



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 Techniques

Filière: Génie des Procédés

Spécialité: Génie Chimique

Présenté par:

BENDEBKA Safia

CHIBA Hayat

Thème

*Synthèse et identification d'un arôme artificiel
(acétate de benzyle) et son conservateur*

Soutenu le 29/05/2017

Devant le Jury de:

M^r BENMIYA Omar

Président

MAA

U.El Oued

M^r BOUBKRI Cherifa

Examineur

MAA

U.El Oued

M^r HADDAD Larbi

Encadreur


MAA

U.El Oued

2016/2017



عَلَّمَ الْقُرْآنَ
عَلَّمَ الْقُرْآنَ
عَلَّمَ الْقُرْآنَ

A decorative floral arrangement featuring several pink roses in various stages of bloom, from buds to fully open flowers. The roses are set against a background of green leaves. Several butterflies are scattered throughout the scene: a large orange and black butterfly in the upper left, a yellow and orange butterfly near the top center, a yellow and orange butterfly near the middle left, an orange butterfly near the bottom left, and a yellow and orange butterfly near the bottom right.

Tout d'abord, nous remercions « الله » qui nous a donné la force et le courage pour faire ce travail.

Nous tenons à remercier notre promoteur **Mr. Haddad Larbi** pour le suivi de notre travail, la disponibilité et ses précieux conseils.

Nous remercions tous les techniciens et les ingénieurs au niveau de l'établissement, **Mr .Tliba Ali.**

Toute notre amitié va vers nos collègues de la promo **(Master 2 Génie Chimique)** et puis le personnel de l'université, pour la bonne ambiance qu'ils ont su créer.

Nous tenons à exprimer notre sincère gratitude à nos

PARENTS et à nos **Enseignants** et les remercie chaleureusement pour tout.

A toutes les personnes qui nous ont aidées de près ou de loin

Liste des abréviations

ans	Années
%	Pourcentage
ex	Exemple
S.N.I.A.A	Syndicat national des industries aromatiques alimentaires
KMnO₄	Permanganate de potassium
n	Nombre de mol
E210	Code le conservateur l'acide benzoïque
E2XX	code
R	Racine alkyle
H+	proton
C ₆ H ₅ COOH	l'acide benzoïque
C ₉ H ₁₀ O ₂	Acétate de benzyle
CH ₃ COOH	Acide acétique
H ₂ SO ₄	Acide sulfurique
C ₇ H ₆	Benzyle
η	Le rendement
ρ	La masse volumique gramme
m	La masse
M	La masse molaire
V	volume
P	Pureté
d	densité
HCL	Chlorier d'hydrogène
NaHCO ₃	Carbonate hydrogène sodium
Nacl	Chlorier sodium
CuSO ₄	Sulfate de cuver

LISTE DES TABLAUES

Tableau.IV.1. Comparaison entre les longueurs d'onde théoriques et expérimentales	36
Tableau.IV.2. ci-dessous répertorie les pics attendu et ceux .observés	37
Tableau.IV.3. Ci-dessous répertorie les pics attendu et ceux observés de l'acétate de benzyle	40

Liste de figure

Figure I.2. Molécule de Benzène	04
Figure I.3. Molécule de Benzaldéhyde	05
Figure I.4. Arbre du cannelier	07
Figure .I.4. Arôme fromage	08
Figure I.5. Sachet de sucre à l'arôme de vanille	08
Figure. I.6. Arôme artificiel de la fraise	09
Figure. I.7. Etiquette d'emballage des produits commerciaux contenant des arômes	10
Figure II.1. Réaction d'estérification	12
Figure II.2. Molécule d'un ester ($R \neq R'$)	13
Figure II.3. Molécule de l'acétate de benzyle	15
Figure II.4. Réaction de synthèse de l'acétate de benzyle	16
Figure II.5. Insecticide parfum de jasmin	18
Figure II.6. Parfums GHAWLI et BVLGARI	19
Figure II.7. Savon et poudre parfumés du jasmin	19
Figure II.8. Poudre de l'acide benzoïque	20
Figure II.9. Formule chimique de l'acide benzoïque	21
Figure II.10. Réaction globale de synthèse de l'acide benzoïque	22
Figure II.11. Permanganate de potassium ($KMnO_4$)	22
Figure. III.1. Montage de reflux	25
Figure. III.2. Montage de reflux de l'acide benzoïque	26
Figure .III.3. Filtrer la solution	26
Figure.III.4.cristallisation de l'acide benzoïque	27
Figure .III.5.échantillon de l'acide benzoïque	27
Figure.III.6. Appareil SHIMADZU IRAffinity-1	28
Figure .III.7.montage reflux d'ester	30
Figure. III.8. Premier discounté	30
Figure.III.9.deuxième discounté	31
Figure .III.10.Filtrer d'ester	31
Figure.III.11. échantillon d'ester	32
Figure.III.12. Mesure le Ph	33

Figure .VI.1. Spectre infrarouge de l'acide benzoïque	39
Figure .VI.1. Spectre infrarouge de l'acide benzoïque	40

Remerciement

Liste d'abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Sommaire

Introduction générale 01

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I : Généralités sur les arômes

1.	Introduction	03
2.	Généralités sur les arômes	03
3.	La chimie des arômes	03
4.	Perception des arômes	04
41.	La perception des odeurs	04
42.	La perception des saveurs	04
5.	Composition des arômes	05
5.1.	Les hydrocarbures	05
5.2.	Les esters	05
5.3.	Les groupes osmophores	06
6.	Types d'arômes	07
6.1.	Les arômes naturels	07
6.2.	Arômes identiques naturels	07
6.3.	Les arômes synthétiques	07
6.4.	Les arômes artificiels	08
7.	L'utilisation des arômes	08
7.1.	L'industrie alimentaire	08
7.2.	Dans quel produit trouve-on des arômes et quel est leur intérêt ?	10
7.3.	L'aromathérapie	10

CHAPITRE II : Arome artificiel

PARTIE A : Arome artificiel

1.	Généralités	12
2.	Facteurs influençant la synthèse	12

2.1. Catalyseurs	12
2.2. Température	12
2.3. Pression	13
2.4. Type d'alcool	13
3. Généralités sur les esters :	13
3.1. Définition	13
3.2. Isolation des esters	13
3.3. Estérification et hydrolyse de l'ester :	14
3.3.1. Equation de la réaction	14
3.3.2. Propriétés des réactions d'estérification et d'hydrolyse de l'ester	14
4. Mécanisme de l'estérification	14
4.1. Présentation	14
4.2. Mécanisme	14
5. Synthèse de l'acétate de benzyle	15
5.1. La réaction de l'acétate de benzyle	15
5.2. Les réactifs	16
5.2.1. Acide acétique	16
5.2.2. Alcool benzylique	16
5.2.3. Qu'est-ce qu'un catalyseur acide sulfurique	16
6. Mécanisme d'estérification de l'acétate de benzyle	17
7. Utilisations	18

PARTIE B : Conservateur

1. Introduction	20
2. Choix du conservateur	20
3. L'acide benzoïque	20
3.1. Définition l'acide benzoïque	20
3.2. Application de l'acide benzoïque	21
3.3. Synthèse de l'acide benzoïque	21
3.3.1. La réaction	22
3.3.2. Les réactifs	22
3.3.2.1. Toluène	22
3.3.2.2. Permanganate potassium	22
4. Mécanisme	23

PARTIE EXPERIMENTAL

CAPITRE III : Méthode et matériels

PARTIR A : Synthèse de l'acide benzoïque

1.	Introduction	24
2.	Produits et matériels	
2.1.	Les produits utilisés	24
2.2.	Les matériels	24
3.	La méthode de synthèse	24
3.1.	Le chauffage à reflux :	24
3.3.1.	Réalisation	24
3.3.2.	Principe	25
3.3.3.	Mode opératoire:	25
4.	Rendement	27
5.	Spectroscopie Infrarouge (IR)	27

PARTIR B : Synthèse de l'acétate de benzyle

1.	Introduction	29
2.	Produits et matériels	29
2.1.	Les produits utilisés	29
2.2.	Les matériels:	29
3.	Synthèse de l'arôme	29
3.1.	Estérification	29
3.2.	Extraction de l'arôme	30
4.	La densité	32
5.	Rendement	32
6.	Papier et testeurs de Ph	33

CHAPITRE IV : Résultats et Discussion

PARTIE A

1.	Rendement	34
2.	Analyse spectre IR	34

PARTIR B

1.	La densité	39
2.	Rendement	39

3. Ph	39
4. Analyse spectre IR	40
Conclusion	41

Introduction

L'examen d'un composé organique quelconque révèle, en général, deux traits caractéristique : d'abord, la présence d'hétéroatomes liés aux carbones. Ceux-ci détermine 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 [1].

L'histoire des arômes débute quatre mille ans avant notre ère, en Asie. Le premier homme à cueillir du poivre pour améliorer le goût de son riz fut le précurseur d'une course folle dans la recherche de nouvelles saveurs permettant d'agrémenter sa nourriture de base.

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. Au XIXème siècle, on assiste à une explosion de l'utilisation des arômes dans l'alimentation [2].

Un arôme est un ensemble de composés volatils odorants émanant d'un aliment et perçu par la voie rétro nasale lors de son absorption. Les arômes représentent une composante de la saveur, résultant elle-même de l'ensemble des sensations gustatives et olfactives. Les composés volatiles sont responsables de la perception. Un arôme est donc une perception. On distingue plusieurs types d'arôme :

Tout d'abord, il ya l'arôme naturel, dit biologique, qui est une substance extraite de la nature et qui comprend des matières premières végétales ou animales (fraise, café, la vanille). Puis, on retrouve les arômes identiques naturels qui sont conçus en laboratoire, ces arômes sont composés des mêmes molécules que les arômes naturelles, mais sont obtenus par synthèse. Enfin, on a les arômes artificiels. Les molécules de ces arômes n'existent pas dans la nature ce sont les chimistes qui ont mis au point ces molécules. Pour avoir un arôme intéressant lors de dégustation [3].

En plus, nous avons discuté dans notre mémoire aux conservateurs, ces derniers sont des substances qui empêchent les aliments de moisir et de fermenter. Ils empêchent les micro-organismes présents dans les aliments de se développer. Ce sont eux les garants de la qualité sanitaire des aliments que nous mangeons. En d'autres termes, les conservateurs empêchent l'intoxication alimentaire.

