée avec une masse de 0.002 mg de KBr sec et soigneusement broyées. Ensuite, le mélange a été compacté sous vide à une pression

de 80 kN. La figure suivante montre le système de préparation des pastilles.



Figure III.11. Système de préparation des pastilles

Echantillon liquide

On prépare une pastille qui ne que 0.2mg de KBr sec. On dépose une petite gouttelette de l'échantillon liquide à l'aide d'une micro seringue. La figure suivante montre le dépôt statique de l'échantillon liquide.

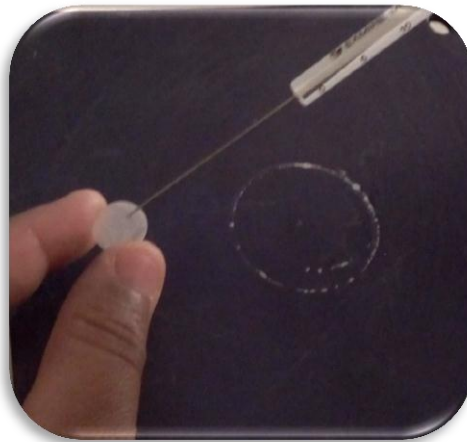


Figure III.12. Dépôt de l'ester sur pastille de KBr sec

Chapitre IV: Chapitre IV:

Résultats et discussions



IV.1. Introduction

Dans le présent chapitre, nous allons exposer tous les résultats obtenus dépendants de la synthèse des produits en question, toutes les relations qui permettent les calculs seront citées aussi. Une discussion de nos résultats sera révélée également.

IV.2. Identification physicochimique de l'ester (Acétate d'isoamyle)

IV.2.1 Caractéristique organoleptique

L'arôme que nous avons obtenu est sous forme liquide, limpide, incolore et transparent, ayant une odeur caractéristique fruitée (banane).

IV.2.2. Calcul du rendement

Nous avons calculé le rendement comme suit :

$m_{th} = n \cdot M$; avec une masse molaire égale à 130 g/mol, il ne reste que calculer le nombre de mole théorique. Et sachant que la réaction est équimolaire, le nombre de mole de l'ester est le même de celle de l'alcool. Les calculs nous a amené a un nombre de moles théorique égale à 0.184 mol. Par l'application de l'équation précédente nous avons calculé une masse théorique de 23.40 g.

Il ne nous reste que calculer le rendement comme suit : $r = \frac{m_{exp}}{m_{the}} \times 100$

$$\underline{A.N.} : r = \frac{16.42}{23.40} \times 100 = 70.17 \%$$

- *Discussion*

En comparant notre rendement avec la valeur théorique (67%) et avec un autre travail expérimental, il est clair que notre rendement est le plus élevé parmi eux.

Il est important de signaler que la réaction d'estérification ait l'avantage d'être un processus simple, mais la température élevée et l'utilisation de catalyseur (acide fort) demeurent indispensables pour achever l'équilibre de la réaction.

Tableau IV.1 : Rendement de l'ester synthétisé

Rendement (%)	
Théorique ^[27]	Expérimentale
67	70.17

IV.2.3. Calcul de la densité

Nous avons pesé la masse de 5ml de notre ester synthétisé à l'aide de la microbalance. La densité de l'arôme synthétisé est : $d = \frac{\rho(\text{arôme})}{\rho(\text{eau})}$ avec $\rho_{\text{eau}} = 1 \text{ g/ml}$

$$\rho(\text{arôme}) = \frac{m}{v} = \frac{5.45}{5} = 1.09 \text{ g/ml}$$

$$d = 1.09 \text{ g/ml}$$

- **Discussion**

Nous avons remarqué que la valeur expérimentale est plus grande que celle la théorique. Ceci est du probablement à la non purification du produit final. Alors une masse supplémentaire de l'alcool, de l'acide et de l'eau sera ajoutée.

Tableau IV.2 : Densité de l'ester synthétisé

Densité	
Théorique ^[5]	Expérimentale
0.87	1.09

IV.2.4. Mesure de l'indice d'acide

Le résultat de l'indice d'acide d'un arôme banane: $I_A = V \times N \times 56.1 / m$

N : 0.05 mol/l. 56,1 : Masse molaire de KOH.