Le présent mémoire est divisé essentiellement en deux parties :

Partie théorique :

Chapitre I : Généralités sur les arômes

Chapitre II : Synthèse des arômes

Partie expérimentale :

Chapitre III : Matériels et méthodes

Chapitre IV : Résultats et discussion

Partie

Théorique

Chapitre I
Généralités sur
les arômes

1. Introduction

L'histoire des arômes a commencé il y a plus de 4000 ans avant notre ère, en Asie. Le premier homme à cueillir du poivre pour améliorer son riz fût le précurseur de la course aux arômes et la quête de nouvelles saveurs ; qui ont entraîné plus tard les hommes vers de nouveaux continents. Aujourd'hui, les arômes, qu'ils soient naturels ou artificiels sont omniprésents autour de nous. Cependant savons-nous vraiment ce qu'est un arôme ?

Le mot arôme vient du grec « Arôme » qui désigne l'arôme et les plantes aromatiques de l'époque. Le sens qui lui est donné aujourd'hui, dans le Petit Larousse est que l'arôme est : « Une émanation, une odeur qui s'exhale de certaines substances animales ou végétales » [1].

2. Généralités sur les arômes :

Qu'est-ce qu'un arôme ? Comment les obtient-on ?

Les arômes sont composés de centaines de molécules, et il est impossible de toutes les répertorier. Cependant certaines substances ont des structures très proches ou bien possèdent des molécules identiques.

Les arômes n'apportent aucune contribution énergétique aux aliments mais ils servent à les reconnaître, et en conséquent à les apprécier. Ils sont présents dans les aliments en très petites quantités sauf dans les épices et les aromates où leur concentration peut être parfois très élevée. Nous parlerons d'abord de la composition chimique des arômes, des différents types d'arômes puis des différents modes d'extraction.

3. La chimie des arômes

Les molécules aromatiques ont été découvertes par Kekulé la fin du XIX^{ème} siècle. Depuis 1967, on a pu identifier plusieurs milliers de molécules (environ 5000) dans les aliments, grâce à la chromatographie et la spectrométrie de masse.

Les molécules d'arôme sont principalement des composés organiques de faible masse moléculaire. C'est pourquoi à température ambiante, la pression atmosphérique provoque la volatilisation de ces molécules qui produisent un stimulus olfactif au contact du nez. Pour qu'une molécule soit odorante, il faut qu'elle puisse passer à l'état gazeux et qu'elle soit soluble dans le mucus nasal. On classe les arômes en fonction de leurs émissions volatiles. Il y a les :

aromatiques (amande, camphre, citron)

balsamiques (lilas, vanille)

musqués, alliés (l-propenyl sulfonate)

cacodylique (triméthylamine)

emphyreumatiques (benzène)

ranes (acide caproïque)

narcotiques (pyridine)

nauséabondes (indole) [2].

4. Perception des arômes :

Un aliment contient de nombreux composés volatils, que l'on peut percevoir de deux manières : par voie nasale directe (ce qui correspond à l'odeur) ou par voie rétro nasale lorsque l'aliment est placé dans la bouche, ce qui donne naissance à l'arôme. L'ensemble des composés volatils responsables de la perception d'arôme est également désigné sous le même vocable d'arôme.

On parle de flaveur plutôt que saveur car ce mot regroupe les termes saveur et arôme dégagée par un aliment.

4.1. La perception des odeurs :

Le système olfactif (odeur) est le mécanisme qui permet la perception des odeurs. Chaque aliment a une odeur et donc un nuage de molécules qui lui est propre. C'est la composition des molécules présentes dans le nuage qui pénètre dans les cavités nasales et qui fait varier les odeurs. Les nuages sont des composés organiques à faible masse moléculaire.

Dont sa tension à vapeur et température ambiante est suffisante pour provoquer la volatilisation et peut donc produire un stimulus olfactif quand il entre en contact avec la muqueuse olfactive. Une fois entrée dans les canaux les molécules atteignent ensuite la fosse nasale. Elles se fixent sur les cils récepteurs de la muqueuse des récepteurs (les cils) pour les transmettre aux zones cérébrales qui vont ensuite associer l'odeur à son image.

4.2. La perception des saveurs :

Les arômes peuvent aussi être perçus par voie rétro nasale. Quand nous mangeons, nous broyons les aliments, cela libère des substances volatiles qui se déposent sur les muqueuses nasales. C'est ensuite le même mécanisme que pour le système olfactif.

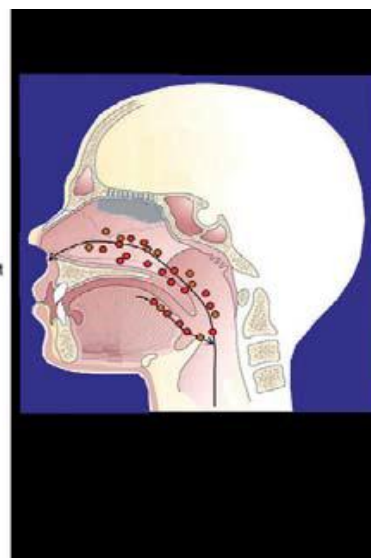
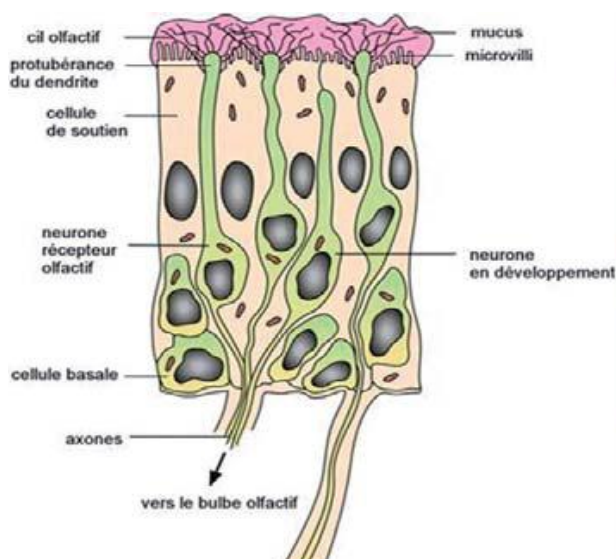


Figure I.1. Système olfactif chez l'homme

5. Composition des arômes :

La chromatographie et la spectrométrie ont permis d'identifier des milliers de molécules odorantes dans les aliments. Il existe des milliers d'arômes différents et du coup il y a aussi des milliers de compositions différentes. Il est donc difficile de donner une composition précise des arômes. Cependant nous trouvons des éléments récurrents : 80% des molécules odorantes contiennent de l'hydrogène, du carbone. Et de l'oxygène, puisqu'il faut qu'elles passent de l'état gazeux à l'état soluble dans le mucus nasal pour que l'on puisse les sentir. De milliers de composés volatils, issus de la chimie organique tels que :

5.1. Les hydrocarbures : Ce sont des composés organiques exclusivement constitués d'arômes de carbone et d'hydrogène (ex : limonène) ils sont très compliqués mais il en existe un plus simple. Le benzène mais il n'est plus utilisé depuis 1970 dans la synthèse d'arômes car il est cancérigène.

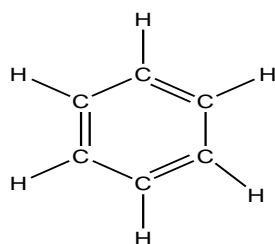


Figure I.2. Molécule de Benzène

5.2. Les esters : également composants organiques. Sont très volatiles, très inflammables, incolores et délivrent une odeur typique. Ces composés volatiles sont en très faible quantité dans les aliments, seulement quelques traces, sauf dans les épices ou les aromates où la concentration est très élevée (0.1 à 1%) par exemple dans le clou de girofle on en compte 15 à 20% il y en a plusieurs centaines dans les aliments (800 dans le café. Environ 250 dans la vanille, 900 dans la croûte de pain). Tous ces composés n'ont pas le même rôle. Certains sont plus indispensables que d'autres, on les appelle des composés clés de l'arôme il peut s'agir de la vanilline ou la vanille.

5.3. Les groupes osmophores : sont responsables du goût, il y a par exemple -CHO et aussi -OH. Mais alors que l'on retrouve ces mêmes molécules dans deux aliments différents, leurs goûts ne seront pas identiques en effet ces molécules sont seulement responsables des réactions chimiques par exemple : le pro-pénal de formule $\text{CH}_2\text{-CH-CHO}$, dégage une odeur âcre et irritante tandis que l'aldéhyde cinnamique de formule $\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH=CH-CHO}$ répand une odeur agréable de cannelle. Alors que ces deux substances.

Contiennent le même groupe osmophore –CHO.

Au contraire, des molécules qui n'ont pas forcément les mêmes groupes osmophores peuvent avoir des odeurs proches, du moment que leurs dimensions sont semblables

En effet, même si aucun lien ne peut être établi entre l'odeur émise et la composition d'un arôme, certains éléments influent sur l'odeur de l'arôme.

*la présence de liaison insaturée : C=C ou –C-C par exemple l'ester acétylénique de formule $\text{CH}_3\text{-}[\text{CH}_2]_4\text{-C}\equiv\text{C}\cdot\text{COOCH}_3$, a une odeur de violette tandis que l'ester saturé correspondant, de formule, $\text{CH}_3\text{-}[\text{CH}_2]_6\cdot\text{COOCH}_3$, n'a qu'une odeur fruitée.

*la présence de cycles a aussi un effet positif sur l'odeur, n'efface pas elle permet de renforcer les odeurs ou de les rendre plus puissantes.

*la position des groupes osmophores : par exemple deux isomères qui diffèrent uniquement par la position de la double liaison cyclique, ont des odeurs de violette d'intensité différente.

*la géométrie des molécules : en effet, des travaux ont montré que deux molécules de dimension identique ont souvent des odeurs voisines indépendamment des groupes osmophores qu'elles renferment. Par exemple :

Le benzaldéhyde de formule $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{CHO}$: le nitrobenzène de formule $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{NO}_2$ et le benzonitrile de formule $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{C}\equiv\text{N}$ Présentent toutes les trois une odeur d'amande amère [3].

6. Types d'arômes :

Arômes naturels et arômes de synthèse selon la législation de l'Union européenne, les arômes sont classés en deux grandes familles : les arômes naturels (matières végétales ou animales) et les arômes de synthèse. Ces derniers peuvent être « naturel ou synthétiques » ou « artificiels ». (Produits de synthèse non encore rencontrés dans la nature) [1].