Volume trouvé = 0.5 ml.

$$\underline{A.N.} : I_A = 0.5 \times 0.05 \times 56.1 / 1 = 1.40$$

- *Discussion*

L'indice d'acide est le nombre de mg de KOH nécessaire pour neutraliser les acides libres contenus dans un 1g de l'échantillon. La valeur obtenue est très petite ce qui confirme la bonne qualité du produit synthétisé. En comparant notre valeur avec une valeur expérimentale faite en 2015 nous avons trouvé exactement la même valeur.

Tableau IV.3. L'indice d'acide de l'ester synthétisé

Indice d'acide	
Théorique ^[5]	Expérimentale
1.40	1.40

IV.2.5. pH

La mesure directe du pH a révélé un caractère acide de notre ester synthétisé. Une valeur vaut **5.01** a été mesuré à l'aide de pH-mètre.



Figure IV.1. pH-mètre indiquant la valeur mesuré du pH

- *Discussion*

Les références mesurent le pH d'un ester que nous avons consulté est les fiches de sécurité de l'acétate isoamyle (fabriqué par *The Chemical Company* par exemple) a mesuré le pH de l'ester : Pas de données disponibles.

IV.2.6. Spectre infrarouge d'acétate d'isoamyle

La figure ci-dessous montre les spectre infrarouge de l'acétate d'isoamyle synthétisé.

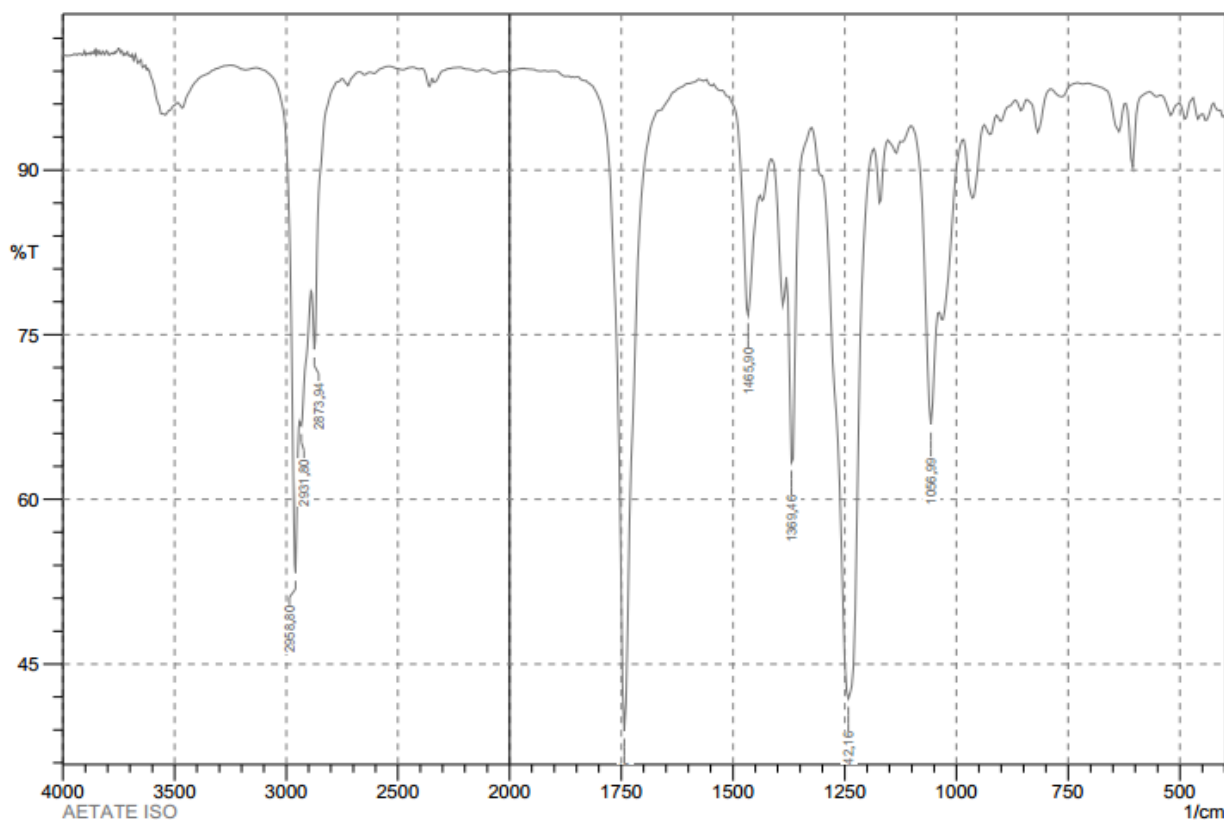


Figure IV.2. Spectre infrarouge d'acétate d'isoamyle

- **Discussion**

En effet, comme on peut le voir, tous les pics attendus sont présents de manière assez précise, Le tableau suivant décortique les pics apparus dans le spectre infrarouge de l'ester synthétisé. Il est montré que les pics caractéristiques de l'ester qui sont prévus sont présents dans notre échantillon synthétisé. Nous avons confirmé la présence du groupement RCOOR' de l'ester par les liaisons C=O et C-O ayants les longueurs d'onde 1743.65 et 1465.9cm⁻¹ respectivement.

Tableau IV.5. longueurs d'onde IR d'acétate d'isoamyle

Groupes fonctionnels	longueurs d'onde Cm^{-1}	longueurs d'onde Cm^{-1}	Intensité
	Théorique ^[28]	Expérimentale	
C = O _{ester}	1700_1750	1743,65	Pic Fort
C – O _{ester}	1450_1550	1465,9	Pic Fort
C – O _{ester}	1050 – 1300	1242,16	Pic Fort
C – H	2880 – 2890	2873,94	Pic faible

IV.3. Identification du conservateur (acide benzoïque)

IV.3.1. Apparence : nous avons obtenu un solide limpide et incolore (colorent blanc).

IV.3.2. Rendement de conservateur

Après les calculs mentionnés au chapitre précédent nous avons trouvé :

$$1 \text{ mol acide benzoïque } m_{\text{exp}} = 0.70 \text{ g}$$

$$1 \text{ mol toluène } m_{\text{brute}} = \rho \cdot V = 0.87 \times 8\text{ml} = 6.96\text{g} \quad P = 99\%$$

$$m_{\text{réall}} = p \cdot m_{\text{brute}} / 100 = \frac{99 \times 6.89}{100} = 6.89\text{g}$$

$$n_{\text{A.B}} = \frac{m_{\text{réall}}}{M_{\text{toluène}}} = \frac{6.89}{92.14} = 0.07\text{mol}$$

$$r = \frac{m_{\text{exp}}}{m_{\text{réall}}} \times 100$$

$$\underline{\text{A.N.}} : r = \frac{0.70}{6.89} \times 100 = 10.16 \%$$

- *Discussion*

Il est à mentionner que nous calculé la masse théorique de l'acide benzoïque par rapport au toluène, le réactif limitant de la réaction. Généralement, le rendement de la synthèse de l'acide benzoïque est de 10 – 12%. Notre valeur obtenu est bien dans l'intervalle mentionné.

Tableau IV.4. Rendement de conservateur

Rendement (%)	
Théorique ^[29]	Expérimentale
10 – 12	10.16

IV.3.3. Spectre infrarouge d'acide benzoïque

L'analyse du spectre infrarouge permet d'identifier la présence du produit final. La figure montrant les pics est représentée ci-dessous.