6.1. Les arômes naturels

Pour qu'ils soient acceptés dans la catégorie naturelle, il faut respecter les normes du codex alimentaires. Par exemple les arômes ne doivent avoir subi que les transformations autorisées et en petites quantités. Un arôme naturel est obtenu soit par procédés physiques. Une distillation ou une extraction au solvant, soit par procédés biologiques ou enzymatiques partir de matière végétale ou animale. Les arômes naturels ne sont pas forcément issu d'un extrait du produit d'origine ; l'association d'acide acétique naturel et d'alcool benzylique naturel forme un arôme naturel de jasmin [4].

Exemples : - La vanilline : une molécule aromatique présente naturellement dans la gousse de vanille, l'arôme de la gousse de vanille est composé de nombreux autres composants -

L'eugénol est une molécule aromatique présente naturellement dans le clou de girofle, et l'arôme du clou de girofle est très proche de la molécule d'eugénol pure car il en contient une très grande quantité. - La cannelle est une poudre aromatique issue de la mouture de l'écorce d'un arbre, le cannelier. [5].



Figure I.4. Gousses de vanille vertes

6.2. Arômes identiques naturels :

Un arôme identique naturel est composé de substances aromatisants identiques aux substances naturelles, obtenues par synthèse. Une substance aromatisant identique au naturel est chimiquement identique à une substance aromatisant naturelle (nativement présente dans les plantes, fruits, épices, viandes, poissons, fromages...), elle est donc évidemment également identique tant en odeur qu'en goût. Pour reproduire ces substances aromatisants, il suffit d'utiliser des outils chimiques pour copier la molécule et la reproduire à partir de divers substrats [6].

6.3. Les arômes synthétiques

Ce sont des arômes obtenus par des procédés chimiques et dont les composants sont proches de ceux des arômes naturels.

Ces arômes présentent l'avantage d'être stable au cours de la conservation des aliments. Moins couteux et possèdent un champ d'application très varié[4]. Exemple d'un arôme synthétique :

Arôme de fromage [7].	Acide iso –valérique
Butyrate d'éthyle	Acide butyrique
Acide caproïque	Méthyle-amylcétone
Alcool (95%)	Propylène glycol



Figure .I.5 . Arome fromage

6.4. Les arômes artificiels :

Ils sont obtenus par des procédés chimiques et contiennent au moins une substance aromatique qui n'a pas encore été identifiée dans la nature.

Ce type d'arôme ne peut être utilisé dans le domaine agro-alimentaire que lorsqu'il fait preuve de son innocuité totale. En plus, son utilisation est limitée par une législation comme dans le cas de colorants [8].

Ex : Sucre vanilliné ; La vanille est le fruit de certaines orchidées d'Amérique centrale. L'arôme de vanille naturel est extrait de la gousse de vanille. Il contient une espèce chimique, la vanilline, essentiellement responsable de cet arôme. On peut aussi synthétiser une espèce chimique, l'éthyle vanilline, qui sent la vanille, mais dont l'odeur est beaucoup plus puissante [9].



Figure I.6. Sachet de sucre à l'arôme de vanille

7. L'utilisation des arômes

7.1. L'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. Vers la fin des années 50 la production d'arôme a connu une expansion, avant il n'existait qu'une petite quantité d'arôme qui servait à parfumer les boissons et les tisanes. Les consommateurs ont émis de nouveaux besoins. Il fallait pouvoir fournir des produits de base, qui puissent être disponibles continuellement et de qualité car les denrées alimentaires subissent des contraintes. Elles ne peuvent pas être gardées dans n'importe quelle condition, certaines sont chères voir très chères. Leurs lieux de production peuvent devenir un obstacle également, du point de vu politique par exemple. Cela empêche donc la production constante des produits, et ne répond pas totalement aux attentes des consommateurs. Les arômes permettent de répondre à la demande car ils n'ont pas les mêmes contraintes. Comme vous l'avez vu précédemment ces arômes peuvent être de différentes compositions : artificielle ou naturelle.



Figuer. I.7. Arôme artificiel de la fraise

Les fabricant d'arômes possèdent une grande palette de saveurs, des plus courantes au plus farfelues et inconnues, l'arôme c'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 à celle que nous avons utilisée à la fin de notre expérience. 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 [10].

7.2. Dans quel produit trouve-t-on des arômes et quel est leur intérêt ?

On trouve des arômes dans divers produits alimentaires. Ces produits sont variés, du yaourt aux fruits, aux gâteaux en passant par les produits salés. Certains produits dont nous ne nous doutons pas contiennent des arômes. Voici quelques exemples :

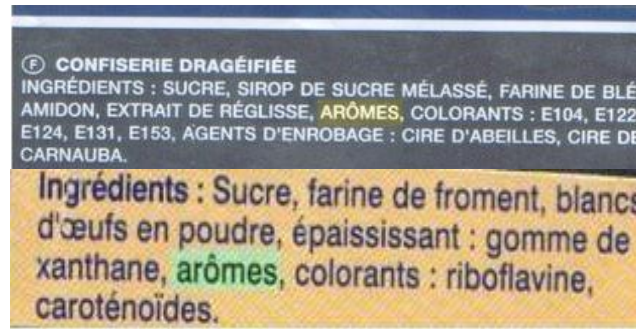


Figure. I.8. Etiquette d'emballage des produits commerciaux contenant des arômes

Ainsi nous voyons la présence d'arômes dans de la purée déshydratée, de la bière aromatisée, des bonbons, des gâteaux apéritifs, ou encore dans un flan en poudre. Les arômes sont présents dans tous types de produits, ils enrichissent les préparations vendues en masse.

7.3. Les arômes, des vertus médicinales

Les industries utilisent les arômes dans leurs produits afin de mieux répondre aux attentes du consommateur. Cela fonctionne dans l'agroalimentaire, les cosmétiques ou l'industrie pharmaceutique. Dans l'agroalimentaire, les consommateurs désirent un produit qui ne soit pas fade, avec un goût prononcé. Les industries essaient de reproduire le goût du « fait maison » qui a une meilleure réputation que le « déjà prêt », car le consommateur s'attend à un produit naturel qui doit être fort en goût. Les arômes sont ajoutés aux préparations industrielles pour s'approcher au maximum du goût naturel, qui peut nous remémorer des souvenirs parfois. Dans d'autres cas, le but de l'arôme est de créer un goût qui ne se trouve pas dans la nature tel que le goût « barbe à papa » ou « bubale gem ». Les arômes enrichissent le goût des aliments. De plus, avec la vague des produits « bio », les arômes naturels sont mis en avant, comme dans les produits minceurs, compotes ou de nouvelles pâtes de fruits. 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. Pour l'industrie pharmaceutique le but reste le même, les arômes viendront améliorer le goût de certains médicaments dans le but de le faire apprécier aux patients. Dans chaque zone, le but reste quasiment le même : satisfaire le consommateur, améliorer le rendu du produit, de l'enrichir en saveurs. Le principe

est celui en quelque sorte du marketing car les arômes améliorent les sensations du client vis-à-vis d'un produit.

7.4. L'aromathérapie

L'aromathérapie est une médecine douce fondée sur l'utilisation d'huiles essentielles extraites de plantes aromatiques. Elles peuvent être administrées par voie externe ou internes. Cela permet de soulager et de détendre. Les odeurs ont une grande influence sur notre psychisme. Certaines odeurs peuvent par exemple nous donner la nausée ou nous ouvrir l'appétit, quant à d'autres, elles peuvent nous rendre nostalgique ou heureux. Pour autant pouvons-nous dire que ces odeurs sont suffisamment puissantes pour prévenir ou guérir les troubles de l'organisme ? Les propriétés curatives (visant à la guérison d'un malade) des arômes des plantes sont utilisées depuis des siècles, mais la popularité de l'aromathérapie grandie de jour en jour [11].

Chapitre II
Les arômes
artificiels

PARTIE A : Arôme artificiel

1. Généralités

La plus grande famille qui compose les arômes est celle des esters (40%). Les esters ont généralement des odeurs agréables qui peuvent être responsables de la flaveur (ou l'arôme) et la bonne odeur de plusieurs fruits et fêlures [1].

De nombreux esters de la série aromatique sont utilisés en parfumerie, ainsi que dans l'industrie des savons. Les esters sont des constituants neutres, volatils et légers, Ce sont d'excellents solvants. Ils résultent de l'action d'un acide sur un alcool avec élimination d'eau. La réaction génératrice d'un ester est limitée par la réaction inverse d'hydrolyse de l'ester



Figure II.1. Réaction d'estérification

Les esters sont très répandus à l'état naturel. On les rencontre dans de nombreuses substances d'origine végétale ou animale dont la solubilité dans l'eau est faible.

L'estérification est une réaction particulièrement lente. Dans certains cas. À la température ordinaire. L'état d'équilibre n'est atteint qu'au bout de plusieurs jours [2].

2. Facteurs influençant la synthèse

Les facteurs qui ont un effet sur la réaction d'estérification sont les suivants :

2.1. Catalyseurs

Pour atteindre des résultats convenables il faut que la réaction soit catalysée par un acide minéral fort tel que H_2SO_4 ou HCl en excès.

Le catalyseur augmente la vitesse de la réaction et améliore le rendement par déplacement de l'équilibre dans le sens de la formation de l'ester.

2.2. L'enthalpie

L'enthalpie est sans effet car la réaction est pratiquement athermique. Le seul intérêt d'élever la température est d'atteindre l'état d'équilibre plus rapidement mais sa composition n'est pas modifiée.

2.3. Type d'alcool

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 est tertiaire 0.05 mol d'ester [2].

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 quelque fois même plus rapidement que les alcools primaires [9].

3. Généralités sur les esters :

3.1. Définition :

Les molécules d'ester contiennent le groupe d'atomes, nous nous limiterons le plus souvent à des radicaux alkyle (R et R' sont des chaînes hydrocarbonées saturées, dérivées des alcanes). Ce sont des composés très répandus à l'état naturel.

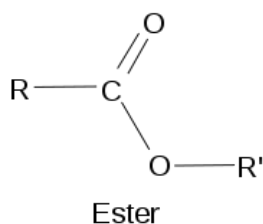


Figure II.2. Molécule d'un ester (R≠R')

Les esters sont principalement utilisés dans l'industrie agroalimentaire et en parfumerie. Ils apparaissent fréquemment comme composés essentiels des substances odorantes (arômes naturels ou artificiels) comme exemple : acétate de benzyle qui a une odeur de jasmin ou encore l'éthanoate d'octyle qui a une odeur d'orange,... [3].

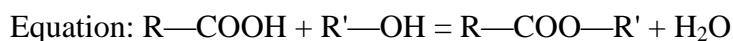
3.2. Isolation des esters :

L'isolation de l'ester peut se faire par décantation. Une fois la réaction terminée et après refroidissement. On ajoute une solution de carbonate de sodium pour neutraliser l'excès d'acide puis on procède à la décantation on peut aussi éviter la réaction d'hydrolyse qui limite la réaction et réaliser une estérification complète en retirant l'ester et l'eau au fur et à mesure de leur formation lorsque les points d'ébullition le permettent [10]

3.3. Estérification et hydrolyse de l'ester :

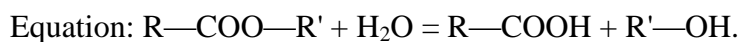
3.3.1. Equation de la réaction :

L'estérification est la réaction entre un acide carboxylique R-COOH et un alcool R'-OH conduisant à la formation d'un ester R-COO-R' et d'eau.



L'hydrolyse de l'ester entre l'ester et l'eau conduit à un alcool et à un acide carboxylique.

C'est la réaction inverse de l'estérification. Elle se produit simultanément à l'estérification.



3.3.2. Propriétés des réactions d'estérification et d'hydrolyse de l'ester :

Ces deux réactions sont lentes, limitées par l'hydrolyse de l'ester formé et athermiques (elles ne nécessitent pas d'énergie et ne dégagent pas d'énergie). Elles conduisent à la même composition finale que l'on utilise un mélange équimolaire d'acide et d'alcool (estérification) ou un mélange équimolaire d'eau et d'ester (hydrolyse).

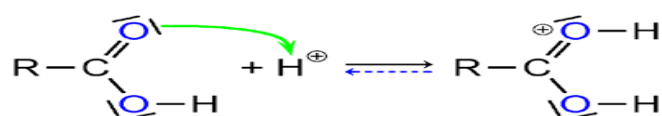
4. Mécanisme de l'estérification :

4.1. Présentation :

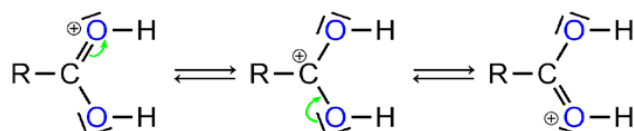
On considère le mécanisme réactionnel de l'estérification en présence d'acide sulfurique qui catalyse la réaction. En utilisant de l'oxygène 18 (188O), on a pu mettre en évidence que l'oxygène de l'eau formée (H₂O) provient de l'acide (R-COOH) et non de l'alcool.

4.2. Mécanisme :

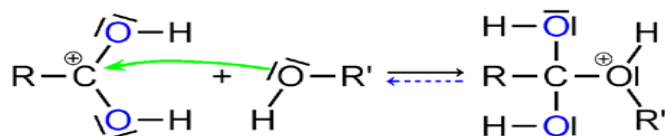
Première étape : Protonation du groupe carbonyle :



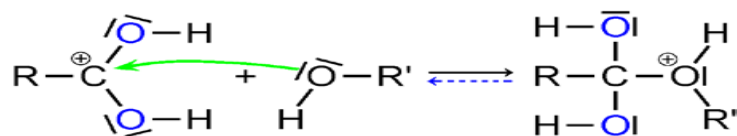
L'ion formé est stabilisé par mésomérie :



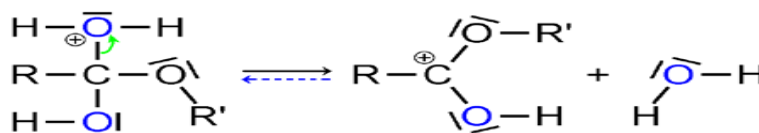
Deuxième étape : Attaque nucléophile de l'alcool sur le site électrophile de l'acide carboxylique proton :



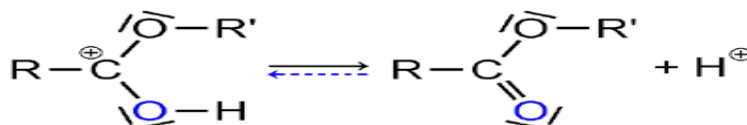
Troisième étape : Transfert du proton (H⁺) du groupe issu de l'alcool sur un des groupes hydroxyles (**réaction acide-base interne** ou prototropie) :



Quatrième étape : Cinétiquement limitant, c'est le **départ d'une molécule d'eau** (H₂O) :



Cinquième étape : Simple déprotonation (restitution du catalyseur) : groupe fonctionnel [5.6] :



5. Synthèse de l'acétate de benzyle

Acétate de benzyle est un composé organique dont la formule moléculaire est $C_9H_{10}O_2$. C'est l'ester formé par la condensation de l'alcool benzylique et l'acide acétique. Acétate de benzyle est également connu sous le nom d'acide acétique, Ester benzylique, acide acétique Phényle méthyle Ester, etc. éthanoate de benzyle.

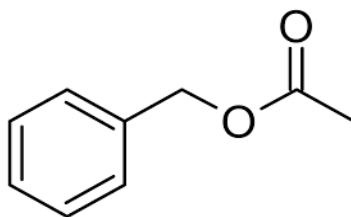


Figure II.3. Molécule de l'acétate de benzyle

5.1. La réaction de l'acétate de benzyle :

Nous allons synthétiser un ester, l'éthanoate de benzyle (ou acétate de benzyle) par action de l'acide éthanoïque (ou acide acétique) sur l'alcool benzylique [7].

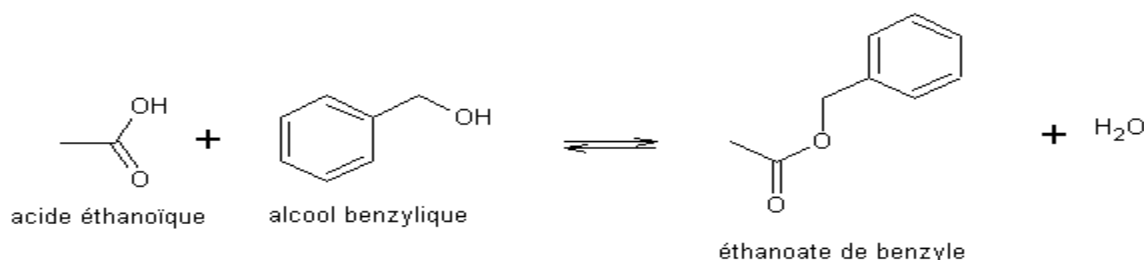


Figure II.4. Réaction de synthèse de l'acétate de benzyle

5.2. Les réactifs :

5.2.1. Acide acétique :

L'acide acétique, acide organique de formule CH_3COOH , est le membre le plus important de la famille des acides carboxyliques. Il joue avec ses dérivés un rôle essentiel dans de nombreuses synthèses et dégradations biologiques accompagnant le métabolisme des aliments

et la formation des tissus. On le trouve à l'état libre dans la sueur et le sang. Il est présent également à l'état libre dans la sève des plantes et sous forme d'esters dans les fruits et dans les huiles essentielles. Étape finale de la fermentation d'un grand nombre de produits agricoles, il est aussi préparé en très grandes quantités par l'industrie. Celle-ci l'utilise comme solvant et comme intermédiaire dans la préparation de matières synthétiques : fibres textiles, vernis, plastiques, produits pharmaceutiques [8.9].

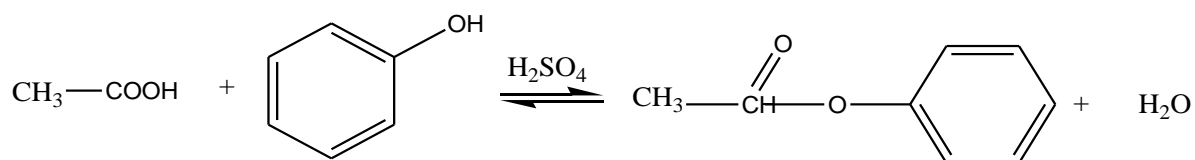
5.2.2. Alcool benzylique :

L'alcool benzylique est présent naturellement dans plusieurs plantes (dont certaines à partir desquelles on extrait des huiles essentielles) et dans certains aliments. Le produit commercial est généralement issu de synthèse, et il est disponible sous plusieurs catégories de qualité. La catégorie technique doit contenir au moins 98 % d'alcool, alors que les autres catégories doivent en contenir au moins 99 %. La catégorie photo contient un antioxydant (0,01 à 0,02 % d'éther mono méthylique d'hydroquinone ou d'éther mono benzylique d'hydroquinone) pour prévenir la formation de benzaldéhyde [10.11].

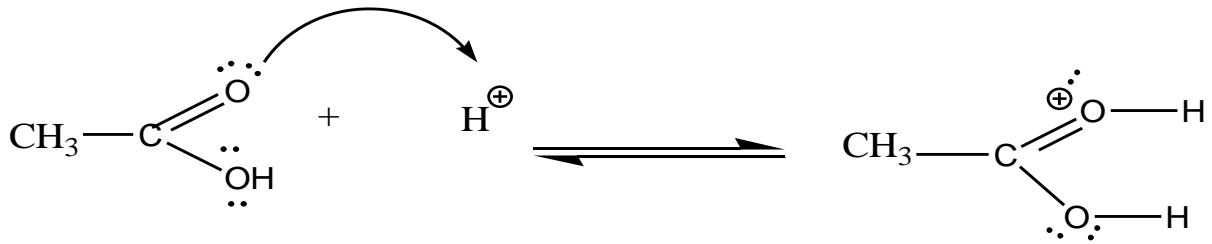
5.2.3. Qu'est-ce qu'un catalyseur acide sulfurique ?

Un catalyseur d'acide sulfurique est de la composition chimique de l'hydrogène, du soufre et de l'oxygène, avec la formule moléculaire est H_2SO_4 , et même si elle est présente seulement sous forme de traces est en outre accélère considérablement diminuer une réponse de l'énergie d'activation. L'acide sulfurique est un des produits chimiques les plus couramment produites dans le monde, et lorsqu'il est utilisé comme catalyseur, peut provoquer des réactions chimiques, même lorsqu'il est utilisé en petites quantités. Il est couramment utilisé générique catalyseur acide pour la préparation d'une grande variété de produits, y compris des matières plastiques, du carburant, et les vêtements [12.13].