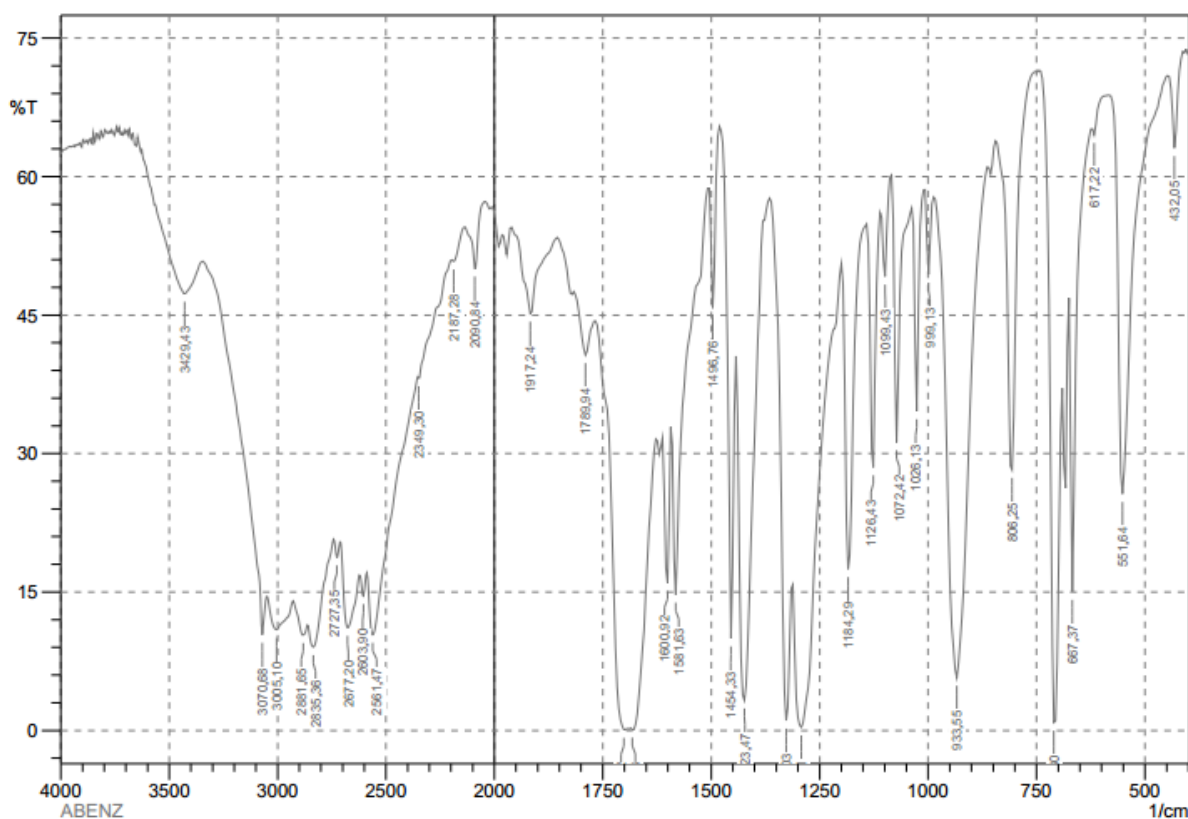


Figure IV.3. Spectre infrarouge de l'acide benzoïque

- **Discussion**

Nous confirmons la présence d'acide benzoïque notamment grâce au pic majoritaire à 1681.93, correspondant au groupement cétone. Certains pics présents dans le spectre ne devraient pas être présents (1496, 1454, 997, 853) d'après la littérature. Cela est peut-être dû à un

produit parasite voir même une impureté. Le tableau suivant résume les principaux pics de l'acide benzoïque.

Tableau IV.6. longueurs d'onde IR de l'acide benzoïque

Groupes fonctionnels	longueurs d'onde Cm^{-1} Théorique ^[29]	longueurs d'onde Cm^{-1} Expérimentale	Intensité
O – H	2500_3300	2561.47	Pic fort
C = O acide	1700_1725	1701.22	Bande fort
C = C Aromatique	1580_1600	1581.03	Pic fort
	1450 – 1500	1423.47	
C - O	1200_1300	1292.31	Pic fort

D'après le tableau précédent, nous avons confirmé la bonne synthèse de l'acide benzoïque, notamment la présence de la liaison C = C aromatique (1581.03 et 1423.31 cm^{-1}) et la liaison O – H (2561.47 cm^{-1}).

Au cours de ce travail, nous avons voyagé, avec vous bien sûr, dans le monde des arômes. On peut parler d'un monde, un univers chimiquement passionnant, où se réunissent les chimistes, les micro-physiciens et les aromaticiens pour créer des saveurs ou les reproduire, dans un but précis, créer du goût. Ce monde est à la fois mystérieux, avec peu d'ouvrages et peu d'émissions. Cet art de reproduire du goût n'est pas aussi valorisé que la parfumerie alors que nous sommes davantage en contact avec ces produits que les parfums.

Il est important de noter qu'un arôme ne correspond pas à une molécule mais à des centaines de molécules, et certaines ont un assemblage trop complexe pour être copiées comme par exemple l'arôme de chocolat. Les scientifiques peuvent identifier la plupart des composants des arômes mais ils n'arrivent pas encore à tous les copier à l'identique, ils s'en rapprochent cependant.

A travers ce travail de recherche et d'expérimentation, nous avons étudié le modalité de production des arômes. Après avoir distingué de molécules aromatiques que sont les arômes de synthèse, nous avons pu, pour des représentants l'acétate d'iso amyle de synthèse, et son conservateur (acide benzoïque) et étudier certaines de leurs propriétés physicochimiques en fonction des conditions de laboratoire certifiés.

Nous avons confirmé la bonne synthèse de nos produits par la présence des pics relatifs à chaque produit. Concernant l'ester, les pics 1743.65 et 1242.16cm⁻¹ étaient correspondants aux liaisons C = O et C – O respectivement. La présence des pics des liaisons O – H et C = C aromatique étaient clairs aux 2561.47 et 1423.47cm⁻¹ respectivement.

Pour la synthèse d'estérification, nous avons eu un bon rendement de 70.17%, une densité de 1.09 g/ml et d'indice d'acide vaut 1.40. A noter que notre arôme a une odeur caractéristique de banane. Le rendement de la synthèse de l'acide benzoïque était de 10.16% avec une apparence de poudre blanche.

A la lumière de ce qui a été présenté, et vu aux résultats obtenus, notre étude nécessite une prolongation et une recherche plus avancée pour pouvoir rassembler une base de données relative aux esters et leurs caractéristiques. Une théorie plus approfondie sur le mécanisme d'action du conservateur est indispensable.

- [1] Kajima Mulengi, *Mécanismes de Base en Chimie Organique*, OPU, **1983**.
- [2] Robert Perrin, Jean-Pierre Scharff, *chimie industrielle*, 2^{ème} édition, France, **2014**, p 187.
- [3] Professors Kathleen. V et al, *Fischer Esterification : Preparation of Banana Oil*, CHEM 322, **2007**, p 01.
- [4] Burdock. GA, *Fanagolo's Handbook Of Flavor Ingredients*, 5^{ème} édition, CRC Press, **2005**, p 590.
- [5] Mémoire de fin d'étude en Master : Gharbi Ahlam, *Extraction, Synthèse et Caractérisations des arômes de banane et de cannelle*, Université Mohamed Khider de Biskra, **2015-2016**, p 09-22.
- [6] Pierre Larousse, *dictionnaires Larousse*, 2^{ème} édition, Larousse paris – France, **1852**, p 91.
- [7] Hans-Gert Pöttering, *relatif aux arômes et à certains ingrédients alimentaires du Règlement (CE)*, n° 1334/2008, Paris, **2008**.
- [8] Mémoires de fin d'étude du diplôme de licence : Chekkal Slimane, Guerar Ibrahim, *les arômes chimiques l'extraction de l'arôme du banane*, Université Mohamed Khider de Biskra, **2016**, p 2-3.
- [9] Croûtez Jean pierre, *Aromes alimentaires*, Centre d'exploitation, Technique de l'ingénieur, traité Gêné des procédés, n° F4 100, **1998**.
- [10] Mémoire de fin d'étude en Licence : Mettais Merzaka, Bouredji Amel, *Les Arômes alimentaires*, Université Mohamed Khider de Biskra, **2013-2014**, p 30.
- [11] Blaquiere. C et al, *Les arômes alimentaires : les bases de la réglementation européenne. Industries Alimentaires et Agricoles*, **2006**, p 4.
- [12] Alain Gullino, *Odeurs et Saveurs*, Edition Dominos Flammarion, n°2080355503, Paris, **1997**, p127.
- [13] Bennar. H et al, *Les différentes visions des arômes alimentaires*, **2001-2002**, p 25-42.
- [14] Richard Thaler, Multon Jean Louis, *Les arômes alimentaires*, Lavoisier Paris, **1992**, p 22-34 - 438.
- [15] Colette Ouahes, *chimie organique*, l'office des publication universitaires, n°268, Paris, **2014**, P 345-347.