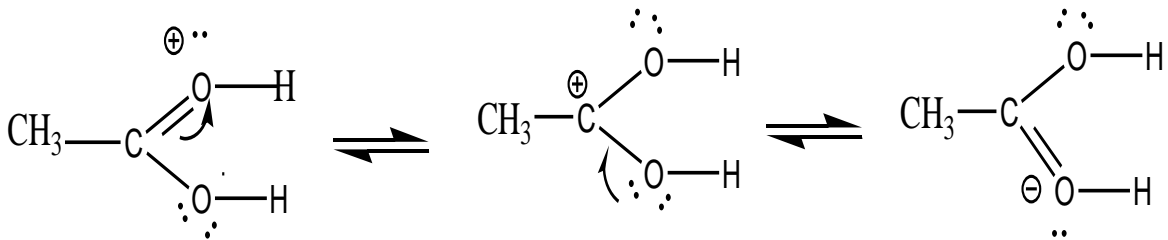
5.3. Mécanisme d'estérification de l'acétate de benzyle [7] :



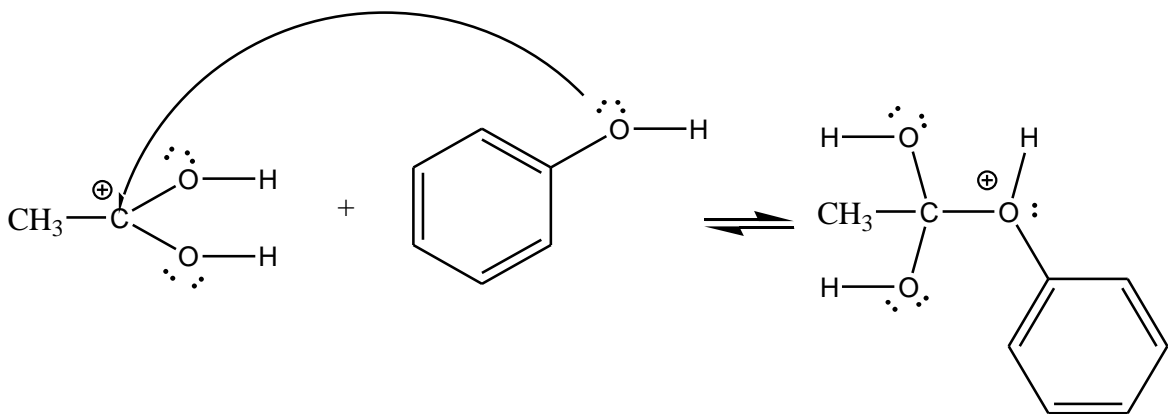
Première étape : Proton du groupe carboxyle : protonation de l'alcool



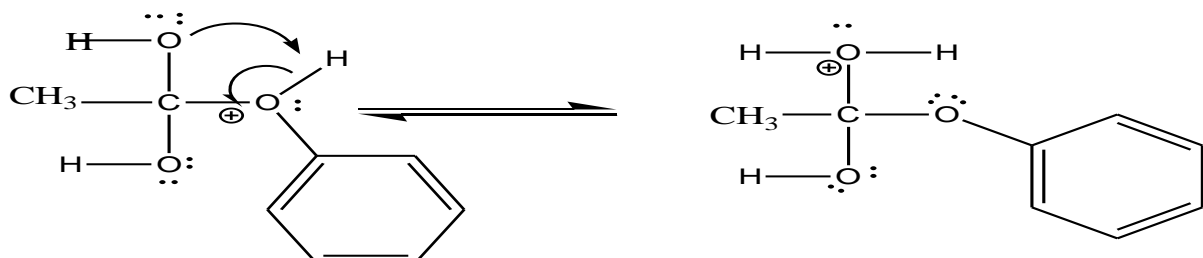
L'ion formé est stabilisé par mésomérie :



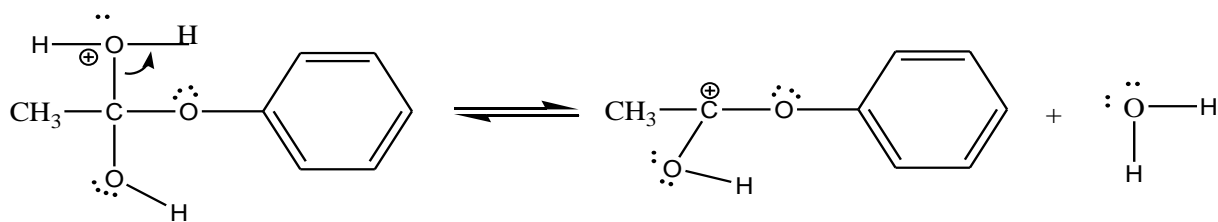
Deuxième étape : Attaque nucléophile d'alcool sur le site électrophile de l'acide carboxylique proton



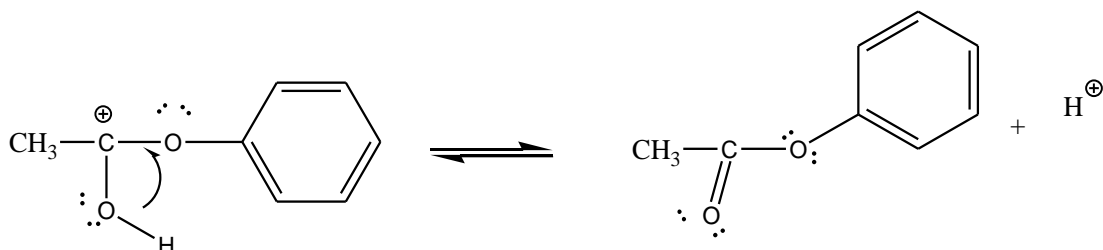
Troisième étape : Transfert du proton (H^+) du groupe de l'alcool. Sur des groupe hydroxyles (réaction acide base interne ou prototypé).



Quatrième étape : Cinétiquement limitant, c'est le **départ d'une molécule d'eau (H_2O)** :



Cinquième étape : Simple déprotonation (restitution du catalyseur) : groupe fonctionnel :



6. Utilisations [14.15]:

L'acétate de benzyle est un solvant utilisé dans de nombreuses applications, notamment :

- solvant de l'acétate et du nitrate de cellulose, solvant de peintures, vernis, encres d'imprimerie et de matières plastiques.



Figure II.5. Insecticide parfum de jasmin

- Industrie des arômes et parfums



Figure II.6. Parfums GHAWLI et BVLGARI

- Industrie des cosmétiques...



Figure II.7. Savon et poudre parfumés du jasmin

PARTIE B : Conservateur

1. Introduction : Les conservateurs sont des substances qui prolongent la durée de conservation des denrées alimentaires en les protégeant des altérations dues aux microorganismes. Les anti oxygènes sont des substances qui prolongent la durée de conservation des produits en les protégeant des altérations provoquées par l'oxydation telles que le rancissement des matières grasses et les modifications de couleur. Les conservateurs sont repérés par le code européen E2XX et les antis oxygènes par E3XX [16].

2. Choix du conservateur :

Un produit conditionné sous forme d'aérosol et contenant de l'alcool pourra ne pas contenir de conservateurs. Il se fait en fonction de la composition du produit :

- un produit pauvre en éléments nutritifs pour les bactéries nécessitera peu de conservateurs.
- un produit anhydre pourra ne pas contenir de conservateur.
- un produit conditionné sous forme d'aérosol et contenant de l'alcool pourra ne pas contenir de conservateurs.
- les antioxydants sont réservés aux produits gras [17].

3. L'acide benzoïque :

3.1. Définition l'acide benzoïque :

L'acide a été isolé dans le 16ème siècle par la méthode de sublimation de benjoin. Au 19e siècle, les Allemands étaient en mesure de déterminer la structure de l'acide, ses propriétés sont étudiées et comparées sa performance avec de l'acide hippurique. En conséquence, au cours de la seconde moitié du 19ème siècle, il a révélé action antimicrobienne de l'acide benzoïque. Au 20e siècle, il est devenu largement utilisé pour la conservation des aliments.

Les propriétés physiques de l'acide benzoïque est monoclinique aiguilles blanches brillantes ou des feuilles, qui sont fondus à une température de 122 degrés Celsius. L'acide est facilement soluble dans l'eau, des graisses et de l'éthanol anhydre [18].



Figure II.8. Poudre de l'acide benzoïque

Du point de vue chimique peut être attribué à un des acides aromatiques mono carboxyliques conservateurs. Le « E210 » une substance naturelle que l'on trouve dans certaines baies : canneberges, bleuets, canneberges. Il est situé dans le miel dans une forme liée. L'acide benzoïque formé dans les produits laitiers fermentés tels que le yaourt ou de babeurre, par la décomposition microbienne de l'acide hippurique. On le trouve aussi dans certaines huiles essentielles, par exemple, de clou de girofle. À l'heure actuelle, cette méthode d'obtention de l'acide est le plus commun et est considéré comme le plus rentable, que la matière première pour cette chère, et le processus n'a pas d'impact négatif sur l'environnement.

Avant de l'acide benzoïque On a également préparé par hydrolyse acide et de carboxylation de l'exposition benzotri chlorure catalyseurs acides phtalique. Mais maintenant, comme un procédé de production d'acide est sans objet [19].

Formule chimique : C_6H_5COOH

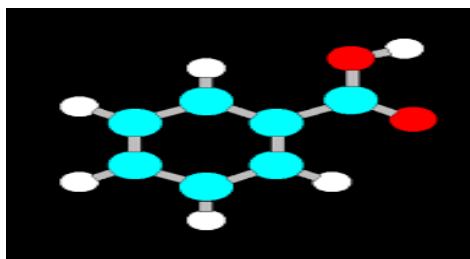
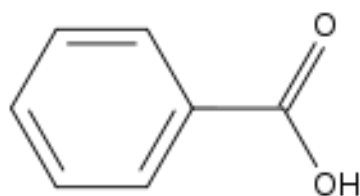


Figure II.9. Formule chimique de l'acide benzoïque

3.2. Application de l'acide benzoïque

Dans l'industrie alimentaire les propriétés de l'acide benzoïque utilisé dans la confiserie, de brassage et cuisson industries. Utilisez-le dans la margarine de cuisson, confiture, jus de fruits, légumes, marinades, poissons marinés, les produits laitiers, la gomme à mâcher, crème glacée, des épices, des liqueurs, des bonbons et des succédanés du sucre.