- [16] Bekhchi Chahrazed, Abd el ouahid Djamel, *Les huiles essentielles*, office des publications universitaires , n° 1.04.5145 , Ben-Aknoun Alger, **09-2010**, p 40.
- [17] El hib A, *Valorisation de terpènes naturels issus de plantes marocaines par transformations catalytiques*, Uni. Toulouse III – France , **2011**.
- [18] Thomas Barilero et al, *Travaux pratiques de chimie de l'expérience à l'interprétation*, n° 75230, France Quercy, **2013**, p 135-148, 183-191.
- [19] Clément Duval, *Dictionnaire de la chimie et de ses applications*, Technique et documentation, 3^{ème} édition, Paris, **1978**, p 435.
- [20] Pierre olivier Albano, *Découvrez les bananiers*, 2^{ème} édition, Paris, **2005**.
- [21] Perte Vol hart, Neil Schore, *Traite de chimie organique*, 3ème édition, Paris, **1999**, p196.
- [22] Boulekras. N, *organique expérimentale : recueil de travaux pratiques*, Office des publications universitaires, Ben- Aknoun, Alger , **2010**, p 140-142.
- [23] Nicolas Cheymol, Michael Hoff, *La microchimie techniques et expérience*, n°2-8041-2332-4, Paris, **1999**, p 35.
- [24] Mas V. Perry, *Estérification hydrolyse quantatif*, Académie de Toulouse, **2002**, p 248-285.
- [25] Karstogiami. S, et al, *pH principles and measurement* , n° 10-1016, Elsevier LTD, Paris, **2016**, p 333-338.
- [26] Rouesse. F , Roues sac. A, *Analyse Chimique. Méthode et Tech iniques Instrumentales Modernes. Cours et Exercice Résolus "*, 4ème Ed, Paris, **1999**, p 175.
- [27] Jean-Louis Nembrini, *Synthèse d'un espèce chimique existant dans la nature* , n°6, Paris, **2008**, p 2.
- [28] William Coblentz, *Spectre infrarouge acétate isoamyle* , n° 10536, la société coblentz **2009**, p 235-237.
- [29] Vollhart-Schore, *Traité de chimie organique*, 4ème édition ,française, **2004**, p 2.
- [30] Laverrière Romaine. M , *Travaux pratique de chimie organique*, université de Genève, **2011**, p 2-5.

ANNEXES



Acide acétique



SECTION 1 : Identification de la substance / du mélange et de la sociétés / entreprise

Nom du produit :	Acide acétique
Synonymes :	Acétate éthylique
Formule chimique :	CH ₃ COOH
Numéro Code du produit :	ACAC-G0A-1K0
No Cas :	64-19-7
Numéro CE :	200-580-7

SECTION 2 : Identification des dangers

Classification de la substance ou du mélange

Classification CE 67/548 ou CE 1999/45

Classification : R10 / C:R35

Dangers pour la santé : Corrosion cutanée - Catégorie 1A - Danger (CLP : Skin Corr.1A)H314.

Lésions oculaires graves - Catégorie 1 - Danger (CLP : Eye Dam. 1) H318.

Dangers physiques : Liquides inflammables - Catégorie 3 - Attention (CLP : Flam. Liq. 3) H226.

Éléments d'étiquetage

Etiquetage CE 67/548 ou CE 1999/45

Symbole(s) :

Phrase(s) R :

C : Corrosif.

R10 : Inflammable.

SECTION 3 : Propriété physique et chimique

a- Apparence :	liquide et incolore
b- Odeur :	âcre
c- Masse moléculaire :	60g/mol
d- point d'ébullition :	117C°
e- Limite supérieure d'explosion :	16 % (V)
f- Limite inférieure d'explosion :	5.4 % (V)
g- solubilité dans l'eau :	/
h- p H :	/



Acide benzoïque



SECTION 1 : Identification de la substance / du mélange et de la sociétés / entreprise

Nom du produit :	Acide benzoïque
Synonymes :	benzénecarboxylique
Formule chimique :	$C_7H_6O_2$
Code du produit :	E210
No Cas :	65-85-0
Numéro CE :	200-618-2

SECTION 2 : Identification des dangers

Classification de la substance ou du mélange

Conformément au règlement (CE) n° 1272/2008 et ses adaptations

Lésions oculaires graves, Catégorie 1 (Eye Dam. 1, H318).

Toxicité pour certains organes cibles (Exposition unique), Catégorie 3 (STOT SE 3, H335).

Éléments d'étiquetage

Conformément au règlement (CE) n° 1272/2008 et ses adaptations

Mentions de danger et informations additionnelles sur les dangers :

H318 Provoque des lésions oculaires graves.

H335 Peut irriter les voies respiratoires.

SECTION 3 : Propriété physique et chimique

a- Apparence :	Solide en granulés ; cristaux et poudre
b- Odeur :	Inodore
c- Masse moléculaire :	122.12 g/mol
d- point d'ébullition :	249 C°
e- Limite supérieure d'explosion :	/
f- Limite inférieure d'explosion :	/
g- solubilité dans l'eau :	2.9 g / l à 20C°
h- p H :	/



Acétate isoamyle



SECTION 1 : Identification de la substance / du mélange et de la sociétés / entreprise

Nom du produit :	Acétate iso amyle
Synonymes :	Acétate d'isopentyle
Formule chimique :	C ₇ H ₁₄ O ₂
Code du produit :	A2610
No Cas :	123-92-2
Numéro CE :	203-625-9

SECTION 2 : Identification des dangers

Effets possibles sur la santé

Toxicité aiguë :

Pratiquement pas toxique après une ingestion unique. Pratiquement pas toxique après contact cutané unique.

En cas de concentration élevée dans l'air respirée, peut entraîner un état narcotique.

Effets possibles sur l'environnement

Toxicité en milieu aquatique :

Nocif (nocivité aiguë) pour les organismes aquatiques. L'introduction appropriée de faibles concentrations en station d'épuration biologique adaptée ne perturbe pas le cycle d'action biologique des boues activées.

SECTION 3 : Propriété physique et chimique

a- Apparence :	liquide et incolore
b- Odeur :	fruité(e)
c- Masse moléculaire :	130.19 g/mol
d- point d'ébullition :	142C°
e- Limite supérieure d'explosion :	8.2 % (V)
f- Limite inférieure d'explosion :	1.3 % (V)
g- solubilité dans l'eau :	2g /l à 20C°
h- p H :	/



Alcool isoamylique



SECTION 1 : Identification de la substance / du mélange et de la sociétés / entreprise

Nom du produit :	Alcool iso amylique
Synonymes :	Alcool isopentylique
Formule chimique :	C ₅ H ₁₂ O
Code du produit :	A2610
No Cas :	123-51-3
Numéro CE :	204-633-5

SECTION 2 : Identification des dangers

Classification de la substance ou du mélange :

Code(s) des classes et catégories de danger, Règlement (CE) N° 1272/2008 (CLP)

Dangers pour la santé : Toxicité aiguë, par inhalation - Catégorie 4 - Attention (CLP : Acute Tox.4) H332. Toxicité spécifique pour certains organes cibles - Exposition unique - Irritation des voies respiratoires - Catégorie 3 - Attention (CLP : STOT SE 3) H335.

Éléments d'étiquetage :

Règlement d'Etiquetage CE 1272/2008 (CLP)

Mention de danger : H226 : Liquide et vapeurs inflammables.

H332 : Nocif par inhalation.

H335 : Peut irriter les voies respiratoires.

SECTION 3 : Propriété physique et chimique

a-Apparence :	liquide et incolore
b- Odeur :	Caractéristique
c- Masse moléculaire :	88.15 g/mol
d- point d'ébullition :	132C°
e- Limite supérieure d'explosion :	% (V)
f- Limite inférieure d'explosion :	1.2 % (V)
g- solubilité dans l'eau :	30g /l à 20C°
h- p H :	7



Méthanol



SECTION 1 : Identification de la substance / du mélange et de la sociétés / entreprise

Nom du produit :	Méthanol
Synonymes :	Alcool méthylique
Formule chimique :	CH ₄ O
Code du produit :	841146
No Cas :	67-56-1
Numéro CE :	200-659-6

SECTION 2 : Identification des dangers

Classification de la substance ou du mélange (UE) 1272/2008/CE

Classification CLP : Le produit est classé comme dangereux conformément au Règlement (CE) No. 1272/2008

Acute Tox. 3 (Inhalation: vapeur) H331.

Acute Tox. 3 (Dermal) H311.

Éléments étiquetage conformément au Règlement (UE) 1272/2008

Mentions de danger :

H311 - Toxique par contact cutané.

H331 - Toxique par inhalation. LP.

SECTION 3 : Propriété physique et chimique

a- Apparence :	liquide et incolore
b- Odeur :	caractéristique
c- Masse moléculaire :	32.04 g/mol
d- point d'ébullition :	65 C°
e- Limite supérieure d'explosion :	36.5 % (V)
f- Limite inférieure d'explosion :	6.7 % (V)
g- solubilité dans l'eau :	12.9 cm ⁻³
h- p H :	/



Permanganate de potassium



SECTION 1 : Identification de la substance / du mélange et de la sociétés / entreprise

Nom du produit :	Permanganate de potassium
Synonymes :	acide permanganique
Formule chimique :	KMnO4
Code du produit :	ATC-V03-AB16
No Cas :	7722-64-7
Numéro CE :	231-760-3

SECTION 2 : Identification des dangers

Peau : Le contact des solutions à la température de la pièce peut irriter la peau et produire un escarre épais de protéines coagulées et de couleur brun foncé. Peut causer des brûlures chimiques. Les solutions concentrées à une température élevée et les cristaux endommagent

Yeux : Lors du contact avec les yeux une enflure des paupières et un saignement peut survenir. Si le contact est prolongé, la cornée peut s'opacifier et prendre une coloration brune.