En outre ainsi que les esters et sels utilisent E210 et dans l'industrie des cosmétiques. Dans la forme de benzoate de benzyle utilisé dans l'industrie pharmaceutique, il (ajouté à la pommade contre la gale). A des fins thérapeutiques, l'acide est utilisé comme fongicide et agent antimicrobien. Il est ajoutée à de nombreux médicaments contre la toux, car elle agit comme un antiseptique et a une action expectorante. Eh bien additif E210 a lui-même établi dans le traitement du pied d'athlète et des maladies fongiques de la peau. L'acide benzoïque est largement utilisé dans l'industrie chimique. Ainsi, lors de la synthèse de nombreuses substances d'acide organique joue souvent le rôle du réactif principal [20].

3.3. Synthèse de l'acide benzoïque :

3.3.1. La réaction

Le permanganate de potassium est un oxydant puissant et peut oxyder le toluène en acide benzoïque. Le mécanisme de la réaction est assez complexe. Cependant, il peut être simplifié par l'équation globale : [21].

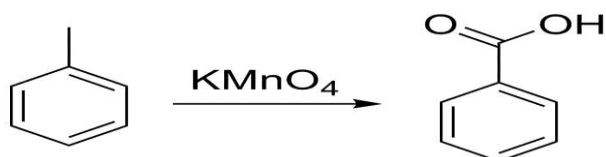
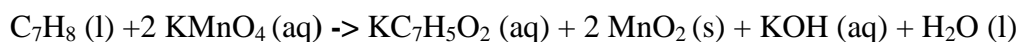


Figure II.10. Réaction globale de synthèse de l'acide benzoïque

3.3.2. Les réactifs :

3.3.2.1. Toluène :

Le toluène, également appelé méthylbenzène ou phénylméthane est un hydrocarbure aromatique. Il est couramment utilisé en tant que réactif ou solvant, notamment dans le milieu industriel. Il dissout un grand nombre d'huiles, graisses, ou résines (naturelles ou de synthèse). Dans les conditions normales, c'est un liquide transparent à l'odeur caractéristique, rappelant celle du dissolvant pour peinture ou celle du benzène apparenté [22].

3.3.2.2. Permanganate potassium :

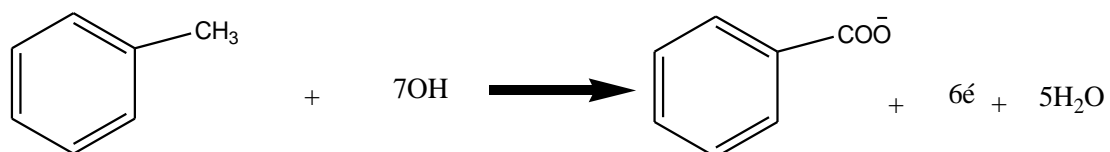
Le permanganate de potassium (KMnO_4) est un oxydant particulièrement puissant. Il se présente sous la forme de cristaux violets composés d'ions potassium, K^+ , et d'ions permanganate, $[\text{MnO}_4]^-$. Il est inodore et son goût est amer [23].



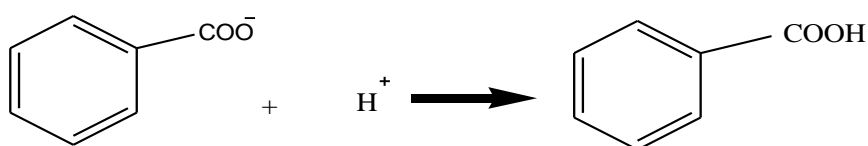
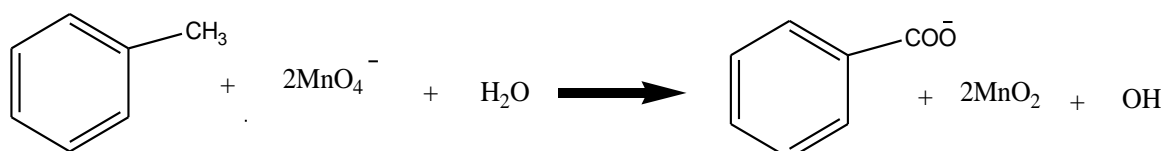
Figure II.11. Permanganate de potassium (KMnO_4)

3.4. Mécanisme : [21].

Le mécanisme proposé pour cette réaction est proposé souvent en trois étapes :



Dans la première étape, l'ajout du méthanol nous a permis de créer l'oxygène libre pour capturer les protons dans le milieu réactionnel.



Cette étape consiste à la protonation du cycle aromatique instable et enfin la création de la molécule de l'acide benzoïque.

Partie

Expérimentale

Matériels

&

Méthode

Partir A : Synthèse de l'acide benzoïque :

1. Introduction

L'acide benzoïque est un acide faible souvent utilisé comme conservateur. Il est peu soluble dans l'eau à cause de son cycle aromatique apolaire.

2. Produits et matériels :

2.1. Les produits utilisés :

Produis	Formule chimique
permanganate de potassium	KMnO_4
Méthanol	CH_4O
Toluène	C_7H_8
Eau Distillée	H_2O

2.2. Les matériels:

ballon de 250mL	chauffe – ballon
support élévateur	spatule
pierre ponce	1 béchers de 100 ml
éprouvette de 50 ml	pipette graduée de 5 ml
Erlenmeyer de 250 ml	réfrigérant à boules + tuyaux

3. La méthode de synthèse :

3.1. Le chauffage à reflux :

Il est utilisé pour accélérer une réaction chimique en évitant les pertes de réactifs ou de produits.

3.1.1. Réalisation :

Placer dans le ballon les réactifs ainsi que quelques grains de pierre ponce afin de réguler l'ébullition

Adapter un réfrigérant vertical, réfrigérant à boule comme ci-dessus ou réfrigérant à air (c'est à dire un long tube fin).

Dans le réfrigérant à boule, faire circuler l'eau froide, du bas vers le haut.

Chauffer le mélange réactionnel à l'aide d'une chauffe ballon placé sur un support élévateur légèrement surélevé et maintenir le mélange à ébullition.

3.1.2. Principe :

La circulation d'eau dans le réfrigérant à boule, permet de refroidir les vapeurs formées lors

Du chauffage, provoquant leur liquéfaction (dans la vie courante on dit condensation, à tort).

Le liquide résultant retombe dans le ballon, c'est le reflux. Il n'y a donc pas de pertes de matières au cours de ce type de chauffage.

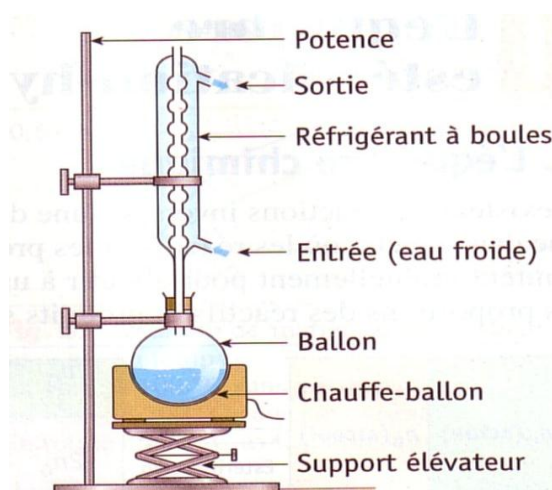


Figure. III.1. Montage de reflux

3.2. Mode opératoire:

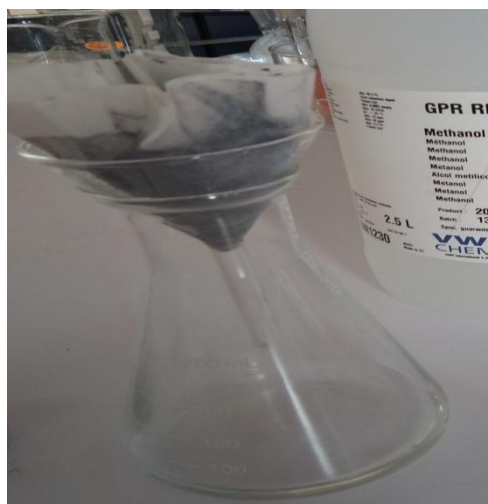
Prendre un ballon à fond rond Bicol rodé de 250ml et y adapté à un réfrigérant ascendant, une ampoule à décanter de 250ml et une pierre ponce.

1. Mettre dans le ballon 10 g de permanganate et potassium et 50 ml d'eau distillée et porté la solution obtenue à ébullition.



Figure. III.2. Montage de reflux de l'acide benzoïque

2. Verser peu à peu à travers l'ampoule à décanter 8 ml de toluène dans le ballon et faire bouillir le mélange pendant 2 heures.
3. Ajouter 5 ml de méthanol et continuer le chauffage pendant 5 minutes.
4. Laisser la solution refroidir, déconnecter l'ampoule et le réfrigérant, filtrer.



Fguer .III.3. Filtrer la solution

5. Ajouter au filtrat de l'acide chlorhydrique concentré. L'acide benzoïque doit être précipité sous forme de cristaux blancs.



Figuer.III.4. Crystallisation de l'acide benzoïque



Figure .III.5. Echantillon de l'acide benzoïque

4. Rendement :

Le rapport entre le réactif (toluène) et le produit (acide benzoïque) est de 1 :1, par conséquent le nombre de mole de toluène correspond au nombre de mole d'acide benzoïque.

$$\mathbf{n}_{\text{toluène}} = \mathbf{n}_{\text{acide benzoïque}}$$

$$\mathbf{n}_{\text{toluène}} = \frac{\mathbf{m}}{\mathbf{M}} = \frac{\mathbf{d.v}}{\mathbf{M}}$$

$$\boldsymbol{\eta} = \mathbf{m}_{\text{pratique}} / \mathbf{m}_{\text{théorique}} \times 100$$

5. Spectroscopie Infrarouge (IR) :

La spectroscopie infrarouge est utilisée pour la détermination des groupements fonctionnels permettant de figurer la structure. Chaque liaison présente des vibrations caractéristiques de fréquence bien déterminée.

Dans les conditions normales de température et de pression, les atomes et les groupements fonctionnels constitutifs sont exposés à un rayonnement électromagnétique. Sous l'effet d'un rayonnement électronique infrarouge, les liaisons moléculaires absorbent une partie de cette énergie et vibrent selon les mouvements de différents types (vibrations d'élongation ou de déformation).

Pour avoir le spectre infrarouge de l'acide benzoïque (échantillon solide) nous avons pesé 0.198mg du KBr sec avec 0.02mg de l'échantillon. Le mélange est broyé et compacté à l'aide d'une presse à piston sous 80kN et sous vide. La pastille est prête à l'analyse. Pour notre ester (échantillon liquide) nous avons préparé une pastille du KBr sec ayant une masse de 0.2mg et nous avons déposé une gouttelette de notre échantillon sur la pastille. L'appareil infrarouge utilisé est montré dans la figure ci-dessous.



Figure.III.6. Appareil SHIMADZU IRAffinity-1

Partir B : Synthèse de l'acétate de benzyle

1. Introduction:

Nous allons synthétiser un ester, l'éthanoate de benzyle (ou acétate de benzyle) par action de l'acide éthanoïque sur l'alcool benzylique. Cet ester constitue la note de tête de l'odeur du jasmin et est présent dans l'huile essentielle de jasmin (environ 20% de l'absolue de jasmin). On le trouve à l'état naturel dans beaucoup de fleurs.

2. Produits et matériels :

2.1. Les produits utilisés :

Produits	Formule chimique
Acide éthanoïque	CH_3COOH
Alcool benzylique	$\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH}$
Acide sulfurique	H_2SO_4
hydrogen carbonate de sodium	NaHCO_3
Chlorure de sodium	NaCl
sulfate de sodium anhydride	CuSO_4

2.2. Les matériels:

Eprouvette graduée	Chauffe ballon
Pipette (1 ml)	Réfrigérant
Ampoule à décanter (250ml)	pierres ponce(3)
Becher (5ml)	ballon à Fouad rond
porte échantillon(2)	papier filtre

3. Synthèse de l'arôme:

3.1. Estérification :

Réaliser la synthèse de l'éthanoate de benzyle en utilisant 15 ml d'acide éthanoïque pur (acide acétique glacial), 27,0 ml d'alcool benzylique en présence d'acide sulfurique concentré (une dizaine de gouttes) et de quelques grains de pierre ponce. Chauffer pendant 30 minutes.



Figure .III.7. Montage reflux d'ester

3.2. Extraction de l'arôme:

Premier lavage à l'eau salée

Refroidir le ballon et le mélange réactionnel. Dans le ballon ajouter environ 25 ml d'une solution saturée de chlorure de sodium. Agiter doucement puis transvaser-le tout dans une ampoule à décanter tout en retenant les grains de pierre ponce. Évacuer la phase aqueuse. Conserver la phase organique contenant l'éthanoate de benzyle. Laver à nouveau la phase organique avec 25 ml de la solution de chlorure de sodium. Evacuer la phase aqueuse.



Figure.III.8. Premier discounté

Deuxième lavage avec une solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium:

A la phase organique restée dans l'ampoule, ajouter environ 25 ml d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium (**maintenir l'ampoule débouchée pour éviter une surpression**).

Lorsque le dégagement gazeux qui se produit s'atténue, boucher l'ampoule, la retourner, agiter en maintenant le bouchon, puis rapidement ouvrir le robinet pour permettre au gaz de se dégager, recommencer cette dernière opération jusqu'à ce que le dégazage soit complet.

Laisser reposer. Recommencer l'opération de lavage jusqu'à ce que le pH de l'eau de rinçage ne soit plus acide.



Figure.III.9. Deuxième discontinu

Séchage :

Recueillir la phase organique dans un Erlenmeyer propre et sec y ajouter environ une spatule de sulfate de sodium anhydre. Boucher l'Erlenmeyer et agiter quelques instants pour sécher la phase organique. Recueillir par filtration simple la phase organique dans un Erlenmeyer. Le sulfate de cuivre anhydre devient bleu car le sulfate de cuivre anhydre est mis en contact avec de l'eau.



Figure .III.10. Filtrer d'ester

Dans la phase organique, cette opération nous a permis de sécher cette dernière.



Figure.III.11. Echantillon d'ester

4. La densité :



	Densité	La masse molaire
Acide acétique	1.05	60
Alcool benzylique	1.04	108

- Calculer la masse molaire d'acide acétique :

$$V_1 = 15 \text{ ml Acide acétique}$$

$$V_2 = ? \text{ Alcool benzylique.}$$

$$d = \frac{m}{M} \longrightarrow m = d \times v$$

- Calculer le volume de alcool benzylique $v = ?$

$$n = 0.26 \text{ mol}$$

$$n = \frac{m}{M} = \frac{p.v}{M} = \frac{d.v}{M}$$

$$v = \frac{n.M}{d}$$

- Calculer la masse théorique :

$$n = \frac{m}{M} \rightarrow m = M \times n$$

- Calculer la masse expérimentale :

- Enfin, calculer la densité

$$d = \frac{m}{v}$$

5. Rendement

$$\eta = m_{\text{pratique}} / m_{\text{théorique}} \times 100$$

- calculer la masse pratique

$$m_{\text{pratique}} = d \times v = 1.408 \times 20 = 28.16 \text{ g}$$

$$n = \frac{28.16}{39} \times 100 = 72\%$$

6. Papier et testeurs de pH:

Utilisé dans les laboratoires de chimie, le papier pH est un papier imbibé d'un indicateur universel. Lorsque qu'un morceau de papier pH est trempé dans une solution, il prend la tonalité correspondant au pH du milieu.

Trempant partie de papier pH dans la solution obtenue et attendre quelques minutes sur le résultat



Figurier.III.12. Mesure le pH

Résultats

&

Discussion

PARTIE A

1. Rendement :

Le rapport entre le réactif (toluène) et le produit (acide benzoïque) est de 1 :1, par conséquent le nombre de mole de toluène correspond au nombre de mole d'acide benzoïque.

$$n_{\text{toluène}} = n_{\text{acide benzoïque}}$$

La masse de produit obtenue au final s'élève à 1.46 g. Par conséquent, le rendement est le suivant :

$$\eta = m_{\text{pratique}} / m_{\text{théorique}} \times 100$$

$$n_{\text{toluène}} = \frac{m}{M} = \frac{d.v}{M} = \frac{0.87 \times 8}{92.14} = 0.07 \text{ mol. Résultats et Discussion Chapitre IV}$$

La masse théorique acide benzoïque

$$m_{\text{brut}} = \rho \times v = 0.87 \times 8 = 6.96 \text{ g}$$

$$m_{\text{théorique}} = \frac{p \times m}{100} = \frac{99 \times 6.96}{100} = 6.89 \text{ g}$$

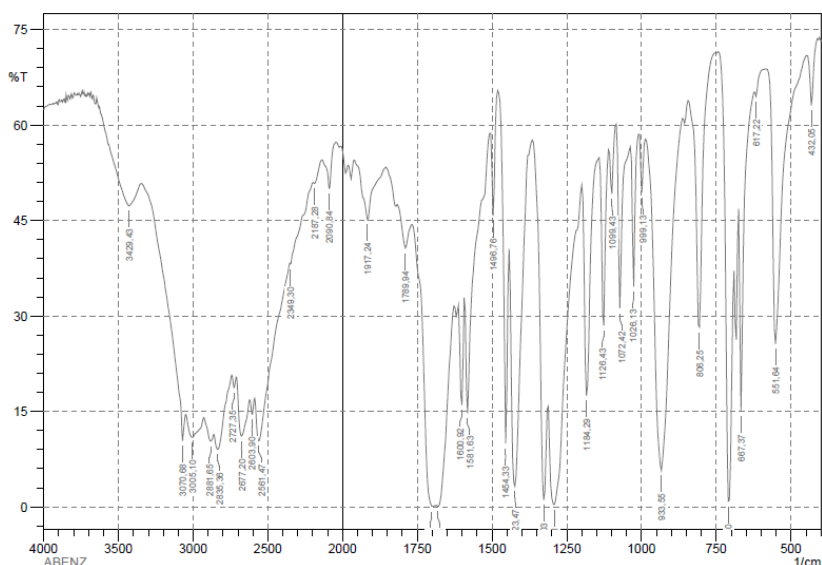
$$n = \frac{6.89}{92.14} = 0.07 \text{ mol}$$

$$n_{\text{acide}} = 0.07 = \frac{m}{M} = \frac{\rho \times V}{M} = 0.07$$

$$0.07 = \frac{1.46}{6.89} = 21.19\%$$

Il est à mentionner que cette valeur est à peu près élevée car c'est la pesée de l'acide avant séchage. Après le séchage la masse était de 0.83 ce qui nous donne un rendement de 12% qui est une valeur acceptable (10 – 12%)

2. Analyse spectre IR



Figurier .IV.1. Spectre infrarouge de l'acide benzoïque

L'analyse infra rouge ne nous permet pas, dans ce cas, de savoir si le produit de départ est encore présent. Par contre l'analyse nous confirme que le produit attendu a bien été synthétisé. En effet nous observons un pic majoritaire à 1679 qui correspond d'après les tables théoriques à la présence d'un groupement cétone. La partie droite du spectre correspond aux liaisons aromatiques et ne nous apporte pas de renseignements importants sur notre composé. La partie gauche du spectre correspond aux liaisons insaturées de la molécule, ce qui nous importe peu car le réactif et le produit contiennent de telles liaisons. Cette région et aussi caractéristique des groupements OH dans les acides, mais il est impossible de déterminer un pic précis comme étant celui du groupement OH.

Le tableau ci-dessous illustre les valeurs des pics attendus par la littérature et les pics relevés comme correspondant sur le spectre IR obtenu. Tous les pics attendus ont pu être identifié sur le spectre du produit de la synthèse.

Tableau.IV.1. Comparaison entre les longueurs d'onde théoriques et expérimentales

Pics IR littérature (cm ⁻¹)	Pics IR pratiques (cm ⁻¹)
3076	3070.68
2688	2677.20
2564	2561.47
1675	1725
1607	1600.02
1587	1581.03
1429	1423 .47
1333	1327.03
1292	1292.31
1179	1184.20
1126	1126.43
1075	1072.42
1030	1026.13
934	933.55
812	806.25
705	709.8
684	667.37
666	666

L'analyse du spectre infrarouge permet d'identifier la présence du produit final. En effet, comme on peut le voir, tous les pics attendus sont présents de manière assez précise, sauf pour le pic à 1725 au lieu de 1675. Ce pic correspond à l'élongation de la liaison C=C et reste tout-même dans le bon intervalle (1675-1750). On confirme la présence d'acide benzoïque notamment grâce au pic majoritaire à 1184, correspondant au groupement cétone. Certains

pics présents dans le spectre ne devraient pas s'y trouver (1496, 1454,997, 853) d'après la littérature. Cela est peut-être dû à un produit parasite voir même une impureté.

Tableau. IV.1. ci-dessous répertorie les pics attendu et ceux observés.

Liaison	Pic attendu [cm⁻¹]	Pic observé [cm⁻¹]
(=C-H) élongation	3000-3150	3070.68 (moyen) et 2677.20 (petit) deux pics se démarquant du reste de l'étalement
(C=C) élongation	1600	1600.02 (petit)
(C=O)	1720-1740	1725 (moyen)
(C-O) élongation	1320-1220	Trois pics petits: 1327.03, 1292.31, 1184,43
(O-H) déformation	1400-1430 et 910	1423 (petit)
(O-H) élongation	3000-2500	2677.20, 2561.47 (étalement faible) dû aux liaisons hydrogènes

PARTIR B

Nous avons obtenu un produit transparent et incolore ayant une odeur caractéristique fruitée semblable à l'odeur du jasmin.

1. La densité :

Calculer la masse molaire d'acide acétique :

$$V_1 = 15 \text{ ml Acide acétique}$$

$$V_2 = ? \text{ Alcool benzylique.}$$

$$d = \frac{m}{M} \rightarrow m = d \times v = 1.05 \times 15 = 15.75 \text{ g}$$

$$n = \frac{m}{M} = \frac{15.75}{60} = 0.26 \text{ mol}$$

Calculer le volume de alcool benzylique $v = ?$

$$n = 0.26 \text{ mol}$$

$$n = \frac{m}{M} = \frac{p.v}{M} = \frac{d.v}{M}$$

$$v = \frac{n.M}{d} = \frac{0.26 \times 108}{1.04} = 27 \text{ ml}$$

Calculer la masse théorique :

$$n = \frac{m}{M} \rightarrow m = M \times n = 150 \times 0.26 = 39 \text{ g}$$

Calculer la masse expérimentale :

Le volume total de ester 20 ml

Tout d'abord, nous pesons un 5 ml d'ester

$$5 \text{ ml} \longrightarrow 7.04 \text{ g}$$

$$20 \text{ ml} \longrightarrow m_{\text{ester}}$$

$$m_{\text{ester}} = \frac{20 \times 7.04}{5} = 28.16 \text{ g}$$

Enfin, calculer la densité

$$d = \frac{m}{v} = \frac{7.04}{5} = 1.408 \text{ g/ml}$$

	La densité théorique	La densité expérimentale
l'acétate de benzyle	1.06	1.408

Nous remarquons que la densité de notre produit synthétisé est un peu élevée par rapport à la valeur théorique trouvée dans la littérature. Ceci est probablement dû à le contenu brut de notre ester.

2. Rendement :

$$\eta = m_{\text{pratique}} / m_{\text{théorique}} \times 100$$

La masse pratique

$$d = \frac{m}{v} = m_{\text{pratique}} = d \times v = 1.408 \times 20 = 28.16 \text{ g}$$

$$n = \frac{28.16}{39} \times 100 = 72\%$$

Rendement (%)

Théorique

Expérimentale

67

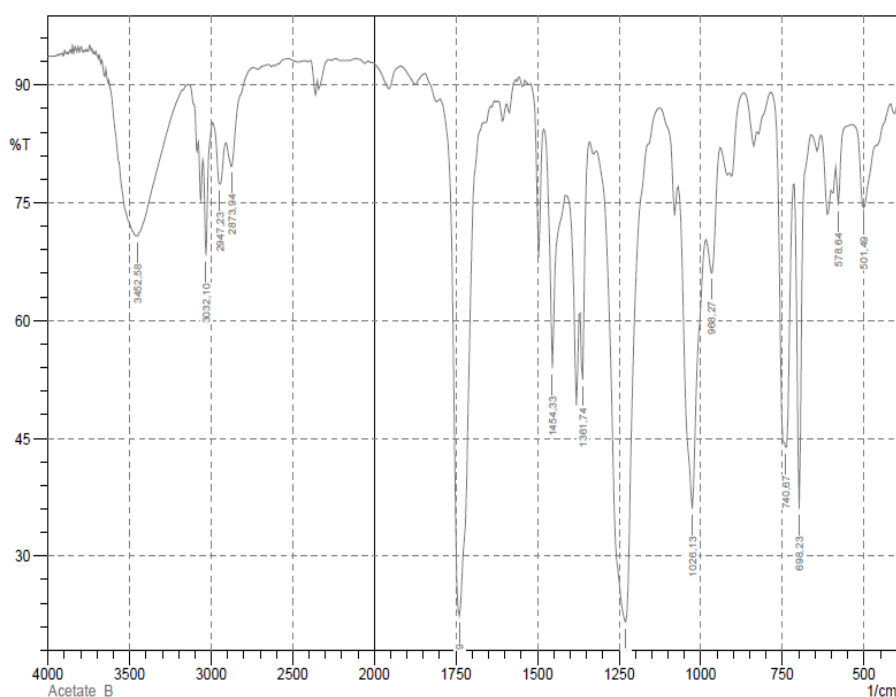
72

Par rapport à valeurs trouvées dans la littérature nous avons eu un bon rendement de notre réaction d'estérification.

3. pH :

La mesure directe du pH de l'ester nous a révélé un caractère acide avec un pH = 5.5. Il est à mentionner que la mesure des esters n'est pas une étude qui se trouve dans la littérature, mais pour connaître la gamme de notre pH, il semblait nécessaire de le mesurer.

4. Analyse spectre IR



Figurier. IV.2. Spectre infrarouge l'acétate de benzyle

Tableau.III.1. Ci-dessous répertorie les pics attendu et ceux observés de l'acétate de benzyle

Liaison	Pic attendu [cm^{-1}]	Pic observé [cm^{-1}]
C-H	2850-3000	2881.65 à 3005.1
C-C	1675	1680-1675
C=O	1700-1750	1750
C-O	1 ^{er} bande (1210-1260)	1250
	2 ^{ème} bande (1080-1150)	1026.13
C=C aromatique	1600-1400	1454.33
C-C	1250-1000	1250
C-H	Bande 670-720	667.37 – 700

Conclusion

Tous les aliments sont composés de protéines lipides, glucides, sels minéraux et vitamines. Cependant, aucun de ces composants ne donnent de goût. C'est pourquoi la perception des aliments est le résultat d'une combinaison de composés volatils odorants. L'organisme peut alors les discerner de deux manières : par voie nasale directe (ce qui correspond à l'odeur) ou par voie rétro nasale lorsque l'aliment est placé dans la bouche, ce qui donne alors naissance à l'arôme.

L'arôme d'un aliment est l'ensemble des substances qui y sont présentes au moment de sa consommation et capables dépasser dans le torrent gazeux respiratoire pour créer des sensations olfactives (voir chapitre I).

Dans notre mémoire, nous allons découvrir comment se fabriquer un arôme, avec tous les matériaux et les produits à utiliser. Les arômes naturels sont d'origine végétale ou animale et ont pas subi très peu de transformations. Il existe aussi des arômes artificiels qui coûtent beaucoup moins chers mais qui ont l'inconvénient d'être synthétisé par de nombreux produits chimiques.

Lors de nos recherches, nous avons découvert la notion d'estérification, c'est-à-dire la réaction d'un groupe acide carboxylique (lors de nos expériences, il s'agit de l'acide éthanoïque) avec un groupe alcool (ici l'alcool benzolique).

Lors de la réaction, il y élimination d'une molécule d'eau, d'où la présence d'eau dans la solution obtenue après synthèse de l'acétate de benzyle. La phase organique que l'on récupère après cette synthèse est un ester.

La caractérisation par infrarouge des deux produits nous a révélé tous les pics attendus d'être présents ce qui nous confirme l'identité de nos produits. En ce qui concerne l'acide benzoïque, la liaison O – H a été identifiée dans les valeurs 2677.20 et 1327.03cm^{-1} pour les deux mouvements. L'élongation de la liaison C = C a été identifiée dans la valeur 1600.02cm^{-1} . Pour l'ester, nous avons identifié la liaison C = O dans la valeur 1750cm^{-1} et nous avons bien déterminé les deux bandes de la liaison C – O dans la gamme $1250 - 1026.13\text{cm}^{-1}$.

L'expérimentation a révélée également pour l'acide benzoïque un rendement de 12%. Nous avons trouvé un caractère acide avec un pH vaut 5.5 pour notre ester synthétisé. Nous avons eu un rendement de l'estérification avec une valeur de 72%. Une densité de l'ester brut était 1.408.

Annexe

Résumé :

L'objectif principal de ce mémoire était d'exploiter le domaine de l'industrie en cherchant tous les aspects relatifs à la synthèse organique des arômes et des conservateurs. La bonne synthèse de nos produits, en l'occurrence de l'acide benzoïque et l'acétate benzylique, a été confirmée par tous les pics attendus. L'acide benzoïque a été synthétisé avec succès ayant un rendement de 12%. Un bon rendement de 72% de l'ester a été trouvé, avec une densité vaut 1.408 et une odeur caractéristique semblable à celle du jasmin.

Mots-clés :

– Ester – Estérification – Acétate benzylique – Conservateur – Acide benzoïque

ملخص :

كان الهدف الرئيسي من هذه المذكرة استغلال مجال الصناعة والبحث العلمي لتصنيع العبير والمواد الحافظة له , ولقد تحصلنا على نتائج جيدة من منجاتنا ، وهما حمض البنزويك وخلات البنزويل حيث ظهرت لنا جميع القمم المتوقعة في تحليل تم تصنيعه حمض البنزويك بنجاح مع تحقيق مردود قدره 12%. تم الحصول على مردود جيد من استر 72% ، مع كثافة 1.408 ورائحة مميزة تشبه الياسمين.

كلمات المفتاحية :

استر - الأسترة - خلالات البنزويل - محافظ - حمض البنزويك