Inhalation : L'exposition par inhalation aux poussières ou aux brouillards de ce produit peut causer l'irritation des voies respiratoires supérieures. Toux. Mal de gorge. Une contamination gênante de particules en suspension dans l'air peut être rapidement atteinte par dispersion.

SECTION 3 : Propriété physique et chimique

a-Apparence :	Cristaux solide ; violet foncé
b- Odeur :	Inodore
c- Masse moléculaire :	158.03 g/mol
d- point d'ébullition :	/
e- Limite supérieure d'explosion :	/
f- Limite inférieure d'explosion :	/
g- solubilité dans l'eau :	6.4g /l à 20C°
h- p H :	/



Toluène



SECTION 1 : Identification de la substance / du mélange et de la sociétés / entreprise

Nom du produit :	Toluène
Synonymes :	méthylbenzène
Formule chimique :	C ₇ H ₈
Code du produit :	814330
No Cas :	108-88-3
Numéro CE :	203-625-9

SECTION 2 : Identification des dangers

Classification de la substance ou du mélange :

Conformément au règlement (CE) n° 1272/2008 et ses adaptations

Irritation cutanée, Catégorie 2 (Skin Irrit. 2, H315).

Toxicité pour certains organes cibles (Exposition unique), Catégorie 3 (STOT SE 3, H336).

Éléments d'étiquetage :

Conformément au règlement (CE) n° 1272/2008 et ses adaptations

H315 Provoque une irritation cutanée.

H336 Peut provoquer somnolence ou vertiges.

P201 Se procurer les instructions avant utilisation.

P202 Ne pas manipuler avant d'avoir lu et compris toutes les précautions de sécurité.

SECTION 3 : Propriété physique et chimique

a- Apparence :	liquide et incolore; transparent et incolore
b- Odeur :	aromatique
c- Masse moléculaire :	92.15 g/mol
d- point d'ébullition :	110.58 C°
e- Limite supérieure d'explosion :	7.1 % (V)
f- Limite inférieure d'explosion :	1.1 % (V)
g- solubilité dans l'eau :	0.515g/l à 20 C°
h- p H :	/

Résumé

L'objectif principal de notre étude est d'avoir la main à maîtriser les outils (théorie, calculs, produits chimique, caractérisation, ...) permettant la synthèse organique des produits destinés à l'utilisation commerciale. La caractérisation par infrarouge nous a révélé la bonne synthèse des deux produits, ceci est confirmé par la présence de tous les pics caractéristiques.

Nous avons trouvé en ce qui concerne arôme artificiel un rendement de 70.17%, une densité vaut 1.09 g/ml, un indice d'acide égale à 1.40 et un caractère un déterminé par un pH égale 5.01. Pour le conservateur, nous avons eu un rendement de 10.16 % .

Mots clés : Synthèse organique, arôme artificiel, conservateur.

المخلص

الهدف الأساسي من هذه الدراسة هو اكتساب المهارة و ممارسة التجارب التي تسمح بإجراء التفاعلات العضوية للحصول على مركبات عضوية قابلة للاستعمال في مجال الصناعة. التحليل الطيفي بالأشعة ما تحت الحمراء للعطر الاصناعي و المادة الحافظة المحضرين أكد وجود جميع الروابط المميزة لكلا المركبين. مردود عال يقدر بـ 70.17% ومنخفض نوعا ما بقيمة 10.16% للأستر و الحمض على الترتيب مع كثافة مقبولة مقدرة بـ 1.09 غ /مل و رائحة مميزة (الموز) للأستر.

الكلمات المفتاحية : التفاعلات العضوية، الأستر، المادة الحافظة.

Abstract

The main objective of our study is to have the hand to master the tools (theory, calculations, chemicals, characterization, ...) allowing the organic synthesis of products intended for commercial use. Infrared characterization revealed the good synthesis of the two products, this is confirmed by the presence of all characteristic peaks.

The ester was found to have a yield of 70.17%, a density of 1.09 g / ml, an acid number equal to 1.40 and a characteristic one determined by a pH equal to 5.01. For the conservator, we had a return of 10.16%.

Key words : Organic synthesis , the ester, the conservator